



RINFI se desarrolla en forma conjunta entre el INTEMA y la Biblioteca de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Mar del Plata.

Tiene como objetivo recopilar, organizar, gestionar, difundir y preservar documentos digitales en Ingeniería, Ciencia y Tecnología de Materiales y Ciencias Afines.

A través del Acceso Abierto, se pretende aumentar la visibilidad y el impacto de los resultados de la investigación, asumiendo las políticas y cumpliendo con los protocolos y estándares internacionales para la interoperabilidad entre repositorios



Esta obra está bajo una [Licencia Creative Commons Atribución-  
NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/).

T 58

Nº INVENTARIO 8889  
FECHA 21/10/99

UNIVERSIDAD NACIONAL DE MAR DEL PLATA  
Facultad de Ingeniería

Instituto de Investigaciones en Ciencia  
y Tecnología de Materiales  
(INTEMA)

" FUNDICIONES ESFEROIDALES AUSTEMPERIZADAS.  
ESTUDIO DE SUS TRANSFORMACIONES METALURGICAS "

*Trabajo de tesis presentado por:*

JUAN MIGUEL MASSONE

*Para optar al grado académico de:*

DOCTOR EN CIENCIA DE MATERIALES

*Director:*

Dr. ROBERTO E. BOERI

*Co-director:*

Ing. JORGE A. SIKORA



*Mar del Plata, mayo de 1997*

## RESUMEN.

El objetivo de esta tesis es el estudio de las transformaciones metalúrgicas que se producen en fundiciones esferoidales en el rango de temperaturas de austemperizado.

Entre los factores que afectan los cambios de fase estudiados, se pueden citar la velocidad de enfriamiento entre la temperatura de austenizado y la de austemperizado, la temperatura de austemperizado y el tiempo de mantenimiento isotérmico.

Para evaluar el efecto de la velocidad de enfriamiento, se caracterizó la extracción calórica del baño de sales de austemperizado, analizando los diversos factores que la modifican y determinando diámetros máximos capaces de ser totalmente austemperizados. Se estudió el efecto de la velocidad de enfriamiento sobre las microestructuras y las propiedades mecánicas obtenidas, habiendo verificado que cuando la velocidad de enfriamiento no es lo suficientemente rápida en toda la sección de una pieza, se obtienen microestructuras mixtas, compuestas por cantidades variables de ausferrita y microconstituyentes laminares de mayor temperatura de transformación, produciendo una disminución marcada en la resistencia cuando se austemperiza a baja temperatura y en la ductilidad cuando el austemperizado se realizó a temperaturas elevadas.

Otro factor que afecta los cambios de fase en austemperizados es la temperatura de mantenimiento isotérmico. Cuando la temperatura de austemperizado es inferior a 300C, los cambios microestructurales son complejos y poco estudiados. Se verificó que por debajo de esta temperatura se produce un afinamiento progresivo de la microestructura hasta llegar a constituir agujas de ferrita sumamente finas, para temperaturas de austemperizado de 220C. Por difracción de RX y microscopía se comprobó que al disminuir la temperatura de austemperizado, la transformación isotérmica avanza más lentamente, evidenciándose cualitativamente la presencia de martensita para tiempos de austemperizado de 60 minutos. Se midió la máxima resistencia mecánica para austemperizados a 260C durante 120 minutos. Temperaturas de mantenimiento menores producen decaimiento de la resistencia, la deformación a la rotura y la tenacidad.

Cuando el tiempo de austemperizado es excesivo, la estructura típica del ADI se desestabiliza. Con la finalidad de caracterizar la estabilidad de la microestructura de ADI, se

estudiaron los cambios producidos en muestras sobreaustemperizadas y en muestras envejecidas por calentamientos posteriores al austemperizado. Se verificó que los cambios microestructurales que se producen en ambos casos son semejantes. Para la aleación estudiada se vio que la exposición a temperatura produce disminución en la deformación a la rotura y en la resistencia al impacto, por la formación de pequeños precipitados en borde de grano de austenita primaria. Se propone un mecanismo de degradación basado en la nucleación de carburos en la interfaz  $\alpha/\gamma$  y en bordes de grano austenítico previo, y en el crecimiento de ferrita preexistente.

Se propone un diagrama de transformación isotérmica que representa las transformaciones de la austenita en el rango de temperaturas de austemperizado, para fundiciones de grafito esferoidal.

Finalmente se estudiaron las transformaciones isotérmicas producidas en austenita primaria, cuando se austemperiza una fundición esferoidal directamente durante el enfriamiento pos-solidificación, comprobándose que la producción de ADI por éste medio es factible, observando diferencias significativas entre la estructura ausferrítica obtenida a partir de austenita no recristalizada y aquella producto de tratamiento convencionales, pero que sin embargo poseen propiedades mecánicas enteramente comparables.

