

## Análisis cuantitativo de fases por el método Rietveld del acero AISI 52100 tratado térmicamente

Brenda Alejandra Mateos-Luqueño<sup>1\*</sup>, Armando Irvin Martínez-Pérez<sup>1</sup>, Edgar Ernesto Vera-Cárdenas<sup>1</sup>, José Luis Bernal-Ponce<sup>2</sup>, Juan Manuel González-Carmona<sup>3</sup>, Luis Miguel Ballesteros-Ospina<sup>3</sup>, Leonardo Hernández-Flores<sup>3</sup>

<sup>1</sup> División de Estudios de Posgrado e Investigación, Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Pachuca, Carretera México-Pachuca Km. 87.5, C. P. 42080, Col. Venta Prieta, Pachuca de Soto, Hidalgo, México.

<sup>2</sup> Departamento de Ingeniería Mecánica, Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Orizaba, C.P. 94320, Orizaba, Ver., México.

<sup>3</sup> Departamento de Tecnologías Estratégicas y Posgrado, CONAHCYT-Centro de Ingeniería y Desarrollo Industrial (CIDESI), Querétaro, México.

\*Autor de correspondencia: \*m23201302@pachuca.tecnm.mx

Fecha de Envío: 21, octubre, 2025

Fecha de Aceptación: 05, febrero, 2026

---

### Resumen

En el presente estudio se analiza la relación que existe entre los cambios en la microestructura del acero AISI 52100 con respecto de la aplicación de los tratamientos térmicos de austenizado y revenido con enfriamiento en aceite, donde la microestructura resultante se caracterizó por la técnica de difracción de rayos X (DRX) y la cuantificación de fases se realizó aplicando el método Rietveld, a través de un enfoque automático y manual. Los resultados mostraron una reducción significativa de carburos de cromo ( $Cr_7C_3$ ) tras la aplicación del tratamiento térmico y un aumento en la cementita ( $Fe_3C$ ), fase característica de una matriz bainítica. Se concluye que el refinamiento Rietveld por el método manual ofrece una mayor aproximación en la cuantificación de las fases y sus transformaciones inducidas por el tratamiento térmico, proporcionando datos críticos para la optimización de las propiedades mecánicas del acero.

### Palabras clave

Acero AISI 52100, refinamiento Rietveld, tratamiento térmico, cuantificación de fases, difracción de rayos X.

### Abstract

This study analyzes the relationship between microstructural changes in AISI 52100 steel and the application of heat treatments involving austenitizing and oil-quenched tempering. The resulting microstructure was characterized using X-ray diffraction (XRD), and phase quantification was performed using the Rietveld method, applying both automatic and manual approaches. The results showed a significant reduction in chromium carbides ( $Cr_7C_3$ ) after the heat treatment, along with an increase in cementite ( $Fe_3C$ ), a phase characteristic of a bainitic matrix. It is concluded that the manual Rietveld refinement provides a closer approximation in quantifying the phases and their transformations induced by the heat treatment, supplying critical data for the optimization of the mechanical properties of the steel.

### Keywords

AISI 52100 steel, Rietveld refinement, thermal treatment, phase quantification, X-ray diffraction.

## 1. Introducción

El acero AISI 52100 es ampliamente utilizado en la fabricación de componentes mecánicos que requieren alta resistencia al desgaste y dureza, propiedades que dependen críticamente de su microestructura y de la distribución de fases como cementita y carburos de cromo [1]. Sin embargo, la relación cuantitativa entre los tratamientos térmicos aplicados, la evolución microestructural resultante y su impacto en las propiedades mecánicas aún no ha sido caracterizada con precisión mediante técnicas DRX. Estudios previos han utilizado técnicas de caracterización microestructural [2], pero existe un vacío en la aplicación comparativa de métodos de refinamiento Rietveld para la cuantificación con una mayor aproximación de fases en este acero. Este vacío limita la capacidad de optimizar procesamientos térmicos para aplicaciones de ingeniería que demandan alto rendimiento.

Frente a esta problemática, el presente trabajo tiene como objetivo principal analizar y comparar la cuantificación de fases mediante el método de Rietveld utilizando los enfoques automático y manual, aplicados a datos de DRX. Como hipótesis central, se plantea que la aplicación de un tratamiento térmico de austenizado y revenido con enfriamiento en aceite favorece la formación de bainita y reduce significativamente la presencia de  $Cr_7C_3$ , modificando así la microestructura hacia una configuración que mejora las propiedades mecánicas del acero [3].

