



**Universidad
Europea MADRID**

UNIVERSIDAD EUROPEA DE MADRID

ESCUELA DE ARQUITECTURA, INGENIERÍA Y DISEÑO

GRADO EN FÍSICA

TRABAJO FIN DE GRADO

Caracterización mecánica rápida de aceros

ANDER LIZASO AMUNARRIZ

Dirigido por

Dr.ILCHAT SABIROV

Dr.OSMANY GARCÍA ZALDIVAR

CURSO 2024-2025

TÍTULO: CARACTERIZACIÓN MECÁNICA RÁPIDA DE ACEROS

AUTOR: ANDER LIZASO AMUNARRIZ

TITULACIÓN: GRADO EN FÍSICA

DIRECTOR/ES DEL PROYECTO:

Dr.ILCHAT SABIROV.

Dr.OSMANY GARCÍA.

FECHA: Marzo de 2025

RESUMEN

Los aceros son materiales muy importantes en la industria actual. Estos muestran muy buenas propiedades en relación a su peso y se distingue entre varios tipos de acero diferentes. En este proyecto en concreto se estudiaron los aceros de fase dual (aceros DP, por sus siglas en inglés, Dual Phase) y como muestras de control se utilizaron aceros de alta dureza y baja aleación (aceros HSLA, por sus siglas en inglés, High Strength Low Alloy).

Una parte muy importante a la hora de utilizar estos aceros es estudiar sus propiedades. Estas se miden utilizando diferentes técnicas de caracterización en función de las propiedades que se quieran medir. En nuestro caso, se midieron las propiedades mecánicas a través de diversas técnicas, pero la técnica en la que se centró el proyecto es la plastometría por indentación basada en perfilometría (PIP, por sus siglas en inglés, Profilometry-Based Indentation Plastometry), una nueva técnica de caracterización que promete grandes ventajas respecto a las técnicas más asentadas hoy en día.

Con esto, el trabajo pretendía estudiar la aplicabilidad de la PIP en los aceros DP. El objetivo del trabajo se abordó estudiando dos tipos de acero HSLA y tres aceros DP diferentes, analizando la fracción volumétrica de martensita de los aceros DP, la fracción volumétrica de perlita en los aceros HSLA y el tamaño de grano promedio de cada acero. Además, se estudió la dureza de los materiales realizando ensayos de dureza Vickers y se estudiaron el límite de fluencia, la resistencia máxima a tracción y la estricción utilizando la técnica PIP.

Los resultados finales mostraron una correlación aproximadamente lineal entre la dureza y la resistencia máxima a la tracción. Por otro lado, también se obtuvieron resultados donde, a medida que la fracción volumétrica de martensita aumentaba, también aumentaba el límite de fluencia y la dureza, mientras que se reducía la deformación por estricción. Los ensayos realizados mostraron solidez y coherencia con lo esperado, sugiriendo que la caracterización por PIP es aplicable a aceros DP.

Palabras clave: PIP, acero de fase dual, indentación, caracterización, curva carga-desplazamiento, curva esfuerzo-deformación.

ABSTRACT

Steels are essential materials in modern industry, offering excellent properties relative to their weight. Various types of steel can be distinguished, each with specific characteristics. This particular project focused on dual-phase steels (DP steels) and also included high-strength low-alloy steels (HSLA steels).

A key aspect when using these steels is the study of their properties, which are measured using characterization techniques selected according to the specific property to be analyzed. In our case, mechanical properties were measured using several techniques, but the main focus of the project was profilometry-based indentation plastometry (PIP), a novel characterization technique that offers promising advantages over more established methods.

The aim of this work was to study the applicability of PIP to DP steels. The objective was addressed by analyzing two HSLA steels and three different DP steels, including the evaluation of the martensite volume fraction in the DP steels, the pearlite volume fraction in HSLA steels and the average grain size of all five materials. In addition, hardness was assessed through Vickers hardness testing, and PIP was used to evaluate the yield strength, ultimate tensile strength, and necking behavior.

The final results showed an approximately linear correlation between hardness and ultimate tensile strength. Furthermore, the results indicated that as the martensite volume fraction increased, both yield strength and hardness increased, while the necking region decreased.

The tests conducted showed consistency and alignment with expected values, suggesting that PIP characterization in DP steels is a reliable method.

Keywords: PIP, DP steel, dual phase steel, indentation, characterization, load-displacement curve, stress-strain curve.

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, me gustaría agradecer a IMDEA Materiales por la oportunidad de trabajar y aprender sobre la investigación. Sobre todo a Ilchat por ayudarme y guiarme con el trabajo.

Por otro lado, dar las gracias a los profesores que he tenido a lo largo de la carrera por formarme durante los últimos cuatro años. En los que, además de enseñarme sobre ciencia, también me han llevado a adquirir otro tipo de aptitudes esenciales.

Finalmente, quería agradecer a las personas más importantes. A la gente más cercana por estar ahí apoyándome durante las épocas difíciles y a aquellos que ya no están, pero siguen siendo parte de nosotros.

TABLA DE RESUMEN

Nombre y apellidos:	Ander Lizaso Amunarriz
Título del proyecto:	Caracterización mecánica rápida de aceros
Directores del proyecto:	Dr.Ilchat Sabirov y Dr.Osmany García Zaldivar
El proyecto se ha realizado en colaboración de una empresa o a petición de una empresa:	SI
El proyecto ha implementado un producto:	NO
El proyecto ha consistido en el desarrollo de una investigación o innovación:	SI
Objetivo general de proyecto:	Estudiar la aplicabilidad de la plastometría por indentación basada en perfilometría en aceros de doble fase.

Índice

Capítulo 1: INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS	13
1.1 Introducción	13
1.2 Objetivos	15
1.2.1 Objetivos generales	15
1.2.2 Objetivos específicos	15
Capítulo 2: Estado del arte y marco teórico	16
2.1 Aceros	16
2.1.1 Aceros HSLA	16
2.1.2 Aceros DP	17
2.2 Caracterización	20
2.2.1 Microscopía SEM	20
2.2.2 Ensayo de tracción	20
2.2.3 Ensayo PIP	22
Capítulo 3: DESARROLLO DEL TFG	26
3.1 Materiales	26
3.2 Procedimiento experimental	26
3.2.1 Microscopía óptica	26
3.2.2 Microscopía SEM	28
3.2.3 Análisis microestructural	29
3.2.4 Ensayo Vickers	30
3.2.5 Ensayo PIP	32
Capítulo 4: Resultados y discusión	34
4.1 Microscopía óptica	34
4.2 Microscopía SEM	36
4.2.1 Imágenes	36
4.2.2 Análisis EDS	38
4.3 Análisis microestructural	39
4.3.1 Fracción volumétrica	39
4.3.2 Tamaño de grano	40
4.4 Ensayo Vickers	44
4.5 Ensayo PIP	44
CONCLUSIONES	52
Conclusiones del trabajo	52
Conclusiones personales	52

RECOMENDACIONES Y FUTURAS LÍNEAS DE TRABAJO	54
REFERENCIAS	55
ANEXO	59
Anexo 1 Planificación del trabajo fin de grado	59
Anexo 2 Recursos requeridos	59

Índice de figuras

1.	Ejemplo de aplicación de aceros DP en vehículos. Imagen tomada de SSAB, 2025.	13
2.	Plastómetro PLX-benchtop y las partes que lo componen. Imagen tomada de Clyne et al., 2021.	14
3.	Imagen tomada por SEM donde se distinguen Ferrita (α) y perlita (P). Imagen tomada de Szcotkarz et al., 2021.	16
4.	Diagrama de fases Fe-C, donde α corresponde a ferrita, γ a austenita y Fe_3C a cementita. Imagen tomada de Arrabal, 2024.	18
5.	Esquema del diagrama de transformación por enfriamiento continuo del acero DP. Imagen tomada de Porter et al., 2009.	19
6.	Imagen tomada por SEM de un acero DP donde se distinguen ferrita y martensita e imagen esquemática de acero DP donde se distinguen las fases del acero. Imágenes de Shan, (2020) y de AHSS Insights.	19
7.	Curva esfuerzo-deformación ingenieril y sus diferentes partes. Imagen tomada de Kaufmann, 2003.	21
8.	Ejemplo de curva carga-desplazamiento.	22
9.	Perfil de una indentación en los ejes X, Y, YX, XY y el promedio de los perfiles.	23
10.	Ejemplo de malla utilizada para modelar una indentación. Imagen de Clyne et al., 2021.	24
11.	Imagen del microscopio óptico Nikon Eclipse LV100ND.	27
12.	Imagen del microscopio SEM Apreo 2S LoVac.	28
13.	Microscopio SEM (ZEIS ESO MA 15).	29
14.	Imagen de durómetro Vickers Innovatest Nexus 4303.	31
15.	Esquema de la indentación de un ensayo Vickers y las diagonales que se miden.	31
16.	Plastómetro PLX benchtop.	32
17.	Imágenes tomadas con el microscopio óptico de las muestras S355MC a), S420MC b), DP600, DP780-F43 d) y DP780-F74 e).	35
18.	Imágenes de las muestras S355MC a) y S420MC b) tomadas con el microscopio SEM a x2000 aumentos y DP600 d), DP780-F43 d) y DP780-F74 e) a x3000 aumentos.	37
19.	Mapa de cuantificación de los elementos: Mn, Al, Cu, Nb y Cr estudiados con el análisis EDS.	38
20.	Imágenes de microscopía óptica transformadas a binario y utilizadas para calcular las fracciones volumétricas de las principales fases de las muestras: S355MC a), S420MC b), DP600 c), DP780-F43 d) y DP780-F74 e)	39
21.	Medidas realizadas a mano para medir el tamaño de grano promedio.	41
22.	Porcentaje de área abarcada frente a tamaño de grano en la muestra S355MC.	42

23. Ejemplos de imágenes tomadas por SEM y convertidas a binario para medir el tamaño de grano de los aceros S355MC a), S420MC b), DP600 c), DP780-F43 d) y DP780-F74 e).	43
24. Curva carga-desplazamiento a), perfil de indentación b) y curva esfuerzo-deformación C) obtenidas por PIP del acero S355MC.	45
25. Curva carga-desplazamiento a), perfil de indentación b) y curva esfuerzo-deformación c) obtenidas por PIP del acero S420MC.	46
26. Curva carga-desplazamiento a), perfil de indentación b) y curva esfuerzo-deformación c) obtenidas por PIP del acero DP600.	46
27. Curva carga-desplazamiento a), perfil de indentación b) y curva esfuerzo-deformación c) obtenidas por PIP del acero DP780-F43.	47
28. Curva carga-desplazamiento a), perfil de indentación b) y curva esfuerzo-deformación c) obtenidas por PIP del acero DP780-F74.	47
29. Representación gráfica del límite de fluencia frente a la fracción volumétrica de martensita en los tres aceros DP.	49
30. Representación gráfica de los resultados de UTS (MPa) frente a dureza Vickers (kgf/mm^2) de los aceros utilizados.	49

Índice de tablas

1.	Porcentaje en masa de la composición química de las muestras de acero utilizadas. . .	26
2.	Resultados del análisis de la fracción volumétrica de perlita de los aceros HSLA. . .	39
3.	Resultados del análisis de la fracción volumétrica de martensita de los aceros DP. . .	40
4.	Área promedio de grano de los diferentes aceros y la desviación estandar correspondiente a cada medida.	41
5.	Promedios de las diagonales D_1 y D_2 de cada muestra y dureza Vickers (HV).	44
6.	Promedios y desviaciones estandar (σ) o errores obtenidos para el límite elástico (σ_y), para la resistencia a la tracción (σ_{UTS}) y para la deformación en la estricción ($\epsilon_n \pm \sigma$).	48
7.	Tabla de las propiedades mecánicas de los aceros utilizados y las respectivas fuentes bibliográficas.	51
8.	Cronograma con el desarrollo del proyecto.	59

Capítulo 1: INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

1.1 Introducción

Hoy en día, los aceros son materiales muy utilizados, tanto a nivel industrial como en el día a día de cualquier persona. El extenso uso de estos materiales se debe principalmente a las propiedades y al bajo costo de producción del material. Existen diferentes tipos de aceros, pero en este proyecto se estudió el acero bifásico (acero DP por sus siglas en inglés, Dual Phase). Este acero es muy utilizado en la industria automotriz, ya que sus propiedades lo hacen una muy buena opción para la carrocería de vehículos, entre otras aplicaciones (en la figura 1 se muestra la aplicación de estos aceros en los vehículos).

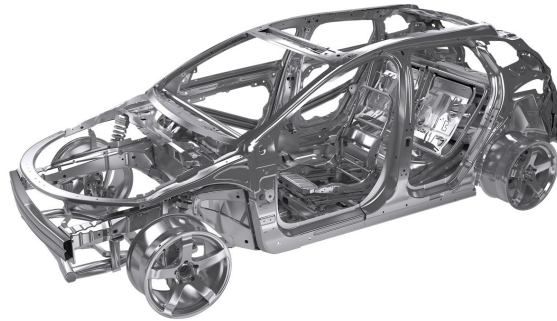


Figura 1: Ejemplo de aplicación de aceros DP en vehículos. Imagen tomada de SSAB, 2025.

Un importante trabajo antes de utilizar cualquier material, en este caso los aceros, es determinar sus propiedades. Estas se estudian utilizando diferentes técnicas de caracterización que nos permiten entender el comportamiento de los materiales y sus reacciones ante diferentes estímulos. Las propiedades que se estudiaron en este proyecto son las mecánicas, que miden el comportamiento del material ante estímulos mecánicos. Aunque las propiedades estudiadas en el proyecto se especificarán más adelante, destacan la dureza, que mide la resistencia de un material a la indentación, la ductilidad, que indica su capacidad de deformarse plásticamente sin fracturarse, y la resistencia máxima a la tracción, que refleja la tensión máxima que el material soporta antes de romperse.

En cuanto a las caracterizaciones mecánicas, existen ensayos como los de dureza (Vickers), fatiga (Wöhler) o tracción, que evalúan múltiples propiedades; aunque todos son ensayos mecánicos, cada uno aporta información diferente. Entre las técnicas mencionadas, la más utilizada es el ensayo de tracción. Este nos permite definir el módulo de Young, que indica la capacidad de deformación elástica, la resistencia máxima a la tracción (UTS por sus siglas en inglés, Ultimate Tensile Strength), que indica la tensión máxima soportada durante el ensayo, junto con otras propiedades (Smith y Hashemi, 2006).

El ensayo de tracción consiste en tomar una muestra de un material y generar tensión por ambos

extremos en direcciones opuestas, utilizando un equipo específico. Durante el ensayo se miden y se representan gráficamente el esfuerzo y la deformación del material, obteniendo como resultado una gráfica de donde se interpretan las propiedades mecánicas. Pero el esfuerzo y la deformación se definen en base al área de la sección transversal inicial y la longitud inicial de la muestra. Además de necesitar estas medidas, la muestra tiene que tener una forma específica con una sección más estrecha en el centro y una geometría que favorezca el agarre en los extremos. Por lo tanto, el proceso de preparación de muestras resulta muy tedioso y requiere de una gran cantidad de material (Kaufmann, 2003).

Los problemas mencionados, entre otros, incentivan el estudio de nuevas técnicas de caracterización, y una de ellas es la plastometría por indentación basada en perfilometría (PIP por sus siglas en inglés, Profilometry-Based Indentation Plastometry). La PIP es una técnica de caracterización desarrollada recientemente que promete unos resultados comparables a los del ensayo de tracción con una indentación de 2 mm de diámetro y una profundidad aproximada de 0,15-0,20 mm.

Resumidamente, esta técnica consiste en realizar una indentación en un material, estudiar el perfil de la indentación y simular la indentación a través de un método de elementos finitos (FEM por sus siglas en inglés, Finite Element Method). El perfil es simulado iterativamente ajustando ciertos parámetros del FEM hasta obtener un perfil de indentación suficientemente similar al perfil de la indentación realizada en la muestra. Con los parámetros que resultan en un perfil simulado similar al realizado en el material, se obtienen las propiedades de la muestra. Esta técnica ha sido automatizada y comercializada como PLX-Benchtop. En la figura 2 se muestra un ejemplo del equipo y las partes que lo componen (Clyne et al., 2021).



Figura 2: Plastómetro PLX-benchtop y las partes que lo componen. Imagen tomada de Clyne et al., 2021.

La PIP tiene varias ventajas respecto al ensayo de tracción; en primer lugar, no requiere de muestras con longitudes ni secciones específicas. Las únicas condiciones son que las muestras sean plano-paralelas y que sus dimensiones sean iguales o mayores que $3 \times 3 \times 1,5$ (mm^3). Esto agiliza y hace más fácil la preparación de muestras. Además, permite tomar una cantidad muy superior de resultados con la cantidad de material necesario para el ensayo de tracción. Por otro lado, estos resultados se obtienen de forma directa sin necesidad de interpretar las curvas esfuerzo-deformación. Así, la PIP permite caracterizar materiales de manera mucho más rápida y eficiente.