2.3.7-	Sumario	26
2.4-	Estabilidad estructural de fundiciones esferoidales austemperizadas.	28
2.4.1-	Sumario	31
2.5-	Moldeo permanente	33
2.5.1-	Introducción	33
2.5.2-	Recubrimientos de moldes permanentes	33
2.5.2.1-	Constituyentes del recubrimiento	34
2.5.2.2-	Procedimientos para el recubrimiento	36
2.5.3-	Materiales para moldes permanentes.	36
2.5.4-	Sumario.	37
2.6-	Desmoldeo en caliente.	38
2.6.1-	Sumario.	38
III	<b>OBJETIVOS GENERAL Y PARTICULARES DE LA TESIS.</b>	39
IV	<b>INSTRUMENTAL.</b>	42
4.1-	Diseño y construcción de un horno de sales fundidas para el tratamiento isotermico de fundiciones esferoidales.	42
4.2-	Diseño y construcción de un horno tipo mufla.	43
V	<b>ENFRIAMIENTO DESDE LA TEMPERATURA DE AUSTENIZACION. EFECTO DE VARIABLES DE TRATAMIENTO TERMICO.</b>	44
5.1-	Introduccion.	44
5.2-	Extracción calorica de baños de sales.	45
5.2.1-	Metodología experimental.	45



5.2.2-	Resultados y discusión	46
5.3-	Díametro máximo austemperizable	49
5.3.1-	Influencia de la hidratación de la sal sobre el diámetro máximo.	49
5.3.2-	Influencia de $T_\alpha$ y $T_\gamma$ sobre el diámetro máximo.	50
5.4-	Fundiciones esferoidales parcialmente austemperizadas.	50
5.4.1-	Metodología experimental	52
5.4.2-	Resultados y discusión.	52
5.5-	Conclusiones.	58
<b>VI</b>	<b>FUNDICIONES ESFEROIDALES AUSTEMPERIZADAS A BAJAS TEMPERATURAS.</b>	<b>61</b>
6.1-	Introducción	61
6.2-	Metodología experimental	62
6.3-	Resultados	63
6.3.1-	Evolución microestructural	63
6.3.2-	Resistencia y alargamiento a la rotura.	83
6.3.3-	Dureza y Resistencia al Impacto.	84
6.3.4-	Resistencia al desgaste	86
6.4-	Discusión y conclusiones	87
<b>VII</b>	<b>ESTABILIDAD MICROESTRUCTURAL DE FUNDICIONES ESFEROIDALES AUSTEMPERIZADAS</b>	<b>94</b>
7.1-	Comparación de la transformación $\gamma_{(hc)} \rightarrow \alpha + \text{carburos}$ en ADI, durante el sobreaustemperizado y el envejecimiento	96
7.1.1-	Metodología experimental	97
7.1.2-	Resultados obtenidos	99

## ESQUEMA DE CONTENIDOS

RESUMEN	ii	
ESQUEMA DE CONTENIDOS	iv	
AGRADECIMIENTOS	x	
I	INTRODUCCION	1
II	REVISION BIBLIOGRAFICA	4
	2.1- FUNDICIONES ESFEROIDALES AUSTEMPERIZADAS	4
	(ADI).	
	2.1.1- Tratamiento termico de austemperizado	4
	2.1.2- Microestructuras obtenidas durante el austemperizado	4
	2.1.3- Etapas de la transformacion durante el	
	austemperizado	5
	2.1.4- Cinetica del austemperizado.	7
	2.1.5- Ventana del proceso.	9
	2.1.6- Cinetica de austenizado.	10
	2.1.6.1- Contenido de carbono de la matriz de	
	austenita.	11
	2.1.6.2- Influencia de la temperatura de austenizado	
	sobre la cinética de austemperizado.	12
	2.1.6.3- Características microestructurales en	
	función de la temperatura de austenizado.	13
	2.1.7- Propiedades mecanicas de fundiciones esferoidales	
	austemperizadas.	13

2.1.8- Relación entre propiedades mecánicas y microestructuras	14
2.1.8.1- Influencia de la ferrita proeutectoide y la perlita sobre las propiedades mecánicas de ADI	14
2.1.8.2- Relación entre tensión de fluencia y microestructura.	15
2.1.8.3- Relación entre energía absorbida en impacto y microestructura.	15
2.1.9- Sumario.	16
2.2- Templabilidad de fundiciones esferoidales.	17
2.2.1- Introduccion	17
2.2.2- Medida de la templabilidad	17
2.2.3- Efecto de los elementos de aleacion sobre la templabilidad.	18
2.2.4- Prediccion de la templabilidad.	18
2.2.5- Sumario.	20
2.3- Austemperabilidad de fundiciones esferoidales.	21
2.3.1- Introduccion.	21
2.3.2- Prediccion de la austemperabilidad por medio de datos de templabilidad.	21
2.3.3- Prediccion de austemperabilidad por medio de analisis termico.	22
2.3.4- Influencia de los elementos de aleacion sobre la austemperabilidad.	23
2.3.5- Influencia del tamaño de pieza sobre la austemperabilidad.	25
2.3.6- Influencia de la velocidad de enfriamiento sobre la austemperabilidad.	26



7.1.2.1- Identificación y balance de fases	99
7.1.2.2- Propiedades Mecánicas	108
7.1.2.3- Evidencia metalográfica de la degradación	109
7.1.3- Sumario y Discusión	111
7.2- Caracterización de la descomposición de la austenita de ADI por efecto de la temperatura	112
7.2.1- Metodología experimental.	112
7.2.2- Resultados	113
7.2.2.1- Cambios microestructurales	113
7.2.2.2- Justificación de los cambios microestructurales.	120
7.2.2.3- Cambio en las propiedades mecánicas	120
7.2.3- Discusión y conclusiones.	126
7.3- Mecanismo de descomposición de la austenita	127

**VIII FUNDICIONES ESFEROIDALES  
AUSTEMPERIZADAS A PARTIR DE AUSTENITA  
NO RECRISTALIZADA. 130**

8.1- Diseño y puesta a punto del proceso de desmoldeo en caliente- moldeo permanente	132
8.1.1- Metodología experimental	132
8.1.2- Resultados obtenidos.	134
8.2- Caracterización de la microestructura y de las propiedades mecánicas de ADI producido a partir de austenita no recristalizada	140
8.2.1- Metodología experimental	140
8.2.2- Resultados obtenidos.	143
8.3- Sumario y conclusiones	147

IX	CONCLUSIONES SOBRE LAS TRANSFORMACIONES DE FASE, PRODUCIDAS EN FUNDICIONES ESFEROIDALES, EN EL RANGO DE TEMPERATURAS DE AUSTEMPERIZADO.	149
	REFERENCIAS	156
	ANEXO I - ABSTRACT -	
	ANEXO II	

## AGRADECIMIENTOS.

Agradezco en forma especial al Dr. Roberto Boeri y al Ing. Jorge Sikora que me guiaron y permitieron realizar este trabajo de tesis.