La contribución de este estudio al conocimiento científico y al desarrollo tecnológico radica en establecer una metodología estructurada y comparativa de refinamiento Rietveld para la cuantificación aproximada de fases en aceros AISI 52100 tratados térmicamente, lo que permitirá correlacionar cuantitativamente las condiciones de procesamiento con la

microestructura resultante y sus propiedades, sentando las bases para el diseño de tratamientos térmicos optimizados en aplicaciones industriales, complementando trabajos previos en caracterización de aceros [4].

## 2. Metodología

### 2.1 Materiales

Para este estudio, fueron utilizadas muestras circulares del acero AISI 52100, con un diámetro de 25.4 mm y un espesor de 5 mm, presentando un acabado espejo. Las muestras fueron sometidas a un tratamiento de austenizado a 950°C durante una hora y posteriormente, las muestras se enfriaron en aceite; una vez que alcanzaron la temperatura ambiente, se les realizó un tratamiento de revenido a 200-250°C durante 30 minutos enfriado al ambiente [5]. Luego del tratamiento térmico, se repitió el proceso de pulido para las muestras obteniendo nuevamente un acabado espejo.

### 2.2 Microscopia óptica

Las muestras fueron atacadas químicamente con una solución de Nital al 5% con el fin de revelar los contornos de grano y las fases presentes. Posteriormente, mediante el uso de un microscopio metalográfico, fue posible identificar la microestructura del material.

### 2.3 Difracción de rayos X

Los patrones de difracción fueron obtenidos mediante el uso de un difractómetro de la marca Rigaku, modelo SmartLab con radiación Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ).

El análisis se realizó en un rango  $2\theta$  de 20° a 90°, con el objetivo de cubrir las fases presentes, el tamaño de paso fue ajustado dependiendo de la muestra, para las muestras de acero AISI base fue de 0.02; mientras que para las tratadas térmicamente fue de 0.002,

asegurando la calidad de los datos para su análisis mediante el método de rietveld.

## 2.4 Identificación preliminar de fases

De forma preliminar se identificaron las fases presentes en el material a través del uso del software HighScore Plus. Además, se hizo uso de bases de datos PDF-2 y COD.

A través de la composición química del acero AISI 52100 presentada en la tabla 1 y la identificación preliminar por medio del software, que posteriormente a través del método manual fue validada, se determinó la presencia de carburos de cromo, austenita, martensita y cementita.

**Tabla 1.** Composición química en porcentaje de masas.

C	Si	Mn	P	Cr	S	Mo	Ni
0.97	0.26	0.3	0.01	1.47	<0.002	<0.007	0.02

En trabajos previos se reporta que a través de la aplicación de un tratamiento térmico de austenizado y posteriormente un revenido, que la microestructura a obtener en el material consta de la presencia de  $Cr_7C_3$ , austenita, martensita y  $Fe_3C$  [6, 7]. Las cartas cristalográficas utilizadas para la identificación preliminar se presentan en la tabla 2.

**Tabla 2.** Cartas cristalográficas en HighScore Plus.

Fase	Carta ICDD
Fe- $\alpha$	00-006-0696
Austenita	00-052-0512
Martensita	00-044-1290
$Fe_3C$	01-081-9877
$Cr_7C_3$	03-065-1347

## 2.5 Refinamiento rietveld

El refinamiento fue llevado a cabo con dos softwares, HighScore Plus y Fullprof, donde el primero ofrece un proceso automático mientras que, Fullprof es de forma manual. Se emplearon archivos CIF de las fases identificadas preliminarmente.

### 2.5.1 Método automático

El software HighScore Plus permite llevar a cabo una cuantificación de fases por el método Rietveld, donde utiliza los picos principales del difractograma y los correlaciona con cartas cristalográficas provenientes de diversas bases de datos precargadas. El software realiza un refinamiento de parámetros que busca ajustarse al difractograma proporcionado.

### 2.5.2 Método manual

A través de Fullprof, se refinaron los parámetros de celda, perfil de pico, background, entre otros hasta que el ajuste fuera lo más cercano a los difractogramas.

En este método, las cartas cristalográficas que se utilizaron aparecen en la tabla 3.

**Tabla 3.** Cartas cristalográficas en Fullprof.

Fase	Carta ICDD
Fe- $\alpha$	9008539
$Cr_7C_3$	1009019
$Fe_3C$	2300061
Martensita	1532971

Para un mejor ajuste se optó por omitir el uso de algunas cartas cristalográficas; ya que, generaban una inestabilidad en el ajuste de los parámetros de celda.