Por las ventajas mencionadas, la técnica promete grandes resultados. Pero al ser muy novedosa respecto a las más utilizadas hoy en día, la bibliografía disponible no es muy extensa. Aún así, es una técnica en auge que está siendo muy estudiada estos últimos años, teniendo artículos que la estudian en profundidad para una caracterización óptima (Clyne et al., 2021), artículos que estudian su uso bajo condiciones de alta temperatura (Tampere et al., 2023) o artículos que estudian las ventajas de su uso en materiales de alta dureza (Campbell et al., 2022).

A pesar de los estudios existentes y el conocimiento ya establecido, este proyecto se enfoca en un área aún no estudiada, la aplicabilidad de la PIP en aceros DP. Actualmente, no se dispone de bibliografía que aborde el uso de esta técnica en dichos materiales. Por ello, aportar bibliografía sobre este tema será el principal objeto de estudio del trabajo.

1.2 Objetivos

A continuación se describen los objetivos de este proyecto.

1.2.1 Objetivo general

Evaluar el empleo de la PIP para caracterizar mecánicamente aceros DP.

1.2.2 Objetivos específicos

- Caracterizar la microestructura de los aceros.
- Realizar ensayos de dureza Vickers de los materiales y determinar su dureza.
- Realizar ensayos PIP de los materiales y determinar sus propiedades mecánicas.
- Relacionar la microestructura y la dureza con las diferentes propiedades medidas por PIP.

Capítulo 2: MARCO TEÓRICO Y REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aceros

El acero es una aleación compuesta principalmente por hierro (Fe) y una pequeña proporción de carbono (C), generalmente entre 0.02 % y 2.14 % en peso. Esta combinación mejora notablemente las propiedades del hierro puro, dándole mayor resistencia mecánica, dureza y durabilidad. En la composición del material también podemos encontrar otros elementos como el cromo (Cr), el níquel (Ni) o el molibdeno (Mo), que tienen un gran efecto en las características y propiedades (Smith y Hashemi, 2006).

Los aceros al ser policristalinos están compuestos por granos, que son pequeñas regiones del material donde los átomos se ordenan en una estructura cristalina y una orientación cristalográfica concreta. Dependiendo de la estructura cristalina o de la composición del grano, se distingue entre una fase u otra. También existen microestructuras como la perlita o la bainita, que se componen de dos estructuras cristalinas diferentes. Dependiendo de su composición y del proceso de obtención, el acero estará generalmente compuesto por diferentes fases, y también tendrá granos con unas características u otras (Callister y Rethwisch, 2020).

En función de las características, composición química y comportamiento mecánico, hay diferentes tipos de aceros. Por ejemplo: el acero de plasticidad inducida por maclado (TWIP por sus siglas en inglés, Twinning-Induced Plasticity), el acero de transformación por plasticidad inducida (TRIP por sus siglas en inglés, Transformation-Induced Plasticity), el acero DP y el HSLA. En este caso, se estudiarán los aceros HSLA y DP

2.1.1 Aceros HSLA

Los aceros HSLA contienen bajo carbono (menos del 0.2 %) y pequeñas cantidades de elementos de aleación como niobio (Nb), vanadio (V), titanio (Ti) y manganeso (Mn). Estos elementos promueven el refinamiento del grano y el endurecimiento por precipitación (Fonstein, 2015).

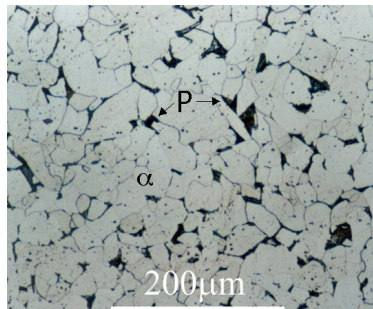


Figura 3: Imagen tomada por SEM donde se distinguen Ferrita (α) y perlita (P). Imagen tomada de Szczotkarz et al., 2021.

En su microestructura predominan fases como la ferrita, la cual es una fase con una estructura cristalina BCC que muestra una baja dureza y alta ductilidad. Contienen también perlita en menor proporción e incluso puede contener bainita (en la figura 3 se pueden observar las fases ferrita y perlita).

La perlita es una estructura compuesta por ferrita y otra fase llamada cementita, actuando la ferrita como matriz y la cementita como fase dispersa. De esta forma, ambas fases se distribuyen en láminas dentro del grano. La bainita también tiene ferrita como matriz, pero la cementita aparece como partículas alargadas y finas. Esta diferencia en morfología hace que la bainita muestre mayor dureza y tenacidad (capacidad de absorber energía antes de la fractura), mientras que la perlita es más blanda y más dúctil (Callister y Rethwisch, 2020).

Dependiendo del tratamiento térmico, entre otras variables, el acero tendrá una mayor composición de una fase u otra. Gracias a estas fases y a los elementos aleantes, los aceros HSLA presentan alta resistencia mecánica, buena tenacidad, excelente soldabilidad y una notable resistencia a la corrosión atmosférica. Esto hace que sean utilizados para aplicaciones estructurales donde se requiere una buena relación resistencia-peso sin comprometer la ductilidad ni la facilidad de fabricación (Fonstein, 2015).

2.1.2 Aceros DP

Los aceros de fase dual o aceros DP, son aceros cuyo proceso de obtención comienza por un acero con una baja composición de carbono (0,06 % – 0,15 %) y otros elementos de aleación que tendrán diferentes efectos en el material final. Entre los elementos aleantes podemos destacar el manganeso (Mn), el silicio (Si), el azufre (S) y demás elementos. Este acero se lleva a temperaturas de entre 750 °C y 900 °C (temperatura intercrítica del acero).

En el diagrama de fases de la figura 4 se muestran las fases que componen el acero en función del porcentaje en masa de carbono y la temperatura. En el rango de temperatura y el porcentaje de carbono mencionados, se observa que el material estará compuesto por austenita y ferrita.

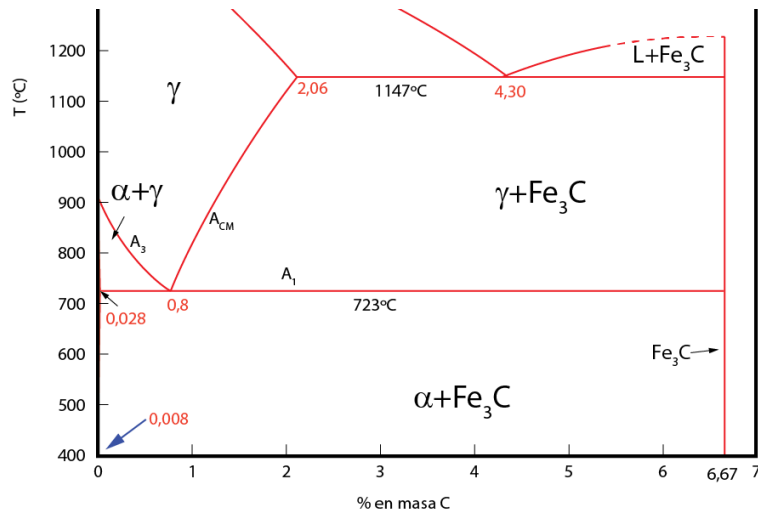


Figura 4: Diagrama de fases Fe-C, donde α corresponde a ferrita, γ a austenita y Fe_3C a cementita. Imagen tomada de Arrabal, 2024.

Después, el acero es enfriado rápidamente, obteniendo diferente microestructura en función de la velocidad de enfriamiento y el tiempo que se mantiene en la temperatura intercrítica. En el artículo de Ayres et al., 2022, el acero se mantiene durante 100 s aproximadamente en la temperatura intercrítica y se enfría a unos $18 \frac{C}{s}$, aunque estos valores varían en función de las características que se quieran obtener. El enfriamiento rápido evita la difusión de carbono, promoviendo la formación de una fase metaestable conocida como martensita.

En la figura 5 tenemos un diagrama de enfriamiento continuo de aceros DP. En este diagrama se muestra un esquema de las fases que componen el material dependiendo de la velocidad de enfriamiento. Si observamos la imagen, cuando el material se enfría a altas velocidades se obtiene únicamente martensita, mientras que al disminuir la velocidad se empieza a formar perlita. Para más información sobre la formación de aceros DP, véase Porter et al., 2009.

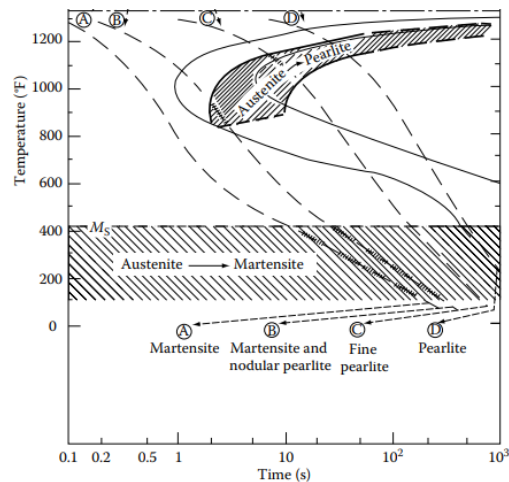


Figura 5: Esquema del diagrama de transformación por enfriamiento continuo del acero DP. Imagen tomada de Porter et al., 2009.

De esta forma, el material queda compuesto principalmente por ferrita y martensita (en la figura 6 se muestra una imagen tomada por SEM y una imagen esquemática de la microestructura del acero DP), además de fases en menor proporción como la perlita. En la estructura formada, la ferrita, una fase más dúctil y blanda, actúa como matriz y la martensita, una fase más dura y frágil, actúa como fase dispersa. El resultado es un acero de alta resistencia y una ductilidad alta en relación a la dureza. Por esta razón, los aceros DP son tan utilizados en la industria automotriz (Fonstein, 2015).

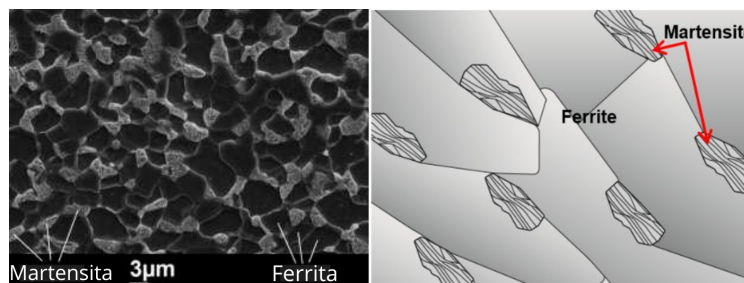


Figura 6: Imagen tomada por SEM de un acero DP donde se distinguen ferrita y martensita e imagen esquemática de acero DP donde se distinguen las fases del acero. Imágenes de Shan, (2020) y de AHSS Insights.

Como se observa en la figura 6 los aceros dual-phase son materiales policristalinos, presentando fronteras entre los granos individuales. Estas uniones se conocen como bordes de grano. Los bordes de grano poseen energías libres de unión mayores en comparación con las uniones internas en el interior del grano, lo que implica que su comportamiento frente a cargas mecánicas difiere del de un material monocristalino. En los aceros DP, esta diferencia energética en los bordes de grano puede influir en la nucleación y movilidad de dislocaciones, así como en los mecanismos de deformación (Hosford, 2010).

Por otra parte, la orientación cristalográfica de los granos también afecta las propiedades mecánicas. Dependiendo del plano cristalino sobre el que se aplique la carga, los granos en general muestran distintos comportamientos debido a su anisotropía. Por esta razón, los aceros DP, aunque se comportan de forma globalmente isotrópica, pueden presentar variaciones locales de propiedades por la orientación de los granos y la distribución de fases (Hosford, 2010).

Para disminuir los efectos de la anisotropía, es importante que la muestra que se utilice tenga una distribución homogénea de las diferentes fases y orientaciones cristalográficas, ya que, de lo contrario, los resultados obtenidos a través de la caracterización pueden verse afectados por la anisotropía (Porter et al., 2009).

2.2 Caracterización

En este apartado se explicará el funcionamiento de algunas de las técnicas de caracterización utilizadas en el proyecto. Además, a pesar de no realizarse, se desarrolla el funcionamiento del ensayo de tracción. Dado que la interpretación de los resultados de este ensayo es relevante para la PIP.

2.2.1 Microscopía SEM

La microscopía electrónica de barrido (SEM por sus siglas en inglés, Scanning Electron Microscopy) consiste en un haz de electrones que barre la superficie de la muestra punto por punto. Este haz interactúa con el material, haciendo que emita diferentes señales como electrones secundarios, electrones retrodispersados o rayos X. Estas señales son recogidas e interpretadas por diferentes tipos de detectores dependiendo del tipo de análisis que se realice.

Estos microscopios permiten observar muestras a aumentos muy superiores en comparación con el microscopio óptico, pudiendo tomar medidas a escalas más pequeñas; además, permiten estudiar la composición química del material. De esta forma, el SEM resulta una herramienta muy útil para estudiar la microestructura y la distribución de los elementos aleantes en un acero. Para más información sobre este apartado, véase Kaufmann, 2003.

2.2.2 Ensayo de tracción

El ensayo de tracción consiste en generar una fuerza uniaxial en sentidos opuestos sobre la muestra, midiendo la fuerza aplicada y el desplazamiento. Posteriormente se representa gráficamente el esfuerzo (fuerza/área transversal a la tracción) respecto a la deformación (desplazamiento/longitud inicial de la muestra). Dependiendo de si el esfuerzo se divide entre el área de la muestra durante el ensayo (área real) o el área inicial, se obtendrá una curva esfuerzo-deformación real o una curva esfuerzo-deformación ingenieril, respectivamente. Las curvas esfuerzo-deformación ingenieriles se

pueden distinguir en tres partes; la primera es donde el material se deforma de manera elástica y, por lo tanto, no se deforma de manera permanente.

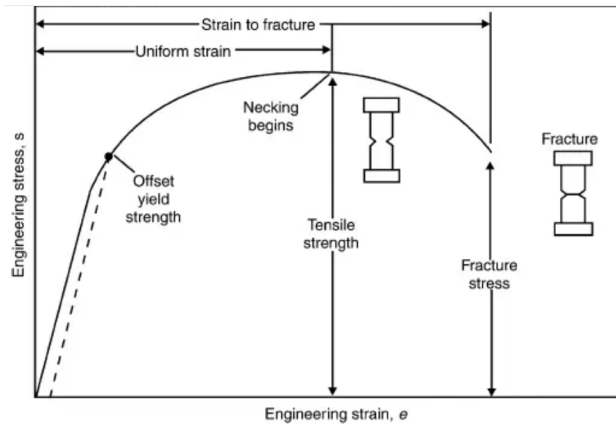


Figura 7: Curva esfuerzo-deformación ingenieril y sus diferentes partes. Imagen tomada de Kaufmann, 2003.

Esta correspondería con la parte lineal de la curva en la figura 7. Esta parte de la curva viene descrita por la ecuación 1, donde σ es el esfuerzo, ϵ representa la deformación y E representa lo conocido como módulo de Young.

$$\sigma = E \cdot \epsilon \quad (1)$$

El módulo de Young representa la capacidad de deformación elástica de un material. Cuando la parte elástica de la curva termina, se alcanza un esfuerzo llamado límite de fluencia. Este límite indica el esfuerzo máximo que soporta el material antes de comenzar a deformarse de manera plástica, es decir, permanentemente.

A partir del límite de fluencia, comienza la deformación plástica uniforme; en esta parte, el material se deforma plásticamente y todos los puntos del material se deforman por igual. Aquí, el material se endurece, soportando cada vez mayor esfuerzo hasta llegar a la resistencia máxima a la tracción (UTS). El UTS es el esfuerzo máximo soportado por el material antes de la rotura.

Después del UTS comienza la deformación plástica no uniforme. Esta parte de la curva se conoce como zona de estricción. La deformación inicial en esta parte de la curva se expresa como ϵ_n . Este valor es proporcional a la ductilidad del material, aunque no sigue una relación estrictamente directa. Finalmente, el material continúa deformándose hasta llegar a la rotura. Para más información, véase Kaufmann, 2003.