A los integrantes de la División Metalurgia de INTEMA, Graciela, Alejandra, Héctor, Hugo, Tito, Riki, Babe, Matias, Andres y Victor.

Al Dr. José Porto López por su cooperación en los trabajos de difracción de RX.

Al laboratorio de Fundición del LEMIT-CIC, en particular al Ing. Ricardo Gregorutti.

A los técnicos Oscar Correa, Eduardo Eiras, Eduardo Stochi y Luis Máscolo.

Al Programa de Modernización Tecnológica, subprograma SECYT-CONICET BID 802/OC-AR, por la financiación parcial del trabajo.



## CAPITULO I

### INTRODUCCION.

Las fundiciones con grafito esferoidal (FE) se han convertido en uno de los desarrollos metalúrgicos más importantes de los últimos 30 años. Constituyen un material relativamente económico y apto para muchas aplicaciones, presentando ventajas comparativas respecto de otros metales destinados al mismo tipo de uso [1]. Su importancia tecnológica se basa en el bajo costo de producción, la alta tensión de rotura con buena ductilidad, la buena colabilidad y maquinabilidad y la buena resistencia a la corrosión. [2][3]

La evolución de su utilización presenta un aumento sostenido. En Estados Unidos en los últimos diez años se midió un aumento en la producción de FE de 1,5% anual, en tanto que se prevé el mismo incremento hasta el 2002. Los principales usos en este país se encuentra en vehículos de pasajeros, camiones livianos, etc, reemplazando aceros colados y fundición maleable, con marcadas ventajas técnicas y económicas. [4]

La gran variedad de usos en el mundo va desde pequeñas piezas de tren delantero en vehículos automotores, hasta los aros de grandes dimensiones utilizados como paredes en el subterráneo de Tokyo (uno de los más grandes del mundo) y en el de San Pablo (Brasil), facilitando el manejo y la instalación, lo cual impactó favorablemente sobre los costos de construcción [3]. A pesar de los usos tan disímiles descritos, ambos tipos de piezas exigen una propiedad fundamental que la FE satisface: confiabilidad.

La producción de FE en el país se encuentra en expansión. Las estadísticas indican que de una producción de 20 mil toneladas en 1990 se pasó a 30,8 mil toneladas en 1994. Además de su campo propio de desarrollo, la FE ocupó en nuestro país, muchos de los nichos propios del acero colado y la fundición maleable. Las estadísticas revelan una caída en la producción de acero colado de 21,5 mil toneladas en 1990 a 13,5 mil toneladas en 1994.[5]

En los últimos años se desarrolló una nueva variedad de FE, las fundiciones esferoidales austemperizadas (ADI), obtenidas mediante el tratamiento isotérmico de FE de composición química cuidadosamente controlada. Si se dispone de FE de calidad metalúrgica adecuada, y se llevan a cabo cuidadosos tratamientos térmicos, es posible obtener, a partir

de una misma FE de base, propiedades mecánicas dentro de un muy amplio rango, pudiendo alcanzarse fácilmente niveles de resistencia tan altos como el doble del obtenido en una buena FE con los mismos valores de ductilidad y tenacidad.[6]

La norma ASTM 897-90, define cinco grados de ADI, que presentan valores de resistencia mecánica entre 850 y 1600 MPa, con alargamientos a la rotura mínimos entre 10 y 1% respectivamente. Con estas propiedades mecánicas, las fundiciones esferoidales austemperizadas presentan una excelente perspectiva de utilización en reemplazo de aceros aleados templados y revenidos, ya sea fundidos, forjados o mecanizados, con ventajas económicas en la mayoría de los casos.[7]

Las buenas propiedades mecánicas de las ADI están directamente relacionadas con la microestructura propia de la FE austemperizada. La transformación bainítica en FE es diferente de la de los aceros. El austemperizado de aceros resulta en una formación simultánea de ferrita y carburo a partir de la austenita. En cambio la microestructura resultante en una FE austemperizada consiste en una mezcla de dos fases: ferrita bainítica (acicular) y austenita.

La transformación bainítica en FE se desarrolla en dos etapas [8]. La ferrita bainítica, a la temperatura de austemperizado, nuclea y crece dentro de la austenita reyectando, simultáneamente, carbono hacia la austenita que la rodea. El alto contenido en Silicio, impide la formación de cementita dando la posibilidad a la austenita de absorber el carbono reyectado. La austenita enriquecida en carbono, inhibe el crecimiento de la ferrita bainítica arrojando temporalmente la transformación. La transformación de la austenita en ferrita bainítica y austenita enriquecida en carbono, constituye la primer etapa de la transformación. Es en esta etapa donde se procura interrumpir el ciclo térmico, obteniéndose una estructura de alta resistencia y tenacidad.

A temperaturas de austemperizado elevadas y con suficiente tiempo, la austenita se descompone en ferrita y carburos precipitados en su interior, en lo que se conoce como etapa dos de la transformación. Esta etapa es indeseable debido a que reduce la ductilidad y la tenacidad propias de la estructura de ADI.