### 3. Resultados y discusión

#### 3.1 Microestructura

A través de las micrografías presentadas en la figura 1, se observaron diferencias de contraste asociadas a las fases presentes. Donde el inciso a describe la microestructura del acero AISI 52100 base, el inciso b muestra las fases existentes en el acero austenizado enfriado en aceite y el inciso c del acero revenido enfriado en aceite.

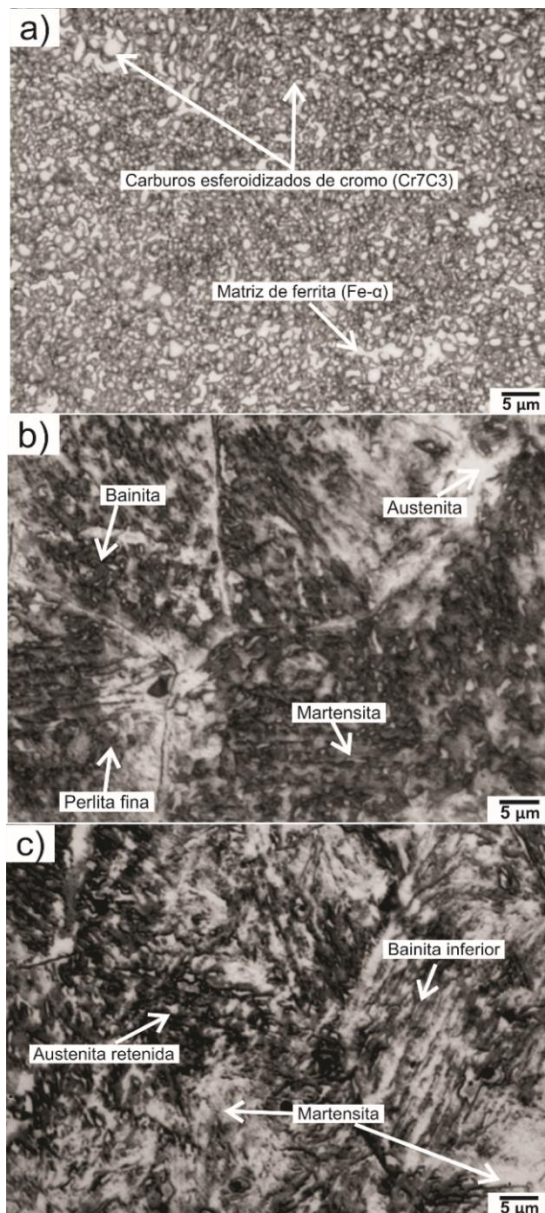


Figura 1. Micrografías los aceros evaluados.

#### 3.2 Patrones de difracción obtenidos

El patrón de difracción presentado en la figura 2 corresponde a la muestra de acero AISI 52100 sin tratamiento térmico, mostrando picos 2θ en 65° y 83°, demostrando que el de mayor intensidad es el de 45°.

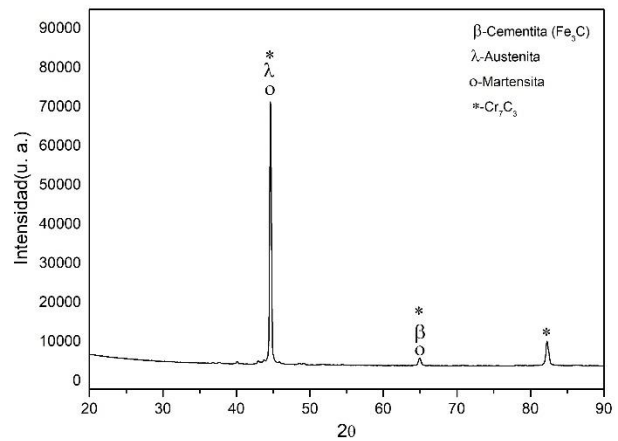


Figura 2. Difractograma del acero AISI 52100 base.

De la misma manera, en la figura 3 se presenta el difractograma obtenido de la muestra de acero con tratamiento térmico de austenizado y revenido, donde el pico de mayor intensidad es el de 45°.