La parte plástica de la curva puede ser descrita por diferentes ecuaciones, en este caso se utilizará la ecuación de Voce, ecuación 2. Donde σ es el esfuerzo real o verdadero, σ_S es el esfuerzo de saturación, este corresponde al valor límite al que tiende el esfuerzo verdadero durante la defor-

mación plástica uniforme, cuando el material sigue endureciéndose, pero cada vez menos. ϵ_0 es un parámetro que indica la velocidad de endurecimiento del material, ϵ es la deformación real y σ_Y es el esfuerzo en el inicio de la deformación plástica, normalmente el límite elástico (Clyne et al., 2021).

$$\sigma = \sigma_S - (\sigma_S - \sigma_Y) \exp\left(\frac{-\epsilon}{\epsilon_0}\right) \quad (2)$$

2.2.3 Ensayo PIP

La obtención de propiedades mecánicas por indentación comenzó con la medición y la representación gráfica directa de la carga y del desplazamiento, esta técnica se conoce como técnica de indentación instrumentada (IIT por sus siglas en inglés, Instrumented Indentation Technique). Cuando se empezó a estudiar esta técnica se llevaba a cabo realizando nanoindentaciones. Debido a que el tamaño de la nanoindentación no abarca una cantidad representativa de grano del material a gran escala, los resultados obtenidos se veían afectados por la anisotropía. Para reducir los efectos de este problema se aumentó el tamaño de la indentación, reduciendo así la dispersión de los resultados y obteniendo resultados de la tasa de endurecimiento por deformación ($\frac{d\sigma}{d\epsilon}$) acordes a los ensayos de tracción. Sin embargo, el límite de fluencia seguía discrepando de aquel obtenido por ensayos de tracción (Campbell et al., 2021).

Posterior a la IIT, se combinó la indentación con un método de elementos finitos (FEM) que posteriormente será explicado, dando lugar a lo que se conoce como PIP. Esta técnica que combina indentación y FEM consta de varios pasos; en primer lugar, el equipo PLX-Benchtop realiza una indentación sobre la superficie de una muestra. Durante la indentación, mide la carga aplicada con una célula de carga y el desplazamiento con un sensor LVDT, para después representar la curva carga-desplazamiento (en la figura 8 se muestra un ejemplo de curva carga-desplazamiento).

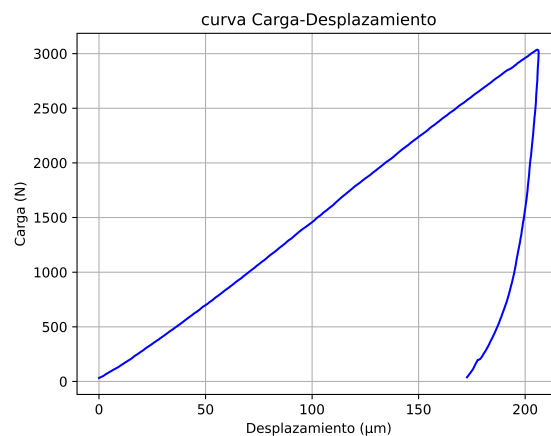


Figura 8: Ejemplo de curva carga-desplazamiento.

Conociendo esta curva es posible obtener el módulo de Young mediante métodos como el de Oliver y Pharr, aunque en este caso se obtiene por un método diferente. Ya que el equipo utilizado emplea una base de datos interna que contiene curvas carga-desplazamiento de materiales con módulos de Young previamente caracterizados. Al realizar un ensayo, se introduce el tipo de material que se está caracterizando, por lo que, conociendo el tipo de material y comparando la curva obtenida con las almacenadas en la base de datos, se determina el módulo de Young del material analizado. Con el módulo de Young, queda descrita la deformación elástica del material y, por lo tanto, la parte lineal de la curva esfuerzo-deformación (Plastometrex, 2024b).

Después, el equipo utiliza un perfilómetro para medir y representar gráficamente la altura de la indentación respecto a la distancia radial desde el centro de la indentación en los ejes X, Y, YX y XY (en la figura 9 se muestra un ejemplo de esta medida). De esta forma, en la gráfica se representa la sección de la indentación en los diferentes ejes y un promedio de los perfiles. Esta representación gráfica será la que el software utilizará como referencia para ajustar los parámetros de Voce.

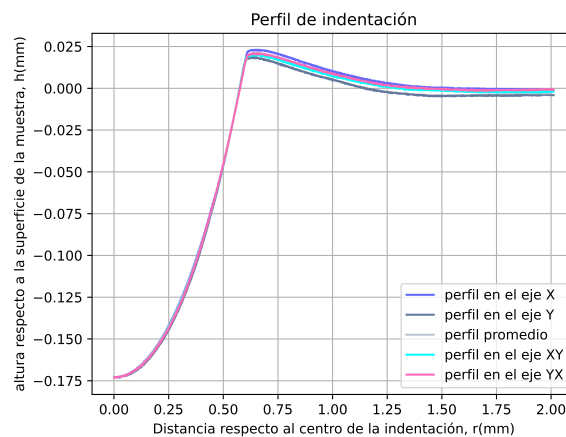


Figura 9: Perfil de una indentación en los ejes X, Y, YX, XY y el promedio de los perfiles.

Habiendo medido el perfil de la indentación, se simula la indentación con el FEM. Para ello se simplifica el problema a dos dimensiones para un menor coste computacional y se comienza cubriendo la muestra y el indentador con lo que se conoce como una malla (en la figura 10 se muestra una malla que cubre un indentador y la superficie de una muestra). La malla separa el objeto de estudio en un número finito de elementos diferentes, de formas y tamaños específicos dependiendo de la precisión que requiera cada región. Esto permite que, con el módulo de Young previamente obtenido, definiendo un coeficiente de rozamiento predeterminado y los parámetros de la ecuación 2 se pueda simular la interacción entre los elementos de la malla, y por lo tanto, se puede simular una indentación.

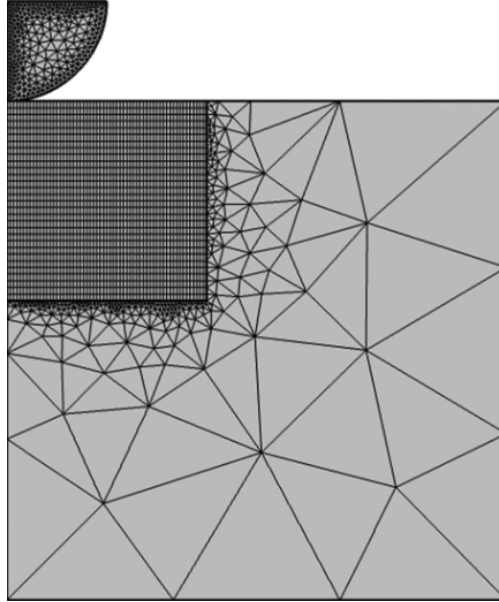


Figura 10: Ejemplo de malla utilizada para modelar una indentación. Imagen de Clyne et al., 2021.

Con el objetivo de obtener los parámetros de Voce, el software simula repetidamente la indentación ajustando estos parámetros hasta que el perfil de la indentación simulada reproduzca con precisión el perfil realizado en la muestra. Esto permite definir la deformación plástica del material con la ecuación 2. De esta forma, se habrán obtenido las mismas propiedades mecánicas del material que se obtendrían a través de un ensayo de tracción. Para más información sobre la PIP, véase Clyne et al., 2021.

Cabe destacar que todo el proceso descrito es realizado automáticamente por el equipo PLX-Benchtop. Esto simplifica de manera considerable el tiempo y la complejidad de la caracterización. Esta reducción en el tiempo que requiere caracterizar un material, junto con ventajas que se han mencionado anteriormente, ha hecho que la técnica esté siendo muy estudiada. Por ejemplo: el artículo de Campbell et al., 2022 que se mencionó anteriormente. Este artículo muestra las ventajas de la PIP frente al ensayo de tracción a la hora de caracterizar muestras con alta dureza. En el artículo se utilizan materiales con límites de fluencia entre 1,8 GPa y 3 GPa. La dureza y resistencia de estos materiales dificultan la preparación de muestras, el agarre durante la tracción e incluso pueden producirse fracturas prematuras que reducen la información obtenida. La PIP no soluciona el problema de la fractura prematura, pero sí simplifica considerablemente la preparación de las muestras y evade por completo el problema del agarre.

Otro ejemplo a destacar es el artículo de Wenchen et al., 2022, en él se estudia el uso de la PIP para estudiar la anisotropía del material en la frontera de los puntos de soldadura. Para ello, sueldan un material con un metal de aporte (metal que se funde durante la soldadura para llenar la unión) igual al metal soldado y otro con un metal de aporte más duro que el metal soldado.

Estos materiales se caracterizan por PIP y por ensayo de tracción, mostrando una muy buena compatibilidad entre los resultados de ambos ensayos. Además, la PIP permitió estudiar las propiedades en la frontera de la soldadura a escalas muy difíciles de estudiar utilizando ensayos de tracción.

Por otro lado, no se encontró bibliografía sobre el uso de esta técnica en aceros DP. La razón principal de esta falta de bibliografía es que la técnica se desarrolló en 2021, en consecuencia, se creó el plastómetro PLX-Benchttop el mismo año. Por lo que, en comparación con las demás técnicas mencionadas en la tesis, la PIP es una técnica muy reciente. (Clyne et al., 2021), (Plastometrex, 2023).

Capítulo 3: DESARROLLO DEL TFG

Para llevar a cabo el proyecto se utilizaron dos aceros HSLA como muestras de control y tres aceros DP como muestras de análisis. A través de microscopía óptica y electrónica se estudió la microestructura de estos materiales, analizando el área promedio de los granos y la fracción volumétrica de las principales fases de cada acero. Además, se realizó un análisis EDS que no estaba previsto en un inicio. Después se realizaron ensayos Vickers para medir la dureza y ensayos PIP para medir el UTS, el módulo de Young y la deformación al comienzo de la zona de estricción. A continuación, se desarrollará con mayor detalle los materiales utilizados y el procedimiento experimental.

3.1 Materiales

Se han empleado dos aceros HSLA, en concreto, un S355MC y un S420MC. En estos aceros, la S indica que son aceros estructurales, el número indica el límite elástico mínimo en megapascuales y MC significa que es un acero laminado termomecánicamente para conformado en frío.

Por otro lado, también se han utilizado aceros DP, un acero DP600 y otros dos aceros DP780 con ligeras variaciones en composición y en tratamiento térmico. En general, los dos aceros DP780 tendrán propiedades y características diferentes debido a las variaciones en la composición. El número del nombre en los aceros DP nos indica la resistencia mínima a la tracción en megapascuales y DP viene de sus siglas en inglés, dual phase.

En la tabla tabla 1 se muestra con mayor detalle el porcentaje en masa de la composición química de los aceros utilizados.

Acero	C	Mn	Si	S	P	Al	Cu	Ni	Cr	Nb	Mo	V	Ti	B	N	As	Sn	Ca	Pb	Co
S355MC	0,069	0,367	0,012	0,0065	0,012	0,046	0,022	0,013	0,020	0,025	0,0020	0,0003	0,0007	0,0001	0,0040	0,0016	0,0093	0,0001	0,0003	0,0028
S420MC	0,066	0,460	0,013	0,0099	0,011	0,038	0,037	0,0170	0,015	0,042	0,0025	0,0005	0,0007	0,0001	0,0049	0,0013	0,0120	0,0001	0,0001	0,0031
DP600	0,123	1,594	0,323	0,0032	0,013	0,027	0,064	0,022	0,351	0,0025	0,0054	0,0035	0,0110	0,0004	0,0071	0,0023	0,0039	0,0031	0,0006	0,0039
DP780-F43	0,139	1,845	0,231	0,0026	0,013	0,031	0,024	0,016	0,281	0,0030	0,1100	0,0051	0,0218	0,0004	0,0066	0,0010	0,0080	0,0024	0,0017	0,0037
DP780-F74	0,139	1,836	0,218	0,0026	0,018	0,027	0,024	0,020	0,279	0,0029	0,1090	0,0044	0,0209	0,0002	0,0066	0,0008	0,0120	0,0025	0,0015	0,0032

Tabla 1: Porcentaje en masa de la composición química de las muestras de acero utilizadas.

3.2 Procedimiento experimental

3.2.1 Microscopía óptica

El microscopio utilizado en el proyecto fue un Nikon Eclipse LV100ND (la figura 11 muestra una imagen del microscopio).



Figura 11: Imagen del microscopio óptico Nikon Eclipse LV100ND.

En primer lugar, se debe realizar la preparación de las muestras. Esto consistió en embutir las muestras que en este caso tenían las siguientes dimensiones, $10 \times 6 \times 3 \text{ mm}^3$, en resina conductora. Para ello, se utilizó la prensa metalográfica Neurtek Opal 410; se rocía el molde con silicona en spray y se introduce la muestra. Las muestras se sujetan con un soporte de titanio, se rellena con resina y se procede 8 minutos a $150 \text{ }^\circ\text{C}$ y 4 minutos hasta llegar a $20 \text{ }^\circ\text{C}$.

Habiendo embutido las muestras, se lijan a un tamaño de grano de 320, 600, 1200 y 2000, en el orden mencionado y rotando la muestra 90° al pasar de una lija a la siguiente, de forma que las rayas hechas con una lija en la superficie del material desaparezcan al terminar de pasar la siguiente lija.

A continuación, las muestras tienen que ser pulidas, en este caso, se utilizó la pulidora Beuhler metaserv 250 para el pulido. Para los aceros utilizados se recomienda utilizar la máquina a un rango entre 200 y 300 revoluciones por minuto, aplicando lubricante DP-blue para evitar que las muestras sufran daños. Los aceros se pulieron con una pasta de pulido de $6 \text{ }\mu\text{m}$, $3 \text{ }\mu\text{m}$ y $1 \text{ }\mu\text{m}$. Para el pulido final se aplicó una suspensión de pulido con óxido de silicio coloidal (OPS por sus siglas en inglés, Oxide Polishing Suspension), teniendo partículas de un tamaño aproximado de $0,04 \text{ }\mu\text{m}$. Esto resulta en un pulido muy fino, actuando por abrasión y ligeramente por reacción química.

Cabe mencionar que, para un pulido correcto, al igual que en el lijado, hay que rotar la muestra 90° al pasar de un tamaño de pulido al siguiente. Por otra parte, las líneas del pulido tienen que ser observadas en el microscopio óptico, ya que éstas no se ven a simple vista.

Finalmente hay que realizar un ataque químico, esto consiste en preparar una disolución de un ácido fuerte y hacerlo reaccionar con la superficie del metal para revelar el grano. En este proyecto se utilizó una solución de ácido nítrico (HNO_3) del 4 % en etanol, esta solución se conoce como nital. Las muestras se sumergieron unos 25 s en nital 4 %; pasado ese tiempo se enjuagaron con etanol para detener la reacción.

Con el grano revelado, las muestras se observaron bajo el microscopio aplicando luz reflejada, utilizando el software NIS-Elements (Nikon, 2024). Se ajusta el balance de blancos automáticamente y el tiempo de exposición. Con los parámetros ajustados, se añade la escala correspondiente a cada aumento y, en este caso, se tomaron tres imágenes de cada muestra a x500 y x1000 aumentos.

3.2.2 Microscopía SEM

Las mismas muestras observadas bajo el microscopio óptico se observaron en el microscopio SEM Apreo 2S LoVac (en la figura 12 se muestra una imagen del microscopio Apreo 2S LoVac). Aunque debieron ser adaptadas para el soporte de este microscopio. Esta adaptación consistió en colocar cinta de doble cara de cobre sobre la muestra y pegar un pin de aluminio para atornillar la muestra al soporte del SEM.



Figura 12: Imagen del microscopio SEM Apreo 2S LoVac.

Para comenzar, es necesario llenar la cámara de un gas inerte antes de abrirla, nitrógeno en este caso. Se fijan las muestras en los respectivos soportes, se cierra la cámara y una bomba genera vacío. Para tomar las imágenes, se enciende el cañón de electrones y se ajustan los parámetros del

haz de electrones. En este caso, se tomaron con un voltaje de aceleración de 20 kV, una corriente de 3,2 nA y detectando electrones secundarios. Con estos parámetros se tomaron tres imágenes a x1000, x2000 y x3000 aumentos de cada muestra.

Por otro lado, a pesar de no ser una prueba prevista, debido a los granos atípicos de una de las muestras, se realizó un análisis de espectroscopía de dispersión de energía (EDS por sus siglas en inglés, energy dispersive spectroscopy) con el microscopio ZEISS EVO MA 15 mostrado en la figura 13. Siguiendo el procedimiento anterior, se introducen las muestras en la cámara y se escogen los elementos de los cuales se quiera obtener un mapa de cuantificación (imagen donde se muestra la concentración y distribución de los elementos seleccionados). En este proyecto se estudiaron los siguientes elementos: aluminio, manganeso, cobre, niobio y cromo.