El análisis de las etapas de la transformación descritas, junto con los factores que las modifican nos ubica frente a un material que presenta una metalurgia complicada y poco desarrollada. Este es uno de los factores responsables de los retrasos en la aplicación

industrial del ADI.

El objetivo general de este trabajo de tesis es, por lo tanto, avanzar en la comprensión de las transformaciones de la austenita en ADI, en el rango de las temperaturas de austemperizado.



## CAPITULO II.

### REVISION BIBLIOGRAFICA

#### 2.1- FUNDICIONES ESFEROIDALES AUSTEMPERIZADAS (ADI).

##### 2.1.1- Tratamiento termico de austemperizado

Para producir una fundición esferoidal austemperizada se requiere, en primer lugar, obtener una colada de buena calidad, y luego realizar un adecuado tratamiento térmico.

La primer etapa en el ciclo de tratamiento térmico de austemperizado consiste en la austenización, que se lleva a cabo en un rango de temperaturas entre 850C y 950C, y tiene por objetivo obtener una matriz austenítica. La etapa siguiente consiste en un enfriamiento rápido hasta la temperatura de austemperizado, generalmente dentro del rango entre 250C y 400C, donde se mantiene a las partes por tiempos que varían de 1 a 3 horas.

##### 2.1.2- Microestructuras obtenidas durante el austemperizado

Mediante el ciclo térmico de austemperizado se obtienen diferentes microestructuras de la matriz, dependiendo de la temperatura de austemperizado. A temperaturas de austemperizado relativamente altas, el tratamiento térmico produce una microestructura compuesta principalmente por una mezcla fina de agujas de ferrita y austenita enriquecida en carbono. A bajas temperaturas de austemperizado, la estructura esta mayormente compuesta por ferrita acicular, más fina que la de alta temperatura, austenita enriquecida en carbono y carburos muy finos. En ambos casos en la microestructura existe grafito libre.

La presencia de austenita a temperatura ambiente es llamativa y requiere justificación. El crecimiento de agujas de ferrita en el seno de la austenita da origen a una importante reyección de carbono, que produce un enriquecimiento de las zonas circundantes a las agujas. Este enriquecimiento frena el avance de la interfase, y es en gran medida responsable de la morfología de la ferrita precipitada. La presencia de importantes cantidades de Si en la aleación, de 1,5 a 3%, inhibe o retarda la precipitación de carburos a partir de la austenita enriquecida en C. De esta manera, al producirse el enfriamiento hasta temperatura ambiente,

la austenita remanente posee un contenido de carbono suficientemente alto como para deprimir su temperatura de comienzo de transformación martensítica,  $M_s$ , por debajo de la temperatura ambiente, lo que la torna térmicamente estable y queda retenida. Esta austenita se denomina enriquecida en carbono o reactada.

A temperatura ambiente, puede existir otro tipo de austenita, ubicada generalmente en las regiones intercelulares, denominada no reactada. Hay acuerdo generalizado en que la presencia de austenita retenida no reactada, afecta desfavorablemente las propiedades mecánicas. La estabilidad de la austenita o no reactada depende de su contenido en elementos de aleación segregados, tales como el Níquel, Manganeso y Molibdeno [8]. Este tipo de austenita no es térmicamente estable, pudiendo transformarse en martensita durante el enfriamiento hasta temperatura ambiente. Además no es mecánicamente estable, por lo que su presencia reduce significativamente la maquinabilidad [8].

### 2.1.3- Etapas de la transformación durante el austemperizado

La clave para obtener un austemperizado exitoso está fuertemente asociada con la selección de un tiempo adecuado de mantenimiento a la temperatura de austemperizado. Esta selección se basa en un profundo conocimiento de la cinética de austemperizado del material en uso.

Las transformaciones producidas en el austemperizado de fundiciones se agrupan en dos etapas, que se llevan a cabo durante el período de mantenimiento isotérmico a la temperatura de austemperizado. [9][10]

La **primer etapa** se caracteriza por la transformación de la austenita en ferrita bainítica y austenita de alto carbono o ferrita bainítica y carburos con austenita retenida de alto carbono, dependiendo de la temperatura de austemperizado. En esta etapa se interrumpe el tratamiento térmico, para obtener la estructura deseada a temperatura ambiente. Sin embargo, la mezcla de ferrita y austenita de alto carbono puede eventualmente descomponerse en una mezcla de ferrita y carburo, termodinámicamente más estable. Este proceso se conoce como **etapa dos** de la transformación isotérmica, y produce una marcada disminución de la tenacidad y la resistencia mecánica.

La **Figura 2.1** muestra la evolución de la microestructura con el tiempo de austemperizado [11]. La cantidad de austenita retenida aumenta durante la etapa 1, para



alcanzar un plateau sobre el final de la etapa, al tiempo  $t_1$ . La cantidad de austenita retenida comienza a disminuir en el tiempo  $t_2$ , cuando comienza a transformarse en fases más estables, ferrita y carburo. Este comportamiento define una "ventana",  $t_2 - t_1$ , o intervalo de tratamiento deseable. Dentro de este intervalo de tiempo, la interrupción del tratamiento isotérmico conduce a la obtención de la microestructura ideal, y la fundición presenta propiedades mecánicas óptimas.