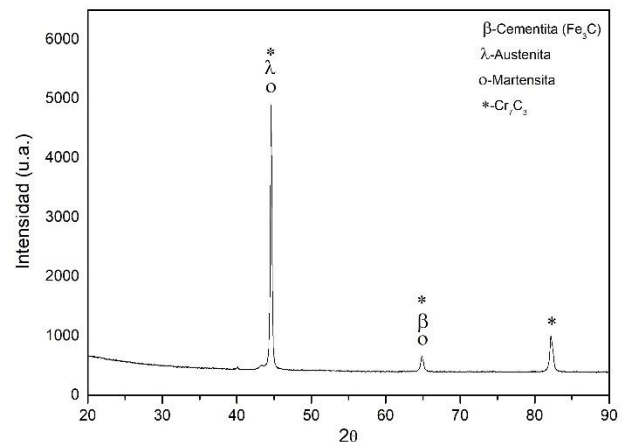


Figura 3. Difractograma del acero austenizado y revenido enfriado en aceite.

Es posible notar una disminución de los carburos de cromo durante el tratamiento térmico, pues estos fueron distribuyéndose dentro de la matriz de austenita en el primer

tratamiento térmico [8, 9]. Dentro de los difractogramas de los aceros evaluados se presenta un pico  $2\theta$  en aproximadamente  $40^\circ$ , el cual, indica la presencia de la austenita; sin embargo, al tener tan poca intensidad no se consideró para el análisis.

### 3.3 Identificación de las fases cristalinas

Mediante el uso de las cartas cristalográficas de la base de datos COD (Crystallography Open Database), se identificaron cuatro fases principales dentro de las muestras;  $Fe_3C$ , austenita, martensita y  $Cr_7C_3$ .

### 3.4 Refinamiento Rietveld

Para llevar a cabo una comparación de cuantificación de fases con dos enfoques distintos, se realizaron dos refinamientos Rietveld utilizando los softwares mencionados. En ambos casos, los patrones de DRX fueron ajustados para asegurar la fiabilidad de los resultados obtenidos.

#### 3.4.1 Método automático

El proceso incluyó ajustes sutiles proporcionados por el software, donde la figura 4 presenta una gráfica de pastel que muestra los porcentajes de fase obtenidos para la muestra de acero AISI 52100 sin tratamiento térmico.

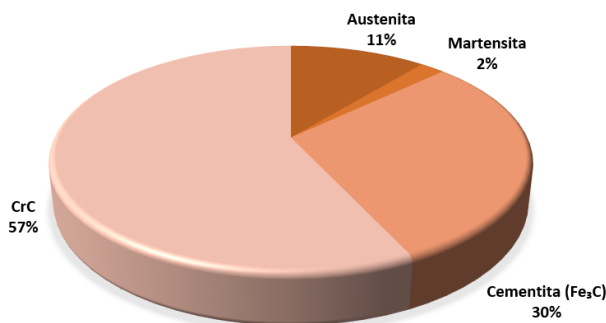


Figura 4. Fases del acero AISI 52100 sin tratamiento térmico.

Es importante destacar, que los carburos de cromo representan la fase predominante en el

acero base, estos le proporcionan al material dureza y resistencia a la corrosión [10].

Por otro lado, en la figura 5 se presenta la gráfica para el acero austenizado y revenido enfriado en aceite donde predomina la fase de  $Fe_3C$ , estos son los que forman la fase bainítica, que se busca obtener con el revenido, dando una mayor ductilidad al material.

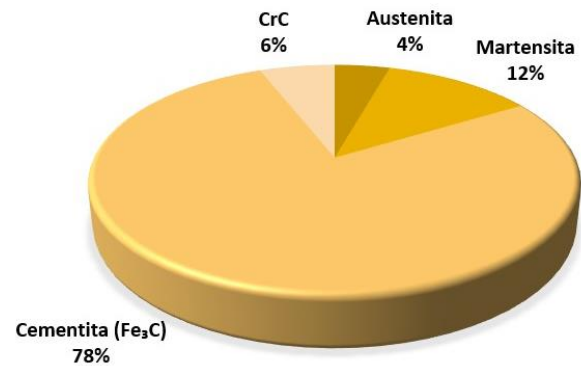


Figura 5. Fases presentes en el acero revenido enfriado en aceite.

#### 3.4.2 Método manual

Los parámetros fueron ajustados durante cada ciclo de cálculo del refinamiento, dentro del método manual se busca ajustar el factor  $\chi^2$  entre 1 y 3, las figuras que se presentan a continuación muestran el patrón calculado, el patrón inicial y la diferencia entre ambos.