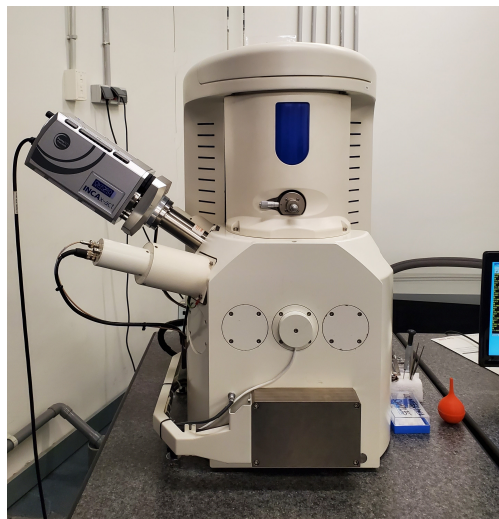


Figura 13: Microscopio SEM (ZEISS ESO MA 15).

3.2.3 Análisis microestructural

La microestructura se analizó con las imágenes tomadas por microscopía óptica y electrónica y se utilizó el software ImageJ (Schneider et al., 2012). En primer lugar, se midió la proporción volumétrica de las principales fases de cada muestra. Se comenzó transformando las imágenes tomadas por microscopía óptica a imágenes de 8 bits, es decir, que se convirtieron a una escala de grises. Después, se ajustó el brillo y el contraste de la imagen de forma que las fases se distingan más fácilmente.

A continuación se convirtió la imagen de una escala de grises a una imagen binaria. Esto se hace definiendo un umbral de colores. De esta forma, los colores fuera del umbral se definen de un color diferente a aquellos dentro del umbral, definiendo así la matriz de ferrita de un color y el resto de fases de otro color.

Con la imagen binaria, el software cuenta los píxeles de cada color con la opción *analyze particles*. A partir del conteo se divide el número de píxeles de una fase entre el número total de píxeles, obteniendo la fracción de área que abarca cada fase. Por el principio de Delesse, el cual dice que la fracción de área ocupada por una fase en una sección aleatoria de un material es aproximadamente igual a su fracción volumétrica en el material completo, queda definida la fracción volumétrica de las fases. Este proceso se realizará en los aceros DP para conocer principalmente la fracción volumétrica de martensita y ferrita, y en los aceros HSLA para determinar la fracción volumétrica de ferrita y perlita. Las medidas se tomaron en tres imágenes por material, calculando el resultado como el promedio de las tres medidas y estimando el error en función de cuánto variaba la fracción volumétrica al ajustar el umbral.

Respecto al área promedio, se tuvieron que realizar las mediciones de manera diferente según el tipo de acero, ya que el borde de grano en los aceros HSLA no se distinguía con nitidez suficiente. Comenzando por el procedimiento de los aceros DP, se siguió el mismo procedimiento hasta obtener imágenes binarias, utilizando en este caso imágenes tomadas por SEM. En estas imágenes, el interior del grano se representa en blanco y el borde de grano de color negro. Después, hay que ajustar el área mínima y máxima de grano que el software medirá y excluir los granos que están en los bordes de la imagen para evitar medidas incorrectas. De nuevo, con la opción *analyze particles*, el software mide los granos de la imagen y su área, devolviendo un archivo *.csv* con cada grano medido y su área.

Para medir el área promedio de los granos en los aceros HSLA se utilizó el mismo software pero con imágenes tomadas por microscopía óptica. Para obtener un área aproximada se midió la anchura y la altura de cada grano, procurando realizar cada medida por el centro del grano y excluyendo los granos en el borde de la imagen. El área promedio se calculó aproximando los granos por rectángulos, obteniendo el área de cada grano como la anchura por la altura y calculando el promedio con las medidas realizadas. Junto con el área promedio se calculó la desviación estándar de las medidas.

3.2.4 Ensayo Vickers

Las muestras caracterizadas por el durómetro Innovatest Nexus 4303 (en la figura 14 se muestra una imagen del durómetro Innovatest Nexus 4303) también se utilizaron para el ensayo PIP, por lo que estas muestras con un tamaño de $20 \times 20 \times 3 \text{ mm}^3$ se lijaron hasta un número de grano de 2000 y posteriormente fueron pulidas con pasta de pulido de $6 \mu\text{m}$. Esto se llevó a cabo siguiendo el mismo procedimiento de lijado y pulido mencionado para la microscopía; cabe destacar la importancia de lijar ambas caras de las muestras plano-paralelas, ya que el PLX-Benchttop tiene una tolerancia de la superficie de la muestra de 2° .



Figura 14: Imagen de durómetro Vickers Innovatest Nexus 4303.

En este punto se coloca la muestra sobre la base, se ajusta la altura de la muestra de forma que quede enfocada en el microscopio de medición y en este proyecto se realizó una indentación sobre la muestra aplicando una carga de 0,5 kg durante 14 s.

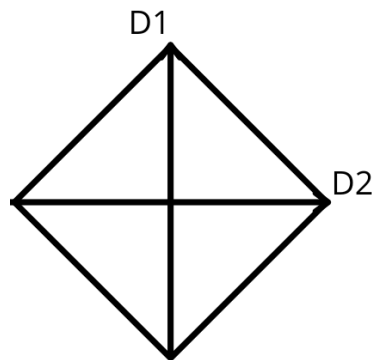


Figura 15: Esquema de la indentación de un ensayo Vickers y las diagonales que se miden.

En la figura 15 se observa una imagen esquemática de la indentación con las diagonales D1 y D2. Con el microscopio de medición integrado en el equipo se miden estas diagonales y con la ecuación 3, donde D es el promedio de las diagonales y F es la carga aplicada en kilogramos-fuerza (kgf), se calcula la dureza Vickers.

$$HV = 1,854 \cdot \frac{F}{D^2} \quad (3)$$

Este proceso se repitió tres veces por muestra, ya que la dispersión de los resultados es común en la medición de la dureza Vickers. Los resultados se calcularon como el promedio de las tres medidas y la propagación de errores con la ecuación 4. Por otro lado, el error de las medidas se calculó como $\sqrt{(\Delta X_a)^2 + (\Delta X_s)^2}$ donde ΔX_a es el error aleatorio y ΔX_s el error sistemático.

$$\Delta f(x_1, \dots, x_n) = \left| \frac{\partial f}{\partial x_1} \right| \Delta x_1 + \dots + \left| \frac{\partial f}{\partial x_n} \right| \Delta x_n \quad (4)$$

3.2.5 Ensayo PIP

Como ya se ha mencionado, las muestras utilizadas para el ensayo de dureza Vickers fueron las mismas que las utilizadas para la PIP, por lo que la preparación de muestras se menciona en la sección 3.2.4. Antes de comenzar el ensayo, se debe calibrar el equipo PLX-Benchtop mostrado en la figura 16. Esto consiste en centrar la muestra de calibración (muestra que el equipo incluye con una indentación y cuya función es la calibración del equipo) de forma que la indentación de la muestra quede debajo del indentador.

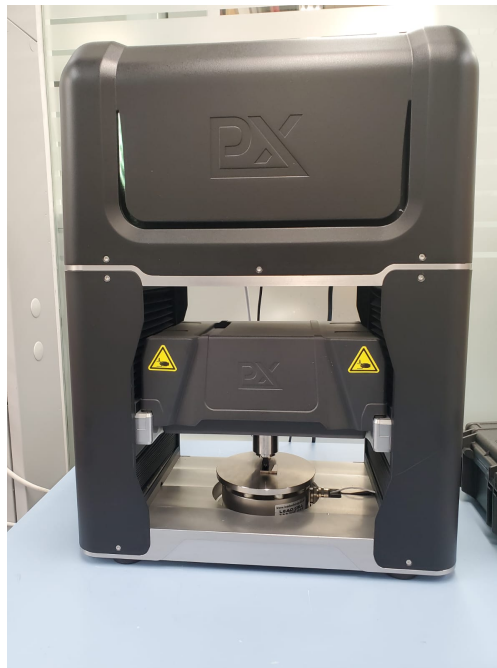


Figura 16: Plastómetro PLX benchtop.

Habiendo calibrado el equipo, hay que colocar la muestra que se quiera caracterizar, teniendo en cuenta los márgenes entre indentaciones y entre la indentación y el borde de la muestra. Las indentaciones se llevaron a cabo a una velocidad de $8,048 \mu\text{m/s}$ y con un indentador de $1,0006 \text{ mm}$ de radio.

Una vez realizada la indentación y recogidos los datos de carga-desplazamiento, el equipo automáticamente estudia el perfil de la indentación y el software Corsica+ (Plastometrex, 2024a)

calcula los parámetros de Voce con los que obtiene la curva esfuerzo-deformación y las propiedades mecánicas del material. Estas medidas se repitieron tres veces por material y se calculó el promedio y la propagación de errores correspondiente con la ecuación 4, junto con el error aleatorio, obteniendo el error de las medidas como $\sqrt{(\Delta X_a)^2 + (\Delta X_s)^2}$.

Capítulo 4: Resultados y discusión

En este capítulo se muestran los resultados obtenidos a través de los métodos desarrollados en el capítulo 3, además de comparar los resultados entre sí para observar las correlaciones conocidas y discutir así la validez de los resultados.

4.1 Microscopía óptica

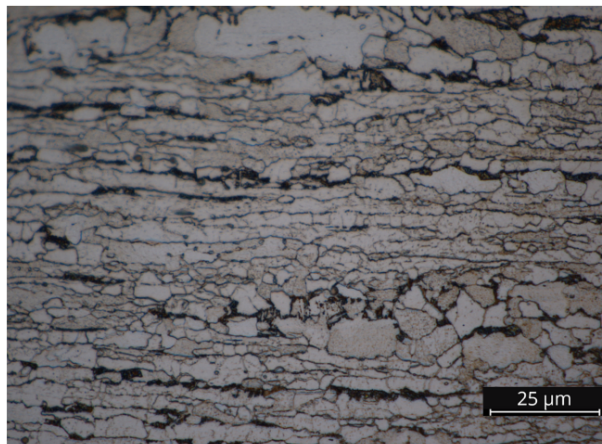
En la figura 17 a) y b), donde se muestran los aceros HSLA, se observa una fase gris mayoritaria que se trata de ferrita y otra negra en menor proporción, siendo la fase oscura perlita. Sin embargo, hay una clara diferencia entre la cantidad de perlita del acero S355MC (figura 17 a)) y el S420MC (figura 17 b)). Por otro lado, estos materiales pueden contener otras fases en proporciones despreciables (Marconi, et al. 2015). La figura 17 c), d) y e) muestra los aceros DP. En estos aceros, la ferrita se observa de color gris y la fase negra se trata de martensita, pudiendo haber también fases como la perlita en proporciones despreciables (Castillo et al., 2018).

En cuanto al tamaño de grano, los aceros HSLA muestran mayor tamaño de grano que los aceros DP, afectando esto directamente a la dureza del material. Este fenómeno, conocido como relación Hall-Petch (Hall, 1951), viene descrito por la ecuación 5. Donde σ_y es el límite elástico, σ_0 es la resistencia intrínseca del material (resistencia del material si se tratase de un grano de extensión infinita), k es una constante dependiente del material y d es el tamaño de grano. Aunque la ecuación no contenga directamente ninguna variable relacionada con la dureza, el límite elástico es proporcional a esta (Hosford, 2010).

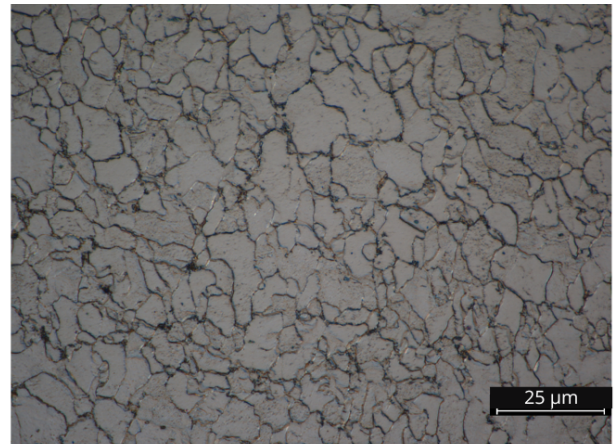
$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (5)$$

A pesar de que la ecuación 5 resulta muy útil, hay otros factores que afectan a la dureza. Entre ellas, la textura morfológica (preferencia en forma y orientación de los granos), que puede estar acompañada de textura cristalográfica (preferencia de la orientación de los planos cristalinos). Estas texturas pueden deberse a gradientes de temperatura durante la solidificación y ambas contribuyen a la anisotropía del material. La contribución a la anisotropía se debe a que la orientación preferencial de los granos y sus planos cristalinos facilitan el movimiento de dislocaciones en ciertas direcciones.

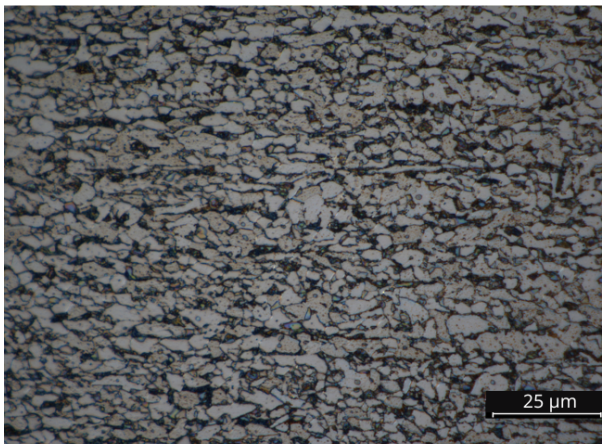
En consecuencia, es probable que el acero S355MC muestre anisotropía, ya que este presenta granos alargados a lo largo del eje X que podrían estar acompañados de textura cristalográfica. Esto suele ocurrir por el proceso de laminación (la laminación consiste en hacer pasar el acero por dos rodillos para darle forma de lámina al material). En este proceso pueden crearse gradientes de temperatura que, junto con la laminación, pueden resultar en estos granos alargados (Roesles et al., 2007).



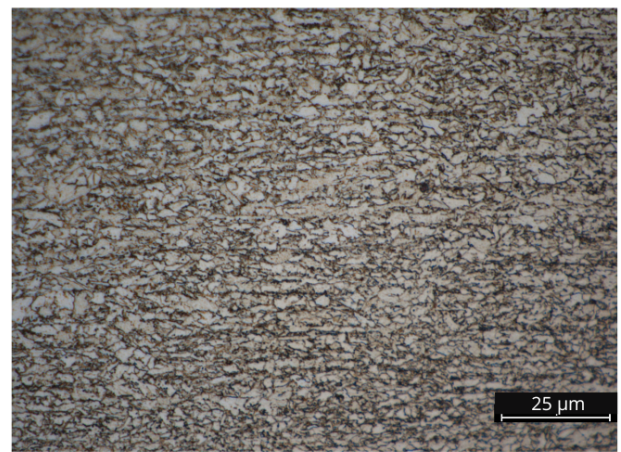
a)



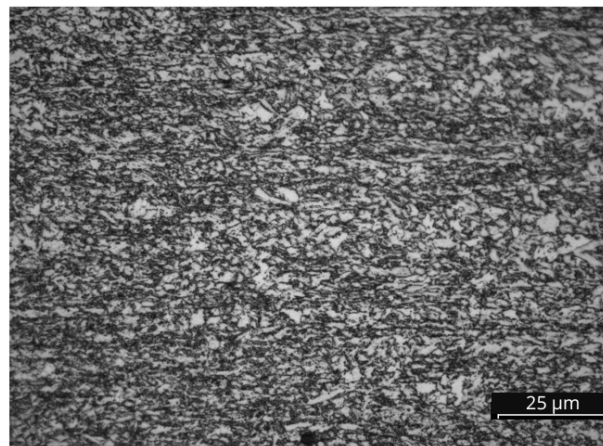
b)



c)



d)



e)

Figura 17: Imágenes tomadas con el microscopio óptico de las muestras S355MC a), S420MC b), DP600, DP780-F43 d) y DP780-F74 e).

4.2 Microscopía SEM

4.2.1 Imágenes

En la figura 18, las imágenes a) y b) corresponden a las muestras S355MC y S420MC, respectivamente, tomadas a $\times 2000$ aumentos. Por otro lado, las imágenes c), d) y e) muestran los aceros DP600, DP780-F43 y DP780-F74, respectivamente, y fueron tomadas a $\times 3000$ aumentos. Esta diferencia en la magnificación de las imágenes mostradas se debe a la diferencia en el tamaño de grano de los aceros HSLA y los DP, permitiendo así distinguir mejor la microestructura de ambos materiales.

Respecto a los aceros HSLA se distingue una fase más oscura que se trata de ferrita (F) y otra más clara que es perlita (P) (Sekban et al., 2017). Tanto en las imágenes del microscopio óptico como en las del SEM, el acero S355MC parece mostrar mayor fracción volumétrica de perlita que el S420MC. Por otro lado, en los aceros DP las fases más oscuras son ferrita (F), siendo las fases más claras martensita (M) (Tahar et al. 2022).