La interrupción del tratamiento isotérmico con anterioridad al tiempo  $t_1$ , no da tiempo para que la precipitación de ferrita avance lo suficiente como para enriquecer la austenita en C al grado de estabilizarla a temperatura ambiente. En consecuencia parte de la austenita

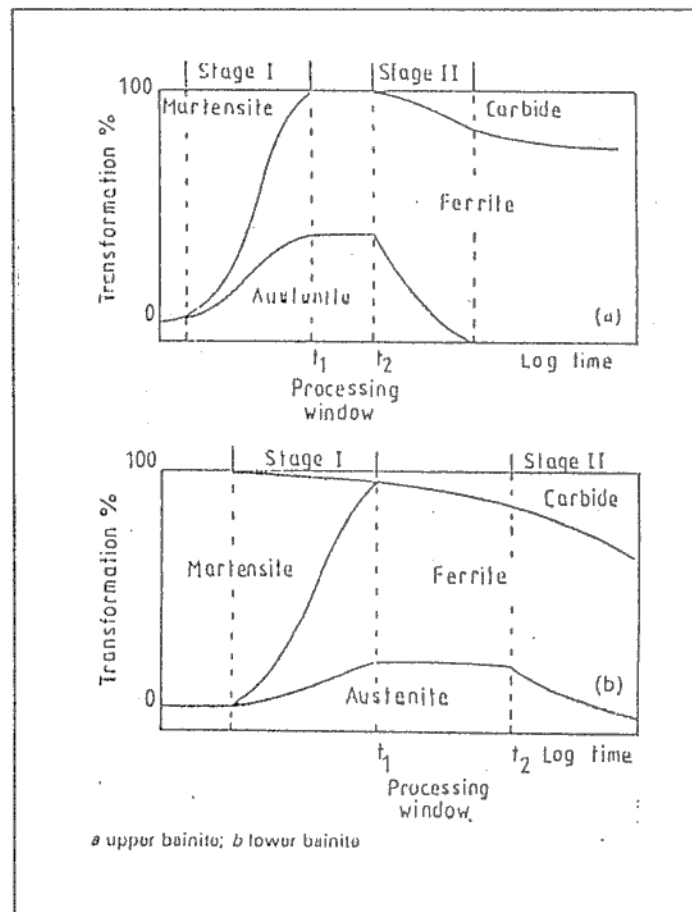


Figura 2.1: Evolución de la microestructura con el tiempo de austemperizado. Etapas I y II.

transforma en martensita durante el enfriamiento, deteriorando las propiedades mecánicas. [12]

La "ventana" del proceso se define por lo tanto de la siguiente manera: la ventana comienza con el tiempo  $t_1$  en el cual se tiene un 1% de martensita presente a temperatura ambiente luego del enfriamiento al aire. El tiempo  $t_2$  de fin de la ventana, representa el tiempo en el cual comienza la precipitación de carburos [11].

#### 2.1.4- Cinética del austemperizado.

Darwish y Elliott [13] evaluaron la cinética de austemperizado, utilizando muestras obtenidas a partir de dos coladas, una aleada con Cu y la otra con Cu y Ni. Austenizaron a 900C durante 60 minutos y luego austemperizaron a 300C, 370C y 440C por tiempos entre 1 y 1440 minutos.

Analizando las metalografías obtenidas, los autores encontraron que la única diferencia significativa entre las dos aleaciones estudiadas es el retraso en el avance de la transformación para la aleación con Cu-Ni.

Para el austemperizado a 370C observaron que luego de 0,5 minutos, la microestructura presenta pequeñas agujas de ferrita bainítica en una matriz de martensita. Las agujas se formaron preferentemente cerca de los nódulos y en los bordes de grano de la austenita primaria, no existiendo transformación en la región intercelular. Luego de 3 minutos de austemperizado, el número y tamaño de agujas de ferrita bainítica es mayor y la cantidad de martensita formada es menor. Observaron áreas de austenita retenida con apariencia "blocky", próximas a los nódulos, entre las agujas. Algunas de estas áreas presentan martensita en su interior debido a la baja y despareja distribución de carbono. Luego de 5 minutos de austemperizado, la transformación está bien desarrollada, mostrando un incremento, tanto de la ferrita bainítica como de la austenita retenida y una disminución en la cantidad de austenita no transformada. La austenita retenida todavía tiene apariencia blocky y contiene algo de martensita. Austemperizados a tiempos más largos permiten mayor difusión de carbono, haciendo que la austenita pierda la apariencia blocky y que no haya martensita presente debido a que la austenita ahora posee mayor y más uniforme contenido de carbono. Para esta temperatura, luego de 1440 minutos de permanencia, los autores no observaron segundas fases precipitadas.

Cuando austemperizaron a 440C observaron baja tasa de nucleación de agujas de

ferrita bainítica, resultando en una estructura más gruesa, las áreas de austenita son más grandes y la apariencia blocky de la austenita más acentuada.

La etapa dos de la transformación es rápida a 440C y luego de 120 minutos la estructura está compuesta por ferrita bainítica y carburos con una naturaleza acicular menos evidente.

Para la temperatura de 300C los autores verificaron que las características de la transformación cambian, obteniéndose una estructura compuesta mayoritariamente de bainita inferior. La baja temperatura incrementa la tasa de nucleación de ferrita bainítica, resultando en una estructura de apariencia más acicular con agujas más finas y uniformemente distribuidas. Debido a la disminución de la velocidad de difusión del carbono por la menor temperatura, se produce la formación de carburos dentro de las agujas de ferrita. Esto conduce a una disminución del C reyectado dentro de la austenita, por lo que la transformación bainítica avanza obteniéndose menor cantidad de austenita retenida que en los austemperizados a temperaturas mayores.