Los cambios realizados durante el refinamiento se generaron a partir de los parámetros de red de cada una de las fases y los coeficientes U, V y W (parámetros de Caglioti), los cuales representan el ensanchamiento del ángulo del pico, la forma del ensanchamiento de pico y la resolución del equipo, respectivamente. Estas modificaciones se realizaron para obtener un mejor factor de ajuste.

En la tabla 4 se presenta el ajuste utilizado para la muestra de acero AISI 52100 base.

**Tabla 4.** Ajuste del acero AISI 52100 base.

Fase	Parámetro modificado					
	a	b	c	U	V	W
Fe- $\alpha$	2.86	2.86	2.86	0.551	-0.221	0.005
$Cr_7C_3$	7.03	12.15	4.53	0.118	-0.007	0.006

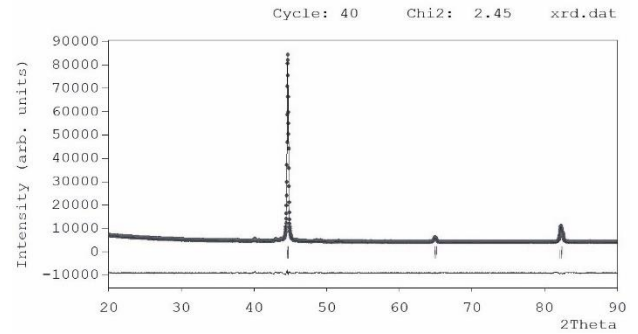
Mientras que, en la tabla 5 se muestra el ajuste para las muestras de acero austenizado y revenido enfriado en aceite.

**Tabla 5.** Ajuste de los aceros tratados térmicamente.

Muestra	Fase	Parámetro modificado					
		a	b	c	U	V	W
Aus_ac	Martensita	4.06	4.05	34.5	0.16	-0.007	0.006
	$Cr_7C_3$	7.08	13.9	4.6	0.39	-0.008	0.006
	$Fe_3C$	5.26	7.08	4.3	23.7	-0.007	0.006
Rev_ac	Fe- $\alpha$	2.87	2.87	2.87	0.18	-0.007	0.006
	$Cr_7C_3$	7.13	12.3	4.1	0.28	-0.007	0.006
	$Fe_3C$	5.01	6.9	4.4	5.94	-0.007	0.006

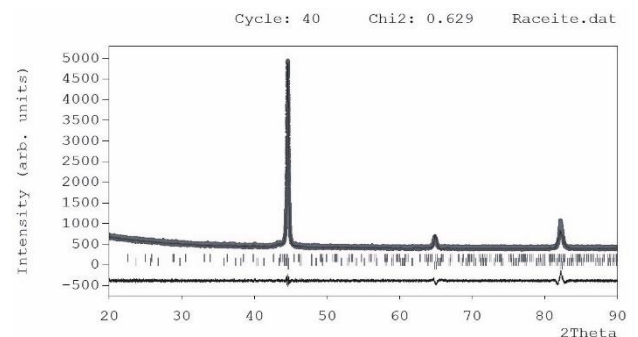
Con base a estos ajustes, los parámetros mencionados fueron optimizados para obtener una estimación más precisa del porcentaje de fase real en cada muestra.

Para el acero AISI 52100 sin tratamiento térmico (figura 6), el factor  $\chi^2$  obtenido fue de 2.45, representando un ajuste adecuado, donde el porcentaje de fase mayoritario fue del  $Cr_7C_3$  con un 82.51%.



**Figura 6.** Cuantificación de fases en el acero AISI 52100 sin tratamiento térmico.

Por el contrario, para el acero austenizado y revenido enfriado en aceite presentado en la figura 7, se obtuvo un factor  $\chi^2$  de 0.629, que es un factor ajustado con una exactitud casi perfecta, donde el  $Fe_3C$  tiene mayor presencia con un 58.8%, mientras que el  $Cr_7C_3$  se presenta con 9.1% en la muestra.



**Figura 7.** Cuantificación de fases en el acero revenido enfriado en aceite.

Los valores obtenidos entre ambos métodos de refinamiento no son similares, debido a los ajustes de los parámetros cristalográficos realizados por el usuario y el software. En ambos casos, el  $Cr_7C_3$  constituyen una fase significativa en el material, que va disminuyendo conforme se modifica la microestructura del mismo.

En las muestras tratadas térmicamente, El medio de enfriamiento también es un factor clave en la disminución de  $Cr_7C_3$ , que favorece la formación de la bainita, impactando en la

dureza, ductilidad y resistencia al desgaste del material [11].