En cuanto al tamaño de grano de los aceros HSLA, el acero S420MC parece mostrar una distribución del tamaño de grano aproximadamente normal, mientras que la distribución del acero S355MC parece más bien bimodal. En caso de tener una distribución del tamaño de grano bimodal, si los dos tamaños de grano promedio se distribuyen de manera homogénea, el material puede mostrar una mejor relación resistencia-ductilidad. Debido a que los granos de mayor tamaño mejoran la ductilidad y los de menor tamaño, la dureza. Sin embargo, si esta distribución no es homogénea, el material será anisótropo. Ya que, dependiendo de la distribución del tamaño de grano en la región donde se midan las propiedades, el material reaccionará de manera diferente. Por lo tanto, puede ser que esta distribución bimodal contribuya a la anisotropía causada por la morfología de los granos (Yan et al., 2023), (Amir et al., 2023). Las razones de esta distribución del tamaño de grano se discutirán en el capítulo 4.

Por otro lado, al tener una distribución bimodal, el tamaño promedio de grano puede estar sesgado. Esto se debe a que los granos de mayor tamaño pueden representar una mayor fracción volumétrica del material que los granos pequeños, teniendo un mayor efecto en las propiedades. Sin embargo, al haber mayor número de granos de menor tamaño, tienden a disminuir el promedio, afectando esto a la representatividad del resultado promedio.

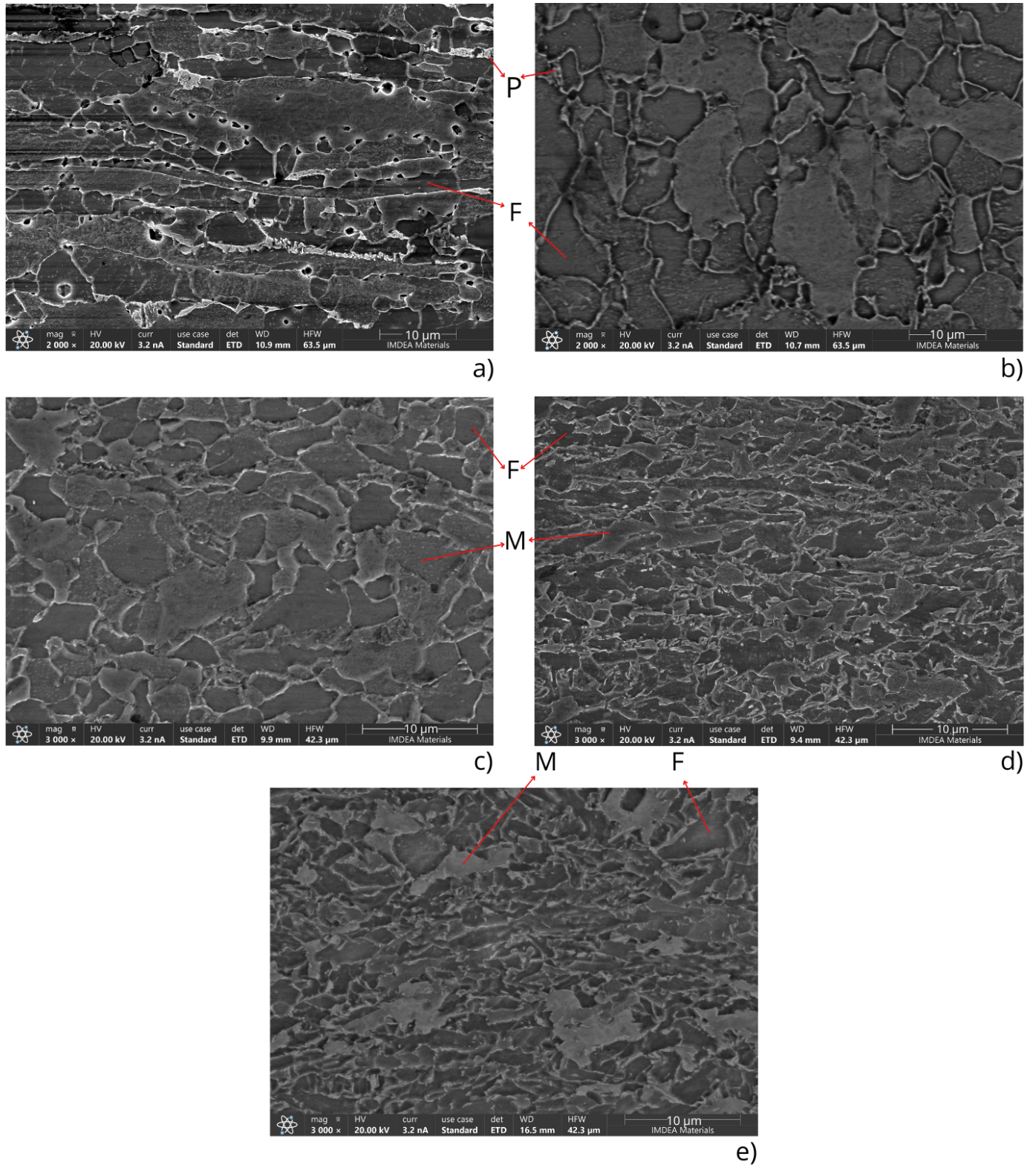


Figura 18: Imágenes de las muestras S355MC a) y S420MC b) tomadas con el microscopio SEM a x2000 aumentos y DP600 d), DP780-F43 d) y DP780-F74 e) a x3000 aumentos.

4.2.2 Análisis EDS

Como se mencionó en el apartado de microscopía óptica, el acero S355MC muestra una distribución bimodal del tamaño de grano. Una de las razones para la formación de la microestructura bimodal en el acero S355MC podría estar relacionada con microsegregaciones, las cuales se observan frecuentemente en aceros avanzados de alta resistencia. Diferentes composiciones químicas locales pueden resultar en diferentes respuestas microestructurales del material frente al procesamiento termo-mecánico.

A pesar de que el manganeso (Mn) sea el elemento más propenso a crear bandas de segregación en aceros y el aleante más abundante en este material, también se estudió la cantidad y distribución de niobio (Nb), cobre (Cu), aluminio (Al) y cromo (Cr), aunque como se observa en los mapas de cuantificación de la figura 19 no hay indicios de segregación. Por lo tanto, se puede sugerir que la microestructura bimodal en el acero S355MC se forma debido a los parámetros del procesamiento termo-mecánico, cuando la temperatura de laminación final está muy cerca de la temperatura de recristalización del material (proceso por el cual se forman nuevos granos libres de deformación calentando el material). Esto resulta en una recristalización parcial de la microestructura, mientras que parte de los granos alargados grandes solo experimentan un proceso de recuperación (proceso por el cual se liberan tensiones internas y se reorganizan parcialmente los defectos del material) (Porter et al., 2009).

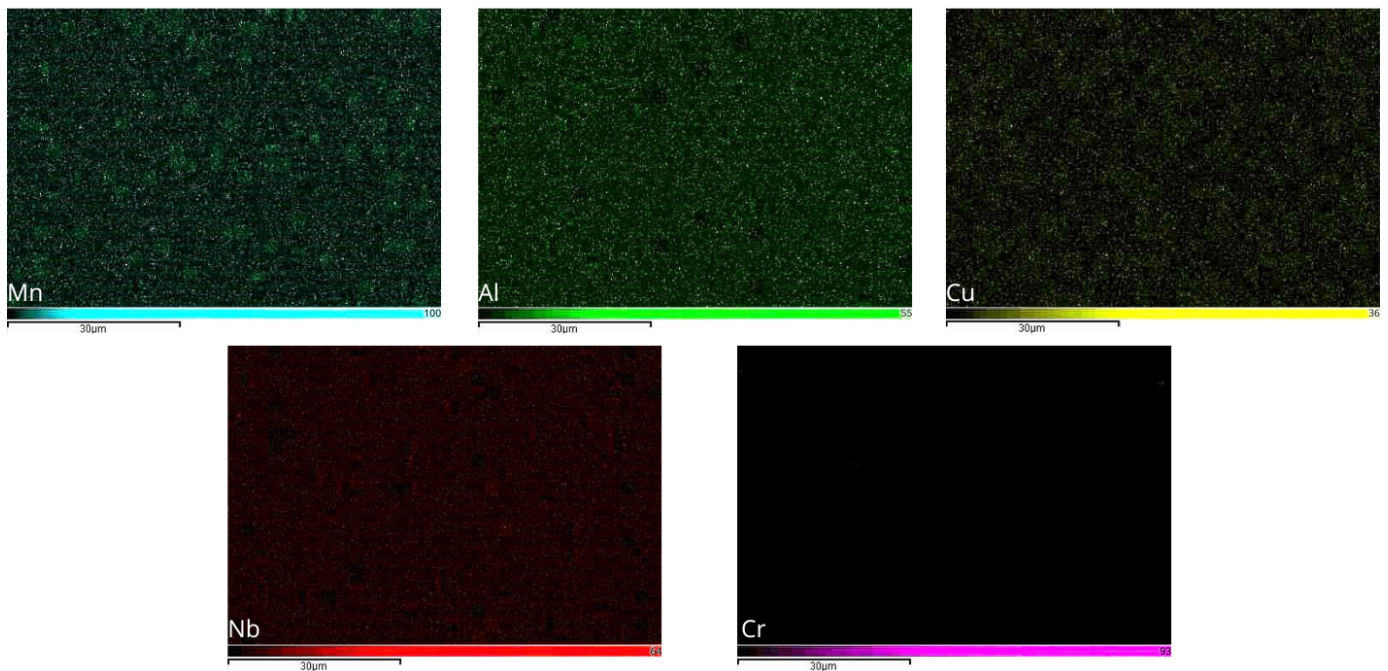


Figura 19: Mapa de cuantificación de los elementos: Mn, Al, Cu, Nb y Cr estudiados con el análisis EDS.

4.3 Análisis microestructural

4.3.1 Fracción volumétrica

En la figura 20 podemos observar las imágenes a), b), c), d) y e) de la figura 17 convertidas a binario. En las imágenes de la figura 20 a) y b) las zonas negras corresponden a la ferrita de los aceros HSLA, mientras que las blancas son la perlita y otras fases en menor proporción. En el caso de los aceros DP, las imágenes de la figura 20 c) d) y e) muestran la ferrita en negro y la martensita en blanco.

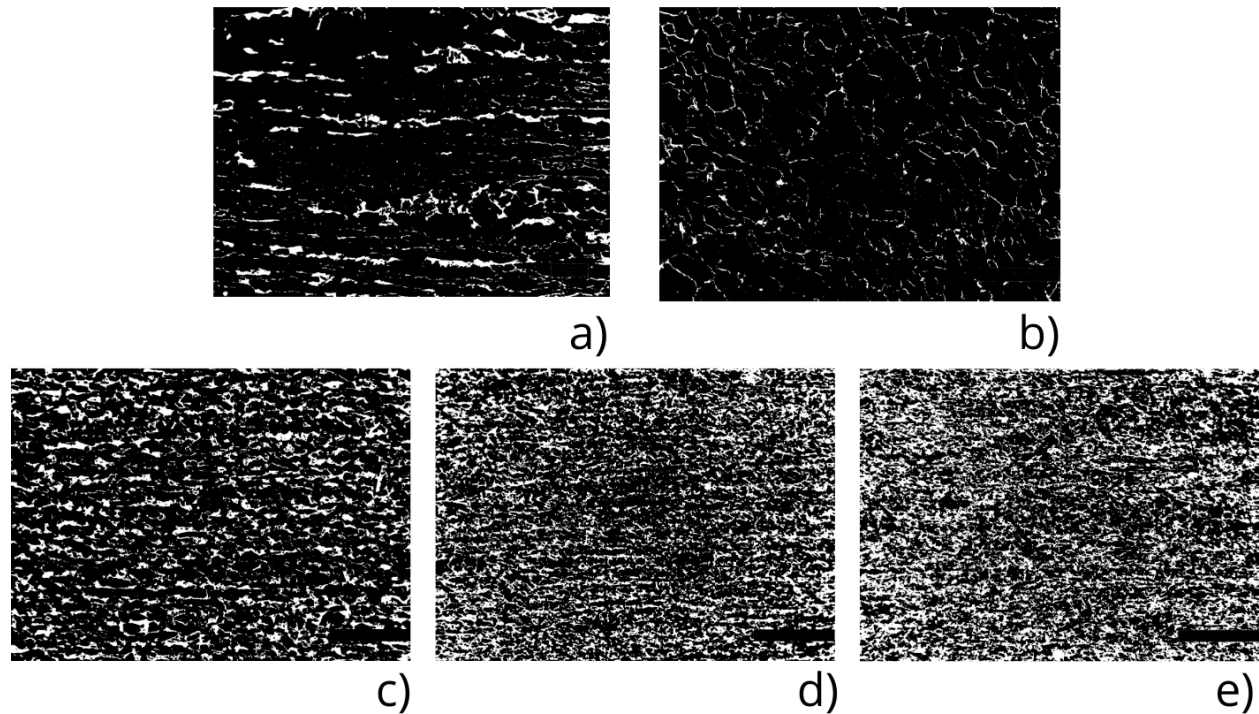


Figura 20: Imágenes de microscopía óptica transformadas a binario y utilizadas para calcular las fracciones volumétricas de las principales fases de las muestras: S355MC a), S420MC b), DP600 c), DP780-F43 d) y DP780-F74 e)

Con estas imágenes se obtuvieron las fracciones volumétricas mostradas en la tabla 2 y la tabla 3.

Acero	Píxeles de ferrita	Píxeles de perlita	Fracción volumétrica de perlita $\pm 0,5\%$
S355MC	11422531	865469	7,0 %
S420MC	11849627	438373	3,6 %

Tabla 2: Resultados del análisis de la fracción volumétrica de perlita de los aceros HSLA.

Los resultados muestran un $7,0 \pm 0,5\%$ de perlita en el acero S355MC y $3,6 \pm 0,5\%$ de perlita en el acero S420MC. Esta diferencia puede deberse a varios factores, entre los más destacables están la diferencia en la composición en carbono, la velocidad de enfriamiento y el contenido de elementos

aleantes. La diferencia en composición de carbono es de 0,003 %, por lo que la contribución es despreciable; sobre la velocidad de enfriamiento no se tiene información y en cuanto a los elementos aleantes, el acero S420MC tiene mayor concentración de Ti y V. Estos elementos pueden ralentizar la formación de perlita, siendo esta la posible razón de la diferencia en la fracción volumétrica de perlita entre los dos aceros (Porter et al., 2009).

Una mayor fracción volumétrica de perlita en aceros HSLA favorece la dureza del material debido a que es una fase más dura que la ferrita, aunque la concentración de elementos como carbono (C), molibdeno (Mo), silicio (Si), cromo (Cr) o níquel (Ni) también contribuye al endurecimiento del material por solución sólida (la solución sólida consiste en elementos intersticiales que se introducen en la estructura dificultando el movimiento y nucleación de las dislocaciones). Por otro lado, elementos como el niobio (Nb), vanadio (V) o el titanio (Ti) tienden a crear carburos y nitruros, reforzando la matriz y endureciendo el material. Por lo tanto, a pesar de que el acero S355MC tiene mayor concentración de perlita, no tiene por qué mostrar mayor dureza, ya que el acero S420MC muestra en general mayor concentración de elementos aleantes que endurecen el material. Para más información, véase (Callister y Rethwisch, 2009), (Krauss, 2005) y (Badkoobeh, et al., 2022).

Acero	Píxeles de ferrita	Píxeles de martensita	Fracción volumétrica de martensita $\pm 2,5\%$
DP600	9974732	2313268	18,8%
DP780-F43	9063257	3224743	26,2%
DP780-F74	8251236	4036764	32,3%

Tabla 3: Resultados del análisis de la fracción volumétrica de martensita de los aceros DP.

En la tabla 3 se observan las fracciones volumétricas de martensita de los aceros DP, mostrando que el acero DP600 tiene una fracción volumétrica de martensita del $18,8 \pm 2,5\%$, el DP780-F43 un $26,2 \pm 2,5\%$ y el DP780-F74 un $32,3 \pm 2,5\%$. Estos valores están dentro de los rangos esperados, ya que los aceros DP600 tienen fracciones volumétricas de martensita entre un 10 % y un 20 %, mientras que los DP780 entre un 20 % y un 35 % (Bhadeshia y Honeycombe, 2017).

En general, el acero DP600 y los DP780 muestran composiciones diferentes. Por lo tanto, resulta difícil determinar la contribución de la composición química en la dureza. Aunque el acero DP600 muestra menor fracción volumétrica de martensita que los DP780, contribuyendo esto a una mayor dureza de los aceros DP780. En cuanto a las dos muestras DP780, las diferencias en composición son despreciables. Sin embargo, el acero DP780-F74 tiene un 6,1 % más de martensita, esperando por esta razón que el acero DP780-F74 sea más duro que el DP780-F43.

4.3.2 Tamaño de grano

En la figura 21 se muestra cómo se tomaron las medidas en los aceros HSLA. Por otro lado, las imágenes c), d) y e) de la figura 23 corresponden a imágenes binarias de los aceros DP, utilizadas para calcular el área promedio de los granos; como se mencionó anteriormente, en estas imágenes

el interior de los granos aparece en blanco y las fronteras en negro. Asimismo, las imágenes a) y b) de esta figura, muestran las versiones binarias correspondientes a los aceros HSLA. Se aprecia una diferencia notable en la nitidez de los bordes de grano entre ambos tipos de acero: en los aceros DP los límites son claramente distinguibles, mientras que en los aceros HSLA la baja definición de los bordes dificultó su análisis. Por esta razón, fue necesario realizar la medición del área promedio de los granos en los aceros HSLA de forma manual.

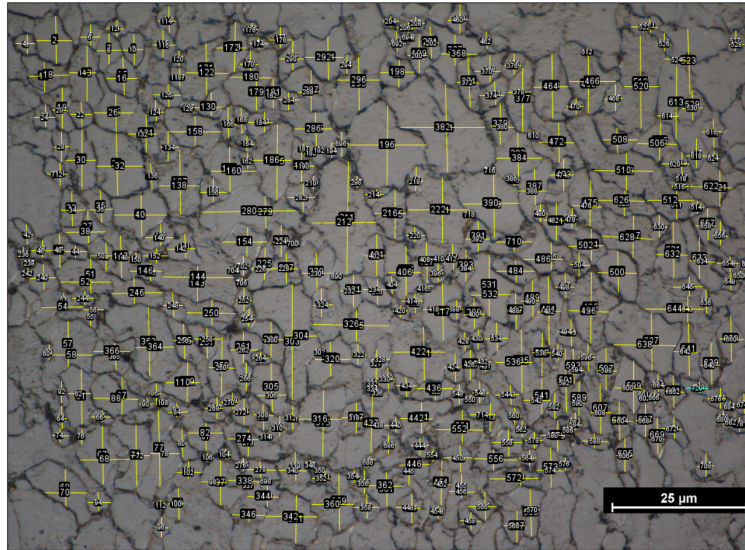


Figura 21: Medidas realizadas a mano para medir el tamaño de grano promedio.

acero	área de grano promedio (μm^2)	desviación estandar (μm^2)
S355MC	12	23
S420MC	28	30
DP600	9	9
DP780-F43	7	9
DP780-F74	6	10

Tabla 4: Área promedio de grano de los diferentes aceros y la desviación estandar correspondiente a cada medida.

Con las imágenes mencionadas se obtuvieron las áreas mostradas en la tabla 4, que dan una estimación de las diferencias entre el tamaño de grano medio de los diferentes materiales. Con esto, los granos en el acero S355MC muestran un área promedio de $12 \pm 23 \mu m^2$ y $28 \pm 30 \mu m^2$ en el S420MC. No obstante, debido a la bimodalidad del tamaño de grano en el acero S355MC, la medida promedio no es representativa del material.

Para tratar de estimar un promedio representativo del tamaño de grano del acero S355MC, en la figura 22 se representa gráficamente la fracción de área que abarca cada intervalo de áreas promedio. Sin embargo, al no disponer de un número de medidas suficiente y tener dificultades

para obtener estas medidas, en la gráfica no se observa correctamente la tendencia bimodal de la distribución, dificultando esto la obtención de un resultado fiable del área promedio de los granos.

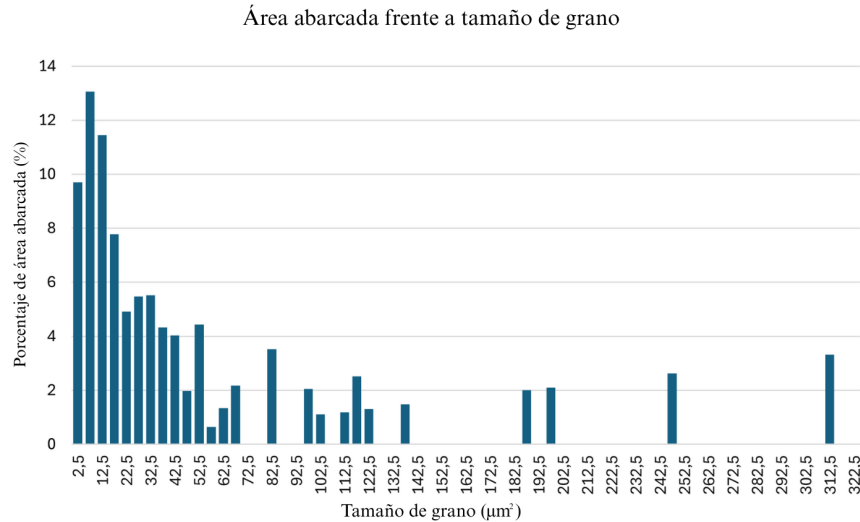
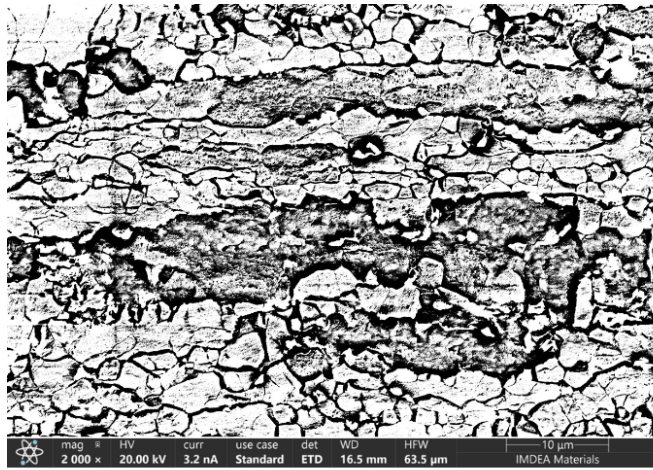


Figura 22: Porcentaje de área abarcada frente a tamaño de grano en la muestra S355MC.

En cuanto a los aceros DP, el DP600 presenta el mayor tamaño de grano promedio con $9 \pm 9 \mu m^2$, lo cual, junto con una menor fracción volumétrica de martensita, contribuye a que el material sea más blando en comparación con los aceros DP780. Entre estos, los aceros DP780-F43 y DP780-F74 muestran áreas de grano promedio de $7 \pm 9 \mu m^2$ y $6 \pm 10 \mu m^2$, respectivamente. Dado que ambos tienen composiciones químicas muy similares, pero el DP780-F74 presenta una mayor fracción volumétrica de martensita y un menor tamaño de grano promedio, es razonable esperar que este material sea más duro que el DP780-F43.



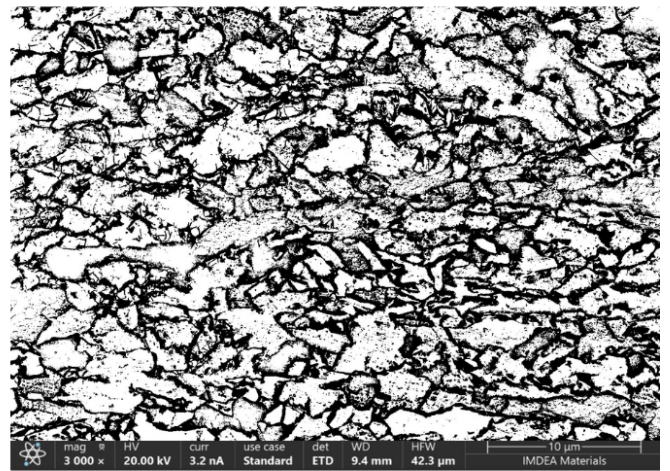
a)



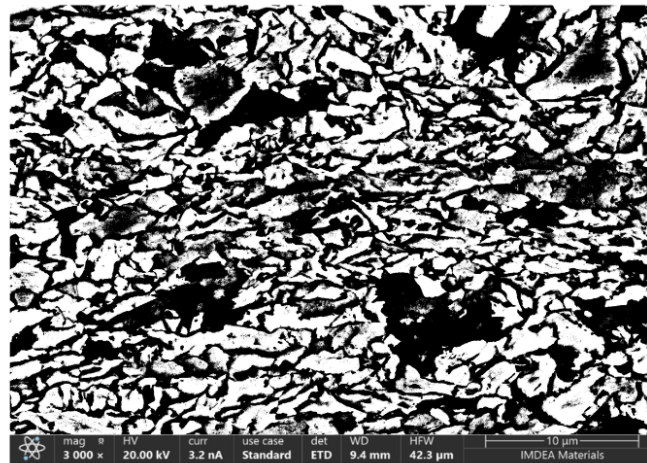
b)



c)



d)



e)

Figura 23: Ejemplos de imágenes tomadas por SEM y convertidas a binario para medir el tamaño de grano de los aceros S355MC a), S420MC b), DP600 c), DP780-F43 d) y DP780-F74 e).

4.4 Ensayo Vickers

En la tabla 5 se muestran los resultados de la dureza Vickers, observando una clara diferencia entre la dureza de los aceros HSLA y los DP. Esta diferencia se debe a que la martensita de los aceros DP tiene un rango de dureza Vickers entre 800 HV (dureza Vickers por sus siglas en inglés, Hardness Vickers, expresada en kgf/mm^2) y 900 HV, mientras que la perlita muestra una dureza Vickers de entre 200 HV y 300 HV aproximadamente (Hashmi et al., 2024), (Callister y Rethwisch, 2020). Además, los aceros DP tienen una mayor fracción volumétrica de fase dispersa y un menor área promedio de grano. Por lo tanto, esto es coherente con las propiedades esperadas por el análisis microestructural.

En cuanto a los aceros S355MC y S420MC, tienen una dureza Vickers de $151,4 \pm 1,5$ HV y $165,0 \pm 0,8$ HV, respectivamente. Esto muestra una discrepancia entre la dureza esperada por el área promedio y la dureza obtenida, que puede deberse a dos razones. En primer lugar, que el área promedio del acero S355MC no sea representativa, y en segundo lugar, que la composición química del acero S420MC tenga un mayor efecto en la dureza del material.

Por otra parte, la diagonal D_1 se midió de forma paralela a la dirección de laminación; en consecuencia, la diagonal D_2 es perpendicular a esta dirección. Comparando las diagonales de la muestra S355MC, se observa que, en promedio, la diagonal D_1 es mayor que la D_2 . Esto indica que el acero muestra menor dureza en la dirección en la que los granos son más alargados, mostrando esto las propiedades anisotrópicas del material.

Respecto a los aceros DP, muestran resultados de dureza acordes al área promedio de grano y a la fracción volumétrica de martensita, mostrando mayor dureza a medida que el área promedio de grano decrece y la fracción volumétrica de martensita aumenta. Los resultados obtenidos son los siguientes: DP600 ($197,8 \pm 0,4$ HV), DP780-F43 ($242,5 \pm 1,8$ HV) y DP780-F74 ($250,0 \pm 0,4$ HV). Por otro lado, la dureza sigue una relación lineal con la resistencia; por lo tanto, es de esperar que los materiales más duros muestren mayor resistencia. (Zhang, et al., 2011).

Acero	$D_1 \pm \Delta D_1$ (μm)	$D_2 \pm \Delta D_2$ (μm)	Dureza Vickers (HV) \pm error
S355MC	$78,8 \pm 0,3$	$77,7 \pm 0,4$	$151,4 \pm 1,5$
S420MC	$75,1 \pm 0,1$	$75,1 \pm 0,2$	$165,0 \pm 0,8$
DP600	$68,5 \pm 0,1$	$68,4 \pm 0,1$	$197,8 \pm 0,4$
DP780-F43	$62,1 \pm 0,4$	$61,6 \pm 0,2$	$242,5 \pm 1,8$
DP780-F74	$61,0 \pm 0,1$	$61,5 \pm 0,2$	$250,0 \pm 0,4$

Tabla 5: Promedios de las diagonales D_1 y D_2 de cada muestra y dureza Vickers (HV).

4.5 Ensayo PIP

A continuación, se muestran las curvas carga-desplazamiento, los perfiles de indentación y las curvas esfuerzo-deformación más representativas de cada material.

S355MC:

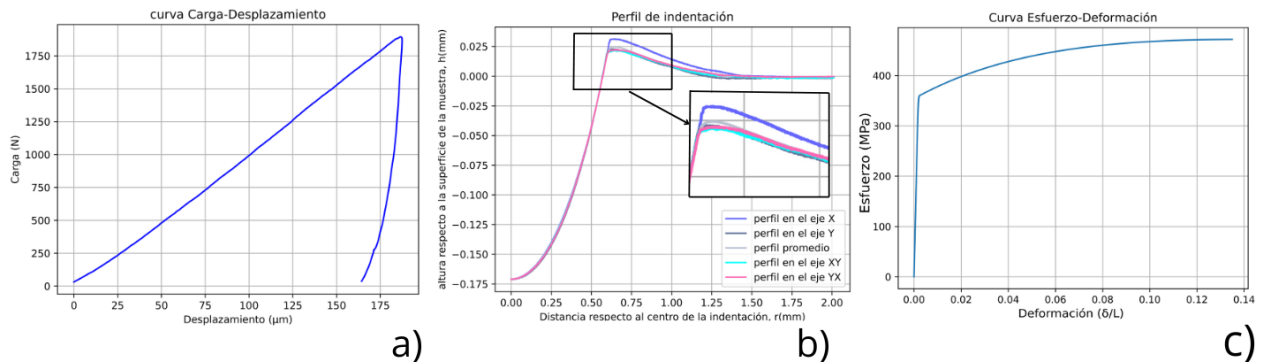


Figura 24: Curva carga-desplazamiento a), perfil de indentación b) y curva esfuerzo-deformación C) obtenidas por PIP del acero S355MC.

En la figura 24 se muestran la curva carga-desplazamiento a), el perfil de indentación en diferentes ejes junto con el promedio b) y la curva esfuerzo-deformación c). Si se compara la curva carga-desplazamiento con el perfil de la indentación, se observa una ligera discrepancia, mostrando el perfil una profundidad ligeramente inferior a la curva carga-desplazamiento. Esto se debe a que, al terminar la fase de carga de la indentación, el material recupera parte de la deformación elástica (Khosravani et al. 2019).

Por otro lado, en el recuadro de la figura 24 donde se muestra la altura del apilamiento en los diferentes ejes junto con el promedio, se observa una clara diferencia en el apilamiento entre el eje X y el resto de ejes. Este apilamiento tiene una alta correlación con las propiedades del material, mostrando mayor apilamiento los materiales más blandos, mientras que los materiales más duros tienen una mayor tendencia a hundirse. Por lo tanto, en el recuadro se observa que el material es más blando en el eje X que en el resto de ejes. Esto corrobora la anisotropía observada en el ensayo de dureza Vickers debido a su textura morfológica, pudiendo también ser causado por la distribución del tamaño de grano de este material (Sivaram et al., 2021).

S420MC:

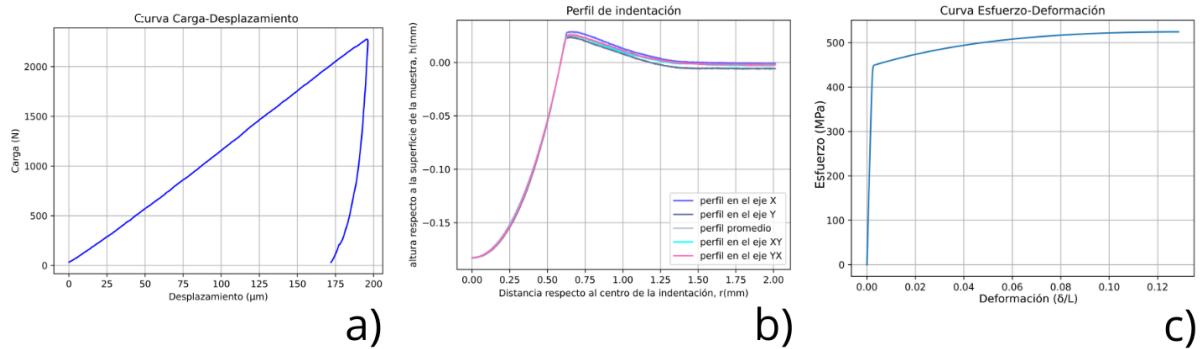


Figura 25: Curva carga-desplazamiento a), perfil de indentación b) y curva esfuerzo-deformación c) obtenidas por PIP del acero S420MC.

En comparación con la muestra S355MC, en la figura 25 del acero S420MC se observa una mayor carga en la curva carga-desplazamiento, aunque una profundidad similar, siendo esto debido a que la indentación se realiza a un rango de profundidades predeterminadas de entre 15-20 μm . Esta profundidad se define para que el perfil de la indentación tenga unas características adecuadas y que el software pueda utilizarlo para una correcta simulación iterativa por FEM (Clyne et al., 2021).

En cuanto al perfil de la indentación, la altura del apilamiento es similar en todos los ejes, siendo esto debido a una baja anisotropía. Por otro lado, comparando los resultados de las curvas esfuerzo-deformación de los dos aceros HSLA, la muestra S420MC tiene un mayor límite de fluencia y UTS; esto es acorde con la relación entre la dureza y la resistencia del material.

DP600:

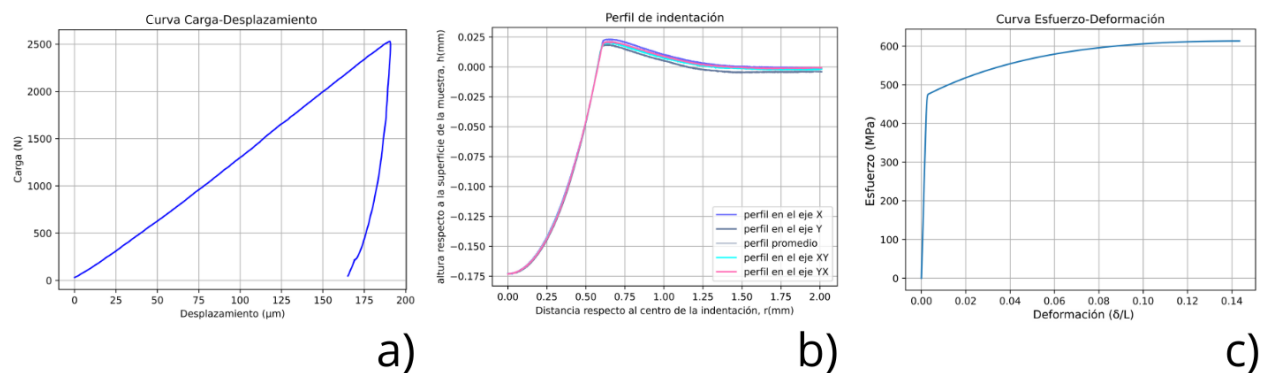


Figura 26: Curva carga-desplazamiento a), perfil de indentación b) y curva esfuerzo-deformación c) obtenidas por PIP del acero DP600.

DP780-F43:

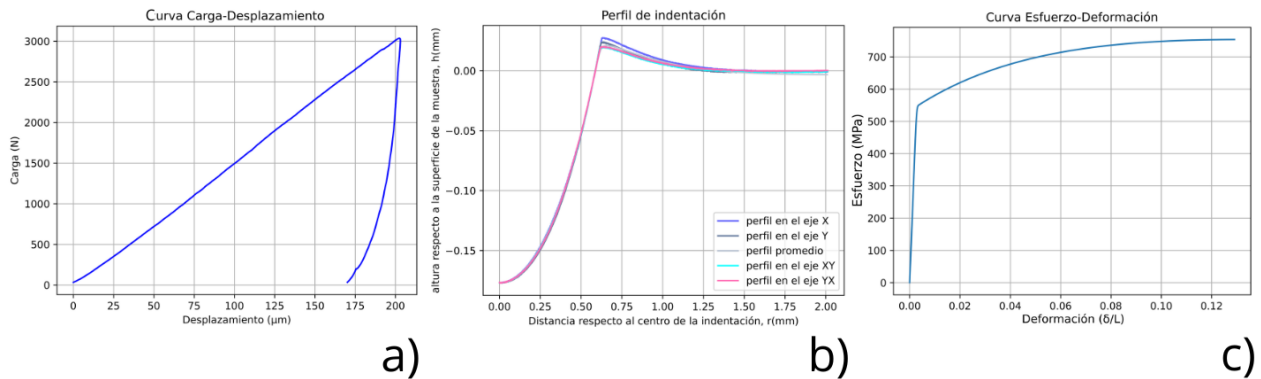


Figura 27: Curva carga-desplazamiento a), perfil de indentación b) y curva esfuerzo-deformación c) obtenidas por PIP del acero DP780-F43.

DP780-F74:

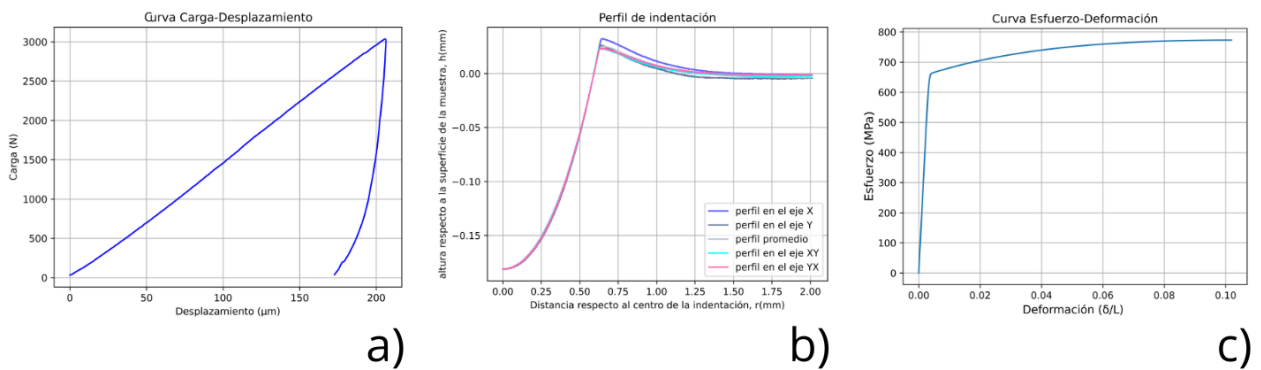


Figura 28: Curva carga-desplazamiento a), perfil de indentación b) y curva esfuerzo-deformación c) obtenidas por PIP del acero DP780-F74.

En la figura 26, figura 27 y figura 28 se muestran las curvas carga-desplazamiento a), los perfiles de indentación b) y las curvas esfuerzo-deformación c) de los aceros DP600, DP780-F43 y DP780-F74, respectivamente. En comparación con los aceros HSLA, los aceros DP muestran curvas carga-desplazamiento con pendientes más pronunciadas en la fase de carga, mostrando los efectos de una microestructura más fina y un material más duro (Sivaram et al., 2021).

En cuanto a los perfiles de indentación, los aceros DP-780 muestran apilamientos mayores en el eje X, sugiriendo esto un comportamiento anisotrópico; sin embargo, el resto de ensayos no mostraron indicios de anisotropía. Por lo tanto, esto puede deberse a la alta sensibilidad a la anisotropía que muestra la PIP (Wenchen, 2022).

Por otro lado, en las curvas esfuerzo-deformación de los aceros DP se observa cierta relación entre la fracción volumétrica de martensita y el límite elástico del material. En cuanto al UTS, debe mostrar una correlación lineal con la dureza y se observa cómo los aceros más duros tienen

también un mayor UTS.

Otra variable de las curvas esfuerzo-deformación es la tasa de endurecimiento por trabajo (WHR por sus siglas en inglés, Work Hardening Rate). Esta variable depende altamente de la concentración de dislocaciones del material y esto tiene que ser estudiado por microscopía electrónica de transmisión (TEM por sus siglas en inglés, Transmission Electron Microscopy). Aunque, debido al limitado tiempo para llevar a cabo el proyecto y al tiempo que requiere realizar este tipo de microscopía, no se podrá estudiar el efecto de la concentración de dislocaciones en el WHR (Zhang, et al., 2011).

Acero	$\sigma_Y \pm \Delta\sigma_Y$ (MPa)	$\sigma_{UTS} \pm \sigma$ (MPa)	$\epsilon_n \pm \sigma$ (%)
S355MC	374 \pm 20	475 \pm 9	13,6 % \pm 0,6 %
S420MC	444 \pm 22	528 \pm 3	13,3 % \pm 0,6 %
DP600	487 \pm 22	619 \pm 7	15,0 % \pm 1,7 %
DP780-F43	560 \pm 30	752 \pm 6	12,6 % \pm 0,6 %
DP780-F74	670 \pm 30	765 \pm 9	10,3 % \pm 0,6 %

Tabla 6: Promedios y desviaciones estandar (σ) o errores obtenidos para el límite elástico (σ_y), para la resistencia a la tracción (σ_{UTS}) y para la deformación en la estricción ($\epsilon_n \pm \sigma$).

Tras calcular los parámetros de la ecuación de Voce con las curvas carga-desplazamiento y los perfiles de indentación, el software obtiene las curvas esfuerzo-deformación junto con las propiedades mecánicas. Los promedios de los resultados obtenidos se muestran en la tabla 6. Con estos resultados podemos observar la relación entre fracción volumétrica de martensita y el límite de fluencia en los aceros DP. Esta relación se representa en la figura 29, donde se observa una relación aproximadamente lineal. Esto reafirma la relación entre el aumento de la fracción volumétrica de martensita y la resistencia del material, debido a que la martensita se trata de una fase más dura y menos dúctil, aumentando la dureza del material. Junto con el aumento en la dureza, la resistencia a tracción también crece. Sin embargo, la capacidad de deformación plástica del acero se verá reducida, debido a que la martensita es una fase frágil y poco dúctil (Badkoobeh et al., 2022).

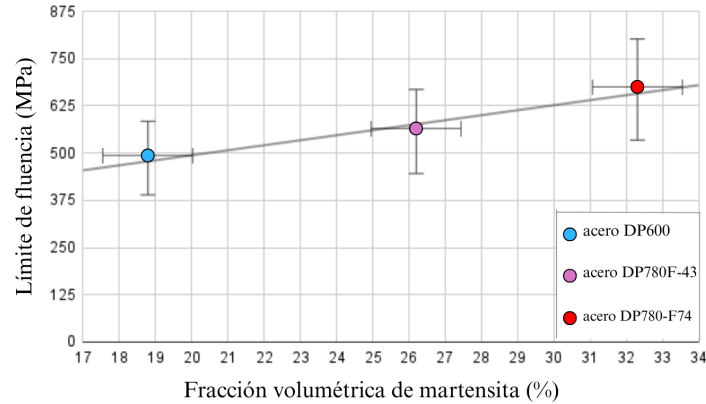


Figura 29: Representación gráfica del límite de fluencia frente a la fracción volumétrica de martensita en los tres aceros DP.

Por otro lado, los resultados muestran coherencia con la relación de Hall-Petch, observando que el acero DP600 con menor tamaño de grano que los DP780 muestra también un menor límite de fluencia, y lo mismo sucede entre los aceros DP780-F43 y DP780-F74.

En cuanto a la resistencia máxima a la tracción, esta sigue una relación lineal con la dureza, de la forma $\alpha \cdot HV = \sigma_{UTS}$, donde α representa la pendiente de la recta. En el caso de los aceros, α tiene un valor cercano a 3. En la figura 30 se muestra la representación gráfica del UTS (MPa) frente a la dureza Vickers (Kgf/mm^2), observando una relación lineal donde el valor R^2 es de 0,998 indicando un muy buen ajuste lineal. En cuanto a la pendiente α , es de $2,92 \pm 0,08$, mostrando así los resultados del UTS una alta concordancia con los esperados, tanto en el ajuste lineal como en la pendiente (Zhang et al., 2011), (Pavlina y Van Tyne, 2008).

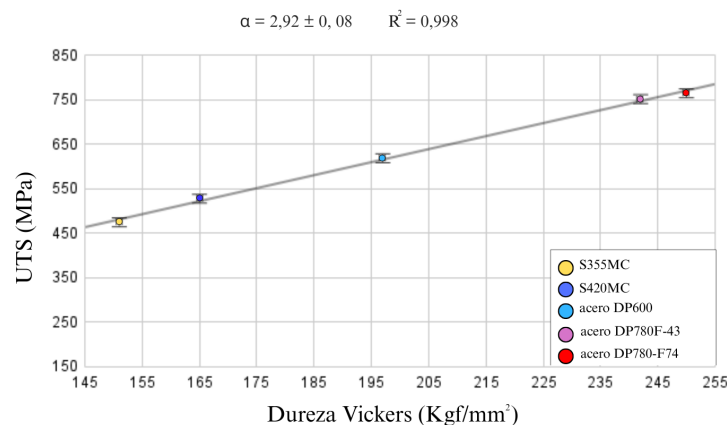


Figura 30: Representación gráfica de los resultados de UTS (MPa) frente a dureza Vickers (kgf/mm^2) de los aceros utilizados.

Como se menciona anteriormente, estas altas resistencias que muestran los materiales afectan a

su ductilidad, siendo los materiales más duros y resistentes menos dúctiles. Esto se ve reflejado en los resultados de la deformación de estricción (ϵ_n) mostrados en la tabla 6. En esta tabla, vemos que los aceros S355MC y S420MC muestran una estricción del $13,6 \pm 0,6$ % y $13,3 \pm 0,6$ %, teniendo una estricción muy similar debido a que no difieren mucho en cuanto a dureza. Por otro lado, en los aceros DP se observa de forma más clara la relación entre dureza y ductilidad, mostrando el acero más blando (DP600) una deformación de estricción del $15,0 \pm 1,7$ % y el acero más duro (DP780-F74) un $10,3 \pm 0,6$ %.

Con las comparaciones realizadas entre microestructura y propiedades, se muestra la coherencia entre los resultados obtenidos y los esperados. Además de esto, en la tabla 7 se muestran rangos de la dureza Vickers, el límite de fluencia y la resistencia a la tracción esperados para estos materiales, junto con las fuentes bibliográficas. Comparando los resultados obtenidos en el proyecto con los de la tabla 7 se observa que los aceros HSLA muestran propiedades similares a las observadas en la bibliografía. En cuanto a los aceros DP, el DP600 también muestra valores dentro de los márgenes esperados. Sin embargo, los aceros DP780 muestran resultados que no son acordes a los de la bibliografía. Los resultados de la resistencia a la tracción en ambos son ligeramente inferiores a los esperados, pudiendo ser debido a una baja concentración de elementos alenante. Por otro lado, el acero DP780-F43 también muestra una ligera diferencia respecto al límite de fluencia. Pero el acero DP780-F74 tiene un límite elástico muy superior al que se observa en la bibliografía.

Es poco probable que esto sea debido a que los resultados obtenidos por el ensayo PIP no sean representativos, debido a las correlaciones mostradas entre microestructura y propiedades mecánicas. Sin embargo, por la relación de Hall-Petch mostrada en la ecuación 5, esto puede deberse a una microestructura fina. Ya que el límite elástico es inversamente proporcional a la raíz cuadrada del tamaño de grano (Hall, 1951).

Para calcular el tamaño de grano y compararlo con otros valores, aproximaremos los granos a esferas y calcularemos el tamaño de grano con la ecuación 6. Esta aproximación en muestras que no presentan textura morfológica orientada en una dirección en concreto no introduce un error significativo. Esto se debe a que los granos aparecen en orientaciones aleatorias y al medir propiedades en el material a gran escala se asume que la aleatoriedad de la forma y dirección de los granos se compensan.

$$\text{tamaño de grano} = 2 \cdot \sqrt{\frac{\text{área}}{\pi}} \quad (6)$$

De esta forma, al obtener el tamaño de grano con el área de cada grano y calcular el promedio, se obtuvo un tamaño de grano promedio de $2,34 \pm 0,09 \mu\text{m}$. Si se compara con tamaños de grano promedio de aceros DP780 utilizados en otros artículos, se observa que el tamaño de grano promedio del acero DP780 está en un rango entre $4\mu\text{m}$ y $9\mu\text{m}$. En consecuencia, la microestructura del acero DP780-F74 muestra un tamaño de grano muy fino en comparación a otros aceros del mismo tipo,

haciendo esto que el límite de fluencia del material sea muy superior a los valores esperados (Ren, et al., 2025), (Yang, et al., 2025), (Lee, et al. 2014).

Acero	Dureza Vickers(kgf/mm ²)	Límite de Fluencia (MPa)	UTS (MPa)	Referencias
S355MC	150-200	355 <	430-550	(S355MC STEEL PLATE, 2024), ("S355MC steel hardness & density", S.F.)
S420MC	150-210	420 <	480-620	(SSAB Domex 420MC, 2025), (Product and service range, 2025)
DP600	180-230	350-550	600 <	(DP600 STEEL Coils & Sheets-AUTOMOVILE STEEL, 2025)
DP780-F43	220-270	450-550	780 <	(Bobinas de acero de doble fase 780DP, 2025)
DP780-F74	220-270	450-550	780 <	(Bobinas de acero de doble fase 780DP, 2025)

Tabla 7: Tabla de las propiedades mecánicas de los aceros utilizados y las respectivas fuentes bibliográficas.

En definitiva, tanto los resultados de dureza como los de fracción volumétrica y tamaño de grano muestran coherencia con los resultados de las propiedades mecánicas. Esto indica que la PIP es aplicable a aceros DP, permitiendo caracterizar estos aceros de manera más rápida y eficiente que con las técnicas convencionales. Sin embargo, sería interesante estudiar los materiales utilizados por ensayos de tracción, para obtener así resultados directos y comparaciones cuantitativas.

CONCLUSIONES

Conclusiones del trabajo

En este trabajo se ha estudiado la aplicabilidad de la técnica PIP en aceros de tipo DP. Para ello, se analizaron dos aceros HSLA, S355MC y S420MC, y tres aceros DP, un acero DP600 y dos aceros DP780 con ligeras diferencias en su composición. La caracterización microestructural se llevó a cabo mediante microscopía óptica y electrónica, incluyendo la medición del tamaño de grano y la fracción volumétrica de martensita y/o bainita en los aceros DP, junto con un análisis EDS en el acero S355MC. Posteriormente, se realizaron ensayos de dureza Vickers y caracterización mecánica mediante PIP, con el fin de comparar los resultados obtenidos y evaluar su congruencia.

Los resultados mostraron que los aceros DP780 presentan una mayor fracción volumétrica de martensita en comparación con el acero DP600. En cuanto al tamaño de grano, los aceros HSLA presentaron un tamaño de grano más fino que los aceros DP. Se identificó una correlación positiva entre la fracción volumétrica de martensita y la dureza del material. En los aceros DP también se observó una tendencia de aumento de la dureza con la disminución del tamaño de grano promedio. Sin embargo, esta relación no se mantuvo en los aceros HSLA, debido a la distribución bimodal del tamaño de grano detectada en el acero S355M, lo cual afecta al valor promedio sin reflejar una microestructura uniformemente fina. También se evidenció una correlación negativa entre la dureza y la estricción, lo que concuerda con la literatura, ya que los materiales más duros tienden a ser menos deformables plásticamente. Además, el acero DP780-F74 mostró un límite elástico superior al promedio de su categoría, debido a su microestructura más refinada. Por último, se observó una relación aproximadamente lineal entre la dureza y la resistencia máxima a la tracción en los materiales analizados.

En conjunto, los resultados sugieren que la técnica PIP es una herramienta válida para caracterizar aceros DP. No obstante, sería recomendable ampliar el estudio con ensayos complementarios, como el ensayo de tracción, que permitirían una comparación cuantitativa más precisa. El presente trabajo muestra la coherencia entre los resultados obtenidos por distintas técnicas y respalda la aplicabilidad de la PIP en aceros de alta resistencia, contribuyendo así al desarrollo de métodos de caracterización mecánica más eficientes.

Conclusiones personales

Este proyecto me ha permitido profundizar en el estudio de un material como es el acero, aprendiendo sobre la caracterización y análisis microestructural del mismo. En el proceso, han surgido dificultades como la adquisición y el desarrollo de habilidades y conocimientos para realizar el trabajo.

Aun así, he podido aprender desde procesos tan básicos y necesarios como la preparación de

muestras, hasta caracterizaciones complejas como la microscopía electrónica de barrido (SEM), además de la propia caracterización por plastometría por indentación basada en perfilometría (PIP). Siendo la adquisición de estos conocimientos y experiencia muy útiles de cara a mi futuro profesional.

En definitiva, el TFG me ha aportado conocimientos muy valiosos para mi formación, por lo que veo oportuno agradecer tanto a IMDEA materiales como a Ilchat la oportunidad de llevar a cabo el proyecto.

RECOMENDACIONES Y FUTURAS LÍNEAS DE TRABAJO

A lo largo del proyecto, la falta de tiempo ha supuesto un problema, esto se debe a un retraso en la llegada de los materiales necesarios para realizar el proyecto. Debido a esto, no se pudieron realizar ensayos de tracción para comparar directamente los resultados del PIP en aceros DP con resultados del mismo material en ensayos de tracción. Por lo que resultaría interesante un futuro proyecto en el que se realizasen ensayos de tracción para obtener resultados tanto de propiedades mecánicas, como de curvas esfuerzo-deformación, en vez de estudiar los resultados a través de la microestructura.

Por otro lado, es recomendable utilizar muestras con muy baja anisotropía, ya que esto afecta claramente a la hora de tomar medidas, teniendo medidas que el software CORSICA+ (el software que utiliza PLX-benchtop) descarta directamente debido a que no es capaz de simular un perfil de indentación similar al de la indentación experimental.

Otra recomendación de cara al análisis microestructural, es tomar imágenes claras donde se distinga de la manera más clara posible el borde de grano. Ya que el tomar imágenes donde no se puede distinguir correctamente entre un grano y otro conlleva problemas relacionados con la medida de las fracciones volumétricas de cada grano y la medida del tamaño de grano. Obteniendo así unos resultados con menor precisión y exactitud.

Por último, destacar el gran potencial de la técnica en ámbitos donde se requiere caracterizar un elevado número de muestras, como en un entorno industrial. Por esta razón, podría resultar interesante estudiar un sistema de automatización para obtener resultados de las propiedades mecánicas de los materiales, de forma que se lleve a cabo de una manera eficiente.

REFERENCIAS

- [1] Fonstein, N. (2015). *Advanced High Strength Sheet Steels: Physical Metallurgy, Design, Processing, and Properties*. Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-19165-2>
- [2] Hosford, W. F. (2010). *Mechanical Behavior of Materials*. Cambridge University Press.
- [3] Campbell, J. E. et al. (2022). Indentation plastometry of very hard metals. *Advanced engineering materials*, 24(7). <https://doi.org/10.1002/adem.202101398>.
- [4] Tampere, H. et al. (2024). Profilometry-Based Indentation Plastometry at High Temperature. *Advanced engineering materials*, 26(21) <https://doi.org/10.1002/adem.202301073>
- [5] Clyne, T. W. et al. (2021). Profilometry-based inverse finite element method indentation plastometry. *Advanced Engineering Materials*, 23(9), <https://doi.org/10.1002/adem.202100437>
- [6] Porter, D. et al. (2009). *Phase Transformations in Metals and Alloys* (3rd ed.). CRC press.
- [7] Callister, W. D. y Rethwisch, D. G. (2020). *Materials science and engineering: An introduction* (10th ed.). Wiley.
- [8] Campbell, J.E. et al. (2021), A Critical Appraisal of the Instrumented Indentation Technique and Profilometry-Based Inverse Finite Element Method Indentation Plastometry for Obtaining Stress–Strain Curves. *Advanced Engineering Materials*, 23(5). <https://doi.org/10.1002/adem.202001496>
- [9] Schneider, C. A. et al. (2012). *NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis*. [Software para tratamiento de imágenes]. *Nature Methods*, 9(7), 671–675. <https://doi.org/10.1038/nmeth.2089>
- [10] Dual phase. (s.f.). AHSS Insights. <https://ahssinsights.org/metallurgy/steel-grades/ahss/dual-phase/>
- [11] Aceros de fase dual (DP) excelente ductilidad y absorción de energía. (2025). SSAB. <https://www.ssab.com/es-es/marcas-y-productos/docol/calidades-de-acero-para-automocion/aceros-de-fase-dual>
- [12] Roesles, J. et al. (2007). Mechanical behaviour of engineering materials. *Springer International Publishing*.
- [13] Badkoobeh, F. et al. (2022). Microstructural Characteristics and Strengthening Mechanisms of Ferritic–Martensitic Dual-Phase Steels: A Review. *Metals*, 12(1), 101. <https://doi.org/10.3390/met12010101>

- [14] Hall, E.O. (1951) The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion and Results. *Open Journal of Composite Materials*, 10(4). <https://doi.org/10.1088/0370-1301/64/9/303>
- [15] Zhang, P. et al. (2011). General relationship between strength and hardness. *Materials Science and Engineering*, 529, 62-73. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.08.061>
- [16] Smith, W.F. y Hashemi J. (2006). *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de los materiales* (4th ed.). McGraw Hill Interamericana.
- [17] Arrabal, R. (2024). *Atlas metalográfico*. Universidad complutense de madrid.
- [18] Shan, Y.V. et al. (2020). Modeling of Bake Hardening Kinetics and Carbon Redistribution in Dual Phase Steel. *Steel research international*, 92(1). <https://doi.org/10.1002/srin.202000307>
- [19] Kaufmann, E. N. (2003). *Characterization of Materials* (1st ed.). John Wiley and Sons.
- [20] Plastometrex. (2024). Corsica+ [Software de PLX-Benchtop]. <https://www.plastometrex.com/corsica>
- [21] Szcotkarz N., et al. (2021). Formation of Surface Topography During Turning of AISI 1045 Steel Considering the Type of Cutting Edge Coating. *Advances in Science and Technology*, 15(4), 253-266. [10.12913/22998624/141991](https://doi.org/10.12913/22998624/141991)
- [22] Ayres, J. et al. (2022). Effect of intercritical annealing on the mechanical properties of dual-phase steel. *IRONMAKING & STEELMAKING*. 49(8), 823-831.
- [23] Wenchen, G. et al. (2022). Indentation Plastometry of Welds. *Advanced engineering materials*. 29(9). <https://doi.org/10.1002/adem.202101645>
- [24] Plastometrex. (2023). Plastometrex and Leonardo collaborate to accelerate AM adoption in aerospace and defence. *Metal Additive Manufacturing*, 9(1), 120.
- [25] Nikon. (2024). *NIS-Elements*. [Software del microscopio óptico] https://www.microscope.healthcare.nikon.com/es_EU/products/software/nis-elements
- [26] Marcóni, C. et al. (2015). Influencia del Calor Aportado y Metal de Aporte Sobre las Propiedades Mecánicas y la Microestructura de Juntas Soldadas por FCAW de Acero Microaleado de Alta Resistencia. *Soldagem & Inspeção*. 20(2), 148-159. <https://doi.org/10.1590/0104-9224/SI2002.03>
- [27] Castillo, D. E. et al. (2018). Caracterización microestructural y mecánica de aceros de fase dual (ferrita-martensita), obtenidos mediante procesos térmicos y termomecánicos. *Ingeniare*. 26(3), 430-439. <http://dx.doi.org/10.4067/S0718-33052018000300430>

- [28] Sekban, D. M. et al. (2017). Microstructural and Mechanical Evolution of a Low Carbon Steel by Friction Stir Processing. *METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS*, 48, 3869-3879. <https://doi.org/10.1007/s11661-017-4157-z>
- [29] Tahar, M. et al. (2022). Effects of the tempering temperature on microstructure and mechanical properties of X70 dual phase steel. *Metallurgical and Materials Engineering*. 28(2), 351-358. <https://doi.org/10.30544/753>
- [30] Krauss, G. (2005). *Steels: Processing, Structure, and Performance*. ASM International.
- [31] Yan, X. et al. (2023). Enhanced strength–ductility combination by introducing bimodal grain structures in high-density oxide dispersion strengthened FeCrAl alloys fabricated by spark plasma sintering technology. *arXiv preprint*. <https://doi.org/10.48550/arXiv.2309.03703>
- [32] Amir, S. et al. (2023). The anisotropic grain size effect on the mechanical response of polycrystals: The role of columnar grain morphology in additively manufactured metals. *Journal of Materials Science & Technology*, 181, 240-256. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2023.10.010>
- [33] Hashmi, S. et al. (2024). *Comprehensive Materials Processing*(2^a ed.). Elsevier.
- [34] Li, J. et al. (2017). Effect of Initial Oriented Columnar Grains on the Texture Evolution and Magnetostriction in Fe–Ga Rolled Sheets. *Metals*. 7(36). <http://doi.org/10.3390/met7020036>
- [35] Sivaram, S. et al. (2021). Qualitative Study on Pile-up Effect on Hardness Test by Nano-Indentation. *ENGINEER*. 54(1), 47-51. <http://doi.org/10.4038/engineer.v54i1.7434>
- [36] *S355MC STEEL PLATE*. (2024). Triton Alloy inc. <https://www.tritonalloysinc.com/s355mc-steel-plate.html#:~:text=Mechanical%20Properties%20of%20S355mc,stem%20diameter%20of%200.5t%25>.
- [37] *S355MC steel hardness, S355MC steel density*. (S.F.). bbnsteelplate. https://www.bbnsteelplate.com/news/s355mc-steel-hardnesss355mc-steel-density_1779.html?utm_source=chatgpt.com
- [38] *SSAB Domex 420MC*. (2025). SSAB. <https://www.ssab.com/es-es/marcas-y-productos/ssab-domex/oferta-de-productos/420mc>
- [39] *Product and service range*. (2025). thyssenkrupp. https://d2zo35mdb530wx.cloudfront.net/_binary/UCPtkMXMaterialsProcessingEuropeCopy/3d0526cb-5b2b-43d1-a181-3a356a9dba59/tkmpc_Product_and_service_range_EN_2025-03.pdf
- [40] *DP600 STEEL Coils & Sheets – AUTOMOTIVE STEEL*. (2025). Steelprogroup. <https://steelprogroup.com/automotive-steel/dp600/>

- [41] *Bobinas de acero de doble fase 780DP*. (2025). Steelprogroup <https://steelprogroup.com/es/automotive-steel/780dp-coils/>
- [42] Ren, Y. et al. (2025). In Situ EBSD Observation and Numerical Simulation of Microstructure Evolution and Strain Localization of DP780 Dual-Phase Steel. *materials*. 18(2), 426. <https://doi.org/10.3390/ma18020426>
- [43] Yang, X. et al. (2025). Mechanical responses and microstructure evolution of DP780 in complete $\sigma_{xx} - \sigma_{yy}$ space: Experiments and crystal plasticity characterization. *International Journal of Plasticity*. 186. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2025.104247>
- [44] Lee, J. H. et al. (2014). Laser, tungsten inert gas, and metal active gas welding of DP780 steel: Comparison of hardness, tensile properties and fatigue resistance. *Material & Design*. 64, pp. 559-565. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.07.065>
- [45] Quick, easy and insightful mechanical testing. (2024). Plastometrex. <https://www.plastometrex.com/>
- [46] Bhadeshia, H. K. D. H. y Honeycombe, R. W. K. (2017). *Steels: Microstructure and properties* (4th ed.). Butterworth-Heinemann.
- [47] Khosravani, A. et al. (2019). New Insights into the Microstructural Changes During the Processing of Dual-Phase Steels from Multiresolution Spherical Indentation Stress–Strain Protocols. *metals*. 10(1), 18. <https://doi.org/10.3390/met10010018>
- [48] Pavlina, E.J. y Van Tyne, C. J. (2008). Correlation of Yield Strength and Tensile Strength with Hardness for Steels. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 17(6), 888-893. <https://doi.org/10.1007/s11665-008-9225-5>

ANEXO

Anexo.1 Planificación del trabajo fin de grado

Fecha límite	Objetivo de Investigación
03/12/2024	Reunión con Ilchat
20/02/2025	Solicitud tutor y tema
10/03/2025	Estudiar el estado del arte y preparar el anteproyecto
24/03/2025	Empezar las prácticas
7/04/2025	Preparar muestras para la caracterización microestructural
09/04/2025	Estudiar la microestructura de los grados de acero seleccionados mediante microscopía óptica y análisis por SEM
11/04/2025	Preparar muestras para ensayos PIP
16/04/2025	Realizar ensayos PIP de los materiales estudiados y determinar sus propiedades mecánicas
23/04/2025	Realizar ensayos de dureza Vickers de los materiales estudiados y determinar su dureza
01/05/2025	Relacionar la microestructura y las propiedades de los aceros seleccionados
13/05/2025	Preparar un borrador del Trabajo Fin de Grado (TFG)
27/05/2025	Entrega final del TFG

Tabla 8: Cronograma con el desarrollo del proyecto.

Anexo.2 Recursos requeridos

- Prensa metalográfica, Neurtek Opal 410.
- Papel de lija con tamaño de grano de 320, 600, 1200 y 2000.
- Resina conductora.
- Spray de silicona.
- Pulidora, Beuhler Metaserv 250.
- Discos de pulido.
- Pastas de pulido con tamaño de partícula de $6\mu m$, $3\mu m$ y $1\mu m$).
- Líquido de pulido, OPS.
- Lubricante, DP-blue.
- Microscopio óptico, Nikon Eclipse LV100ND.

- Software, NIS-Elements.
- Microscopio SEM, Apreo 2S LoVac.
- Plastómetro, PLX-Benchtop.
- Software, Corsica +.
- Durómetro Vickers, Innovatest Nexus 4303.
- Aceros: DP680, DP780-F43, DP780-F74, S420MC y S355MC.
- Microscopio SEM, Zeiss EVO MA 15.
- Software, ImageJ