Los autores midieron la fracción en volumen de austenita retenida  $X_\gamma$ , el contenido de carbono promedio de la austenita  $C_\gamma$ , la fracción en volumen de austenita no transformada  $Xu_\gamma$  y la dureza, en función del tiempo. El avance de la etapa uno de la transformación se manifiesta por el incremento de  $X_\gamma$  y  $C_\gamma$  y por la disminución de  $Xu_\gamma$  y la dureza. La etapa dos esta caracterizada por el incremento en la dureza y la disminución en  $X_\gamma$  al avanzar el tiempo de austemperizado, particularmente cuando se austemperiza a 440C.

Verificaron que el Ni y el Cu tienen muy poca influencia sobre el contenido de carbono de la austenita  $C_\gamma^0$ .

Darwish [13] verificó que durante la etapa 1 de la transformación isotérmica, las primeras transformaciones se producen de tal manera que no dependen de los elementos de aleación. En cambio el retraso en la culminación de la primer etapa, determinado por la medida de austenita residual  $Xu_\gamma$ , varía linealmente con la fuerza impulsora ( $C_\gamma^{\max} - C_\gamma^0$ ) en fundiciones aleadas con Mn, Mo y Ni. Por lo tanto, la fuerza impulsora es un parámetro importante para controlar las transformaciones en la etapa uno. El agregado de aleantes que incrementen  $C_\gamma^0$  y/o disminuyan  $C_\gamma^{\max}$  deben minimizarse para evitar el retraso en la culminación de la etapa uno.

Los mismos autores estudiaron la cinética de la etapa dos, siguiendo el comienzo de

esta etapa a partir de la disminución en la fracción en volumen de austenita retenida, por medio del parámetro  $X_{\gamma} / X_{\gamma}^{\max}$ , este parámetro varía entre 1 y 0 durante la transformación. Se verificó que, contrariamente a lo determinado para las transformaciones en la etapa uno, la velocidad de las transformaciones producidas en la etapa dos es sensible al contenido de aleantes. Se determinó que el efecto en el retraso de la etapa dos producido por los aleantes es aditivo. Otro aspecto importante es el fuerte efecto de la temperatura de austemperizado sobre las transformaciones en la etapa dos. Se observó que la transformación a 440C se completa a los 120 minutos, obteniéndose en consecuencia, una ventana de transformación muy cerrada.

### 2.1.5- Ventana del proceso.

En la determinación de los tiempos  $t_1$  y  $t_2$  que definen la ventana del proceso, pueden usarse dos criterios: el de las propiedades mecánicas óptimas o el criterio microestructural, respectivamente.

El criterio de las propiedades mecánicas óptimas consiste en seleccionar un rango de temperaturas de austemperizado y medir las propiedades mecánicas especificadas en función del tiempo de austemperizado. Una desventaja de este criterio es que no relaciona directamente las microestructuras que controlan las propiedades mecánicas y la cinética de transformación asociada con su formación.

El criterio microestructural usa la cinética de transformación para definir  $t_1$ , tiempo correspondiente al final de la etapa I, y el tiempo  $t_2$  correspondiente al comienzo de la etapa II. La Figura 2.2 muestra la variación de  $t_1$  y  $t_2$  calculados usando este criterio, para las aleaciones con Cu y con Cu-Ni, en función de la temperatura de austemperizado, para una temperatura de austenizado de 900C, según el trabajo de Darwish y Elliot [13]. Las áreas rayadas definen la ventana del proceso. Cuando  $t_1$  supera a  $t_2$  la ventana del proceso se cierra. Esto ocurre por encima de 404C para la aleación con Cu y por encima de 392C para la aleación con Cu-Ni. Por lo tanto la ventana del proceso está cerrada para las dos aleaciones para 440C como se determinó anteriormente. Darwish [13] determinó que el Ni y el Cu retrasan la aparición de la ventana del proceso y también la extienden.

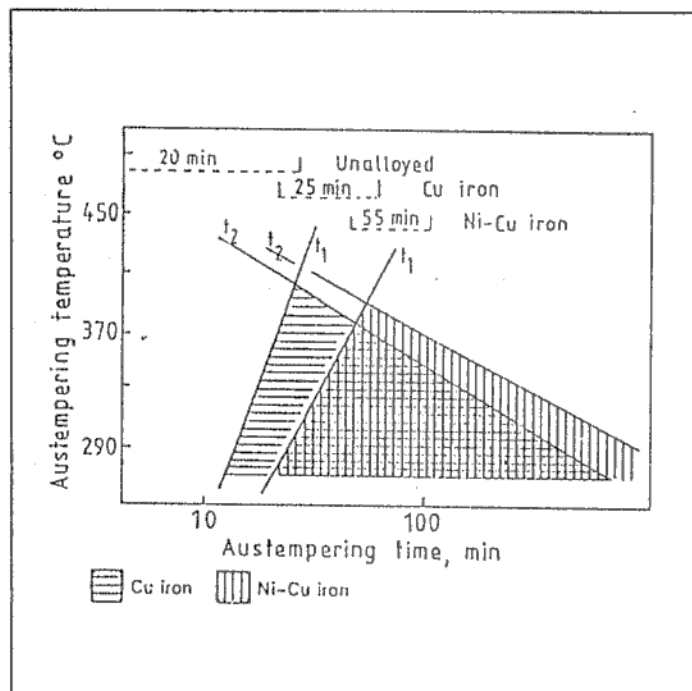


Figura 2.2: Variación de los tiempos  $t_1$  y  $t_2$  con la temperatura de austemperizado.

#### 2.1.6- Cinética de austenizado.

Para estudiar la cinética de austenizado, Darwish y Elliott [14], usaron dos coladas aleadas con Cu y con Cu-Ni, respectivamente y midieron la dureza y la fracción en volumen de martensita producida luego de enfriamientos en agua.

Según los autores, los cambios en la microestructura durante la austenización resultan de un proceso de nucleación y crecimiento. La austenita puede nuclear en las interfases ferrita/cementita o ferrita/grafito. El crecimiento de la austenita depende de la difusión de carbono y está influenciado por el agregado de aleantes y las distancias de difusión.

Los autores verificaron que la velocidad de transformación aumenta con el incremento de la temperatura de austenizado. Observaron una estructura totalmente martensítica, para la aleación con Cu, después de 15, 10 y 5 minutos a temperaturas de 900, 950 y 1000°C respectivamente, no observándose ferrita libre.

Para la aleación con Cu-Ni encontraron un aumento similar en la velocidad de transformación austenítica con el aumento de la temperatura de austenizado, observándose una estructura totalmente martensítica después de 30, 10, y 5 minutos a 850, 900 y 950°C

respectivamente, indicando que la austenización es más rápida en la aleación con Cu-Ni y que puede obtenerse una estructura totalmente austenítica calentada a 850C, hecho que, para la otra aleación estudiada por los autores, no fue posible obtener.

Darwish y Elliott [14] demostraron que el aumento en el contenido de perlita es el único factor promotor de una cinética de austenizado más rápida en la aleación con Ni-Cu. Por lo tanto el contenido de perlita en la condición as cast de la aleación es un parámetro importante en el control de la cinética de austenizado.

#### 2.1.6.1- Contenido de carbono de la matriz de austenita.

La Figura 2.3 muestra el cambio en el contenido de carbono en la matriz de austenita en función de la temperatura de austenizado para distintas composiciones químicas [14], pudiéndose ver que el contenido de carbono en equilibrio es mayor para la aleación con Cu. También es posible observarse la variación del contenido de carbono con la temperatura de austenizado, medidos experimentalmente [14] y calculados a partir de la ecuación usada por Voigt y Loper [15], en la cual no se tiene en cuenta los elementos de aleación, salvo el Si. El buen acuerdo entre los datos permite concluir que el agregado de elementos de aleación tiene poco efecto sobre el contenido de carbono de equilibrio. La elección de la temperatura de austenizado es el parámetro más significativo en el control del contenido de carbono en equilibrio.



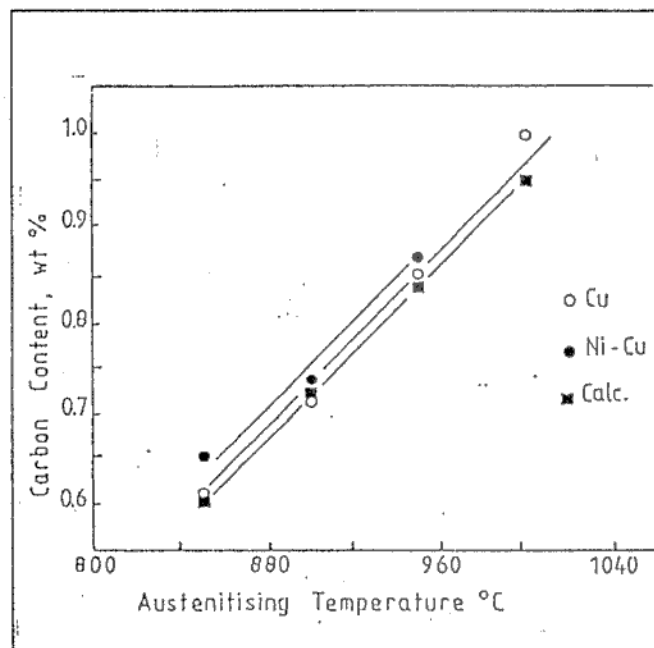


Figura 2.3: Variación del contenido de carbono de la matriz de austenita con la temperatura de austenizado

#### 2.1.6.2- Influencia de la temperatura de austenizado sobre la cinética de austemperizado.

Darwish y Elliott [14] evaluaron la influencia de la temperatura de austenizado sobre la cinética de austemperizado midiendo la fracción en volumen de austenita retenida, el contenido de carbono de la austenita, la fracción en volumen de la austenita no transformada y la dureza. Observaron que para una temperatura de austemperizado de 370C, el incremento en la temperatura de austenizado ocasiona un cambio en la forma de la curva de austenita retenida, donde se pierde la zona de plateau al transformarse en un pico. Esto indica que el aumento en la temperatura de austenización estrecha o cierra la ventana del proceso.

Disminuyendo la temperatura de austenizado, aumenta la fuerza impulsora para la etapa I, produciéndose mayor nucleación de ferrita bainítica conduciendo a una transformación más rápida. Para una dada temperatura y tiempo de austemperizado, la transformación está más avanzada en una fundición austenizada a temperaturas más bajas conteniendo, estas estructuras, menor cantidad de austenita.

Los mismos autores sostienen que, contrario a lo ocurrido en la etapa I de la transformación, la temperatura de austenizado no produce variaciones sistemáticas sobre la cinética de la etapa II de la transformación.

#### **2.1.6.3- Características microestructurales en función de la temperatura de austenizado.**

La disminución de la temperatura de austenizado [14] produce los siguientes efectos sobre la microestructura de austemperizado:

- Refina la estructura del ADI
- Disminuye la fracción en volumen de austenita retenida.
- Reduce la cantidad de austenita blocky
- Reduce la cantidad de martensita formada especialmente en el centro de la austenita blocky y en las regiones intercelulares.

#### **2.1.7- Propiedades mecánicas de fundiciones esferoidales Austemperizadas.**

Las propiedades óptimas de ADI para una composición química definida están determinadas por la elección de las temperaturas de austenizado y austemperizado. Altas temperaturas de austenizado y bajas temperaturas de de austemperizado promueven alta resistencia y dureza, mientras que bajas temperaturas de austenizado y altas temperaturas de austemperizado promueven ductilidad [8].

Darwish y Elliott [11] estudiaron las propiedades mecánicas de dos aleaciones, una FE aleada con Cu y otra con Cu-Ni. Determinaron que el cambio de propiedades con el tiempo de austemperizado es bastante semejante para ambas aleaciones. Incrementando el tiempo de austemperizado, dentro de la ventana del proceso, aumenta la resistencia a la tracción, deformación y resistencia al impacto. Los bajos valores obtenidos a tiempos cortos se deben a la fragilidad inducida por la presencia de grandes cantidades de martensita. Se alcanza un máximo en las propiedades con un 60-80% de ferrita bainítica y un 20-40% de austenita retenida en la estructura.

Con tiempos de austemperizado más largos, no cambia significativamente la resistencia, pero la deformación se ve reducida, sobre todo a la temperatura más alta (440C).



Esta caída en la deformación se debe a una disminución en el contenido de austenita retenida en la microestructura.

La alta resistencia obtenida a bajas temperaturas de austemperizado está asociada con la alta resistencia de la bainita inferior, que predomina en la microestructura. Entre los factores que contribuyen a lograr estas propiedades se pueden citar: la fina estructura de la ferrita, formación de carburos dispersos, alta densidad de dislocaciones y distorsión de la red de ferrita debido a la sobresaturación en carbono. La morfología de la bainita inferior, la posible presencia de carburos, el bajo nivel de austenita retenida, y las pequeñas cantidades de martensita originada a partir de austenita no reactada, resultan en una baja ductilidad.

A medida que se incrementa la temperatura de austemperizado, la cantidad de martensita disminuye y la cantidad de austenita retenida aumenta. Estos cambios junto a la formación de bainita superior (temperaturas por encima de 300C), libre de carburos, hacen que la estructura austeno ferrítica disminuya su resistencia y aumente la ductilidad.

La temperatura de austenizado también afecta las propiedades mecánicas. La importancia de la temperatura de austenizado como parámetro de tratamiento térmico se basa en que seleccionando una baja temperatura de austenizado, especialmente para altas temperaturas de austemperizado, se mejoran las propiedades mecánicas, particularmente la ductilidad y la tenacidad.

## 2.1.8- Relación entre propiedades mecánicas y microestructura.

### 2.1.8.1- Influencia de la ferrita proeutectoide y la perlita sobre las propiedades mecánicas de ADI.

La falta de elementos de aleación en FE limita su austemperabilidad, pudiéndose austemperizar sólo pequeñas secciones sin que se verifique la presencia de perlita u otros productos de transformación de mayor temperatura en la microestructura.

A. Hamid Ali, K. Uzlov, et al [16], introdujeron diferentes cantidades de ferrita y perlita en estructuras austemperizadas variando el tiempo de permanencia isotérmica a 650C antes del enfriamiento rápido a la temperatura de austemperizado y encontraron que en presencia de productos de transformación probainíticos en FE austemperizadas a 300C se produce una disminución significativa en la tensión de fluencia, resistencia a la rotura y

dureza. Para contenidos de perlita menores que el 12% se presenta sólo una reducción leve de la tensión de fluencia y la resistencia a la tracción. Sin embargo, cuando este valor es superado, dichas propiedades disminuyen rápidamente, continuando hasta aproximadamente un contenido del 60% de perlita. Superado éste valor la disminución es más gradual. La disminución en la dureza con el incremento en el contenido de perlita es más uniforme. La deformación muestra un leve incremento y la resistencia al impacto muestra una leve disminución.

Contrariamente, cuando se austemperiza a 370C, obteniendo bainita superior, la reducción en la tensión de fluencia, resistencia a la tracción y dureza, con el incremento en el contenido de perlita es menos significativa, pero la reducción en la deformación y en la resistencia al impacto es más marcada. En particular la caída en la resistencia al impacto es muy sensible a pequeñas cantidades de perlita.

#### 2.1.8.2- Relación entre tensión de fluencia y microestructura.

K. Hayrynen et al [17] sostienen que la tensión de fluencia está íntimamente ligada al movimiento de las dislocaciones y por lo tanto, dependerán de la escala de la estructura y la cantidad relativa de fases presentes. En una estructura totalmente austemperizada las fases presentes son 60-80% ferrita bainítica, 40-20% austenita de alto carbono y carburos, cuya cantidad aumenta a medida que la temperatura de austemperizado disminuye. A bajas temperaturas de austemperizado la difusión es más lenta generándose mayor cantidad de placas de ferrita. Por lo tanto, la escala de la estructura es más fina y hay más obstáculos para el movimiento de las dislocaciones, esperándose un incremento en la tensión de fluencia.

Hamid Ali, et al [16] determinaron que la tensión de fluencia está controlada principalmente por el tamaño de partícula de ferrita, el que se puede controlar eficientemente mediante el tratamiento térmico.

#### 2.1.8.3- Relación entre energía absorbida en impacto y microestructura.

Hamid Ali et al. [16] determinaron que la energía de impacto aumenta a medida que aumenta la fracción en volumen de la austenita reactada. El aumento en la fracción en volumen de la austenita retenida, debido al incremento en la temperatura de austenizado de 900 a 950C, resulta en un aumento en la energía de impacto a 300C. Mientras que a

temperaturas superiores a 370C el incremento en energía es muy pequeño, aumentando sin embargo la fracción en volumen de austenita.

#### 2.1.9- Sumario.

- Existe acuerdo generalizado en la literatura con respecto a las microestructuras obtenidas en