#### 4. Conclusiones

El análisis cuantitativo de fases mediante el método de Rietveld permitió caracterizar con precisión la evolución microestructural del acero AISI 52100 sometido a tratamiento térmico de austenizado y revenido con enfriamiento en aceite. A partir del análisis de los resultados obtenidos se establecen las siguientes conclusiones:

Se confirmó una reducción significativa en el contenido de carburos de cromo ( $Cr_7C_3$ ), desde un 82.51% en el material base hasta un 9.1% en la condición tratada térmicamente, lo que evidencia la disolución progresiva de estos carburos durante el austenizado y su transformación durante el enfriamiento controlado.

Se observó un incremento notable en la fase de cementita ( $Fe_3C$ ), la cual alcanzó un 58.8% en el acero tratado, confirmando la formación de una matriz de bainita como producto principal de la transformación isotérmica, consistente con el medio de enfriamiento y los parámetros de revenido empleados.

La comparación metodológica demostró que el refinamiento Rietveld manual (FullProf) proporciona una mayor precisión, evidenciada por un factor de ajuste  $\chi^2$  de 2.45 y 0.629, frente a los resultados menos consistentes obtenidos mediante el procedimiento automático (HighScore Plus). Este método manual permitió un ajuste más riguroso de los parámetros cristalográficos y de perfil, esencial para muestras multifásicas donde se presenta traslape de picos.

La transformación microestructural controlada caracterizada por la reducción de carburos duros de cromo y el desarrollo de una matriz bainítica rica en cementita establece una

correlación directa con la optimización de las propiedades mecánicas, donde se espera un equilibrio favorable entre dureza, resistencia al desgaste y tenacidad.

Este estudio valida el refinamiento Rietveld manual como herramienta confiable para la cuantificación de fases en aceros de medio y alto carbono, proporcionando datos que impactan para el diseño y optimización de tratamientos térmicos en aplicaciones industriales que demandan componentes con alto desempeño mecánico y durabilidad.

#### Agradecimientos

Gracias al apoyo de la Secretaria de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación (SECIHTI), por la beca otorgada para la realización de mis estudios de maestría (CVU 1318838).

#### Referencias

- [1]. A. Panda, A. Kumar Sahoo, R. Kumar, R. Kumar Das, "A review on machinability aspects for AISI 52100 bearing steel", *Materials Today: Proceedings*, vol. 23, pp. 617-621, 2020.
- [2]. A. Fortini, E. Bertarelli, M. Cassola, M. Merlin, "An Industrial-Scale Study of the Hardness and Microstructural Effects of Isothermal Heat Treatment Parameters on EN 100CrMo7 Bearing Steel", *Applied Sciences*, vol. 14, 737, 2024.
- [3]. G. Krauss, "Steels: Processing, Structure, and Performance," ASM International, 2015.
- [4]. R. A. Young, "The Rietveld Method," Oxford University Press, 1993.
- [5]. E. Türedi, M. Yilmaz, y V. Senol, "Tribological Response of Heat Treated AISI 52100 Steels Against Steel and Ceramic Counterparts", *Archives of Foundry Engineering*, vol. 17, pp. 222-228, 2017.

[6]. Türedi, E., Yilmaz, M., & Senol, V. (2017). Tribological response of heat treated AISI 52100 steels against steel and ceramic counterparts. *Archives of Foundry Engineering*, 17(3), 222–228. <https://doi.org/10.1515/afe-2017-0119>

[7]. Kar, R. J., Horn, R. M., & Zackay, V. F. (1979). The effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties in 52100 steel. *Metallurgical Transactions*, 10(11), 1711–1717. <https://doi.org/10.1007/bf02811705>

[8]. G. Krauss, *Principles of Heat Treatment of Steel*. Asm International, 1980.

[9]. R. Asthana and A. Kumar, “Heat Treatment: Principles and Techniques”. Prentice-Hall, 2003.

[10]. Y. Li, Z. Jiang, L. Li, P. Wang, D. Li, W. Xue, and D. Duan, "Wear behavior and damage characterization for AISI 52100 bearing steels: Effect of hardness and spherical carbides", *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 30, pp. 8359-8370, 2024.

[11]. W. Liu, Y. Jiang, H. Liu, y A. Zhao, “A study of wear resistance of carbon-free bainite and martensite in medium carbon steel”, *Ironmaking & Steelmaking Processes Products and Applications*, vol. 47, pp. 1056-1062, 2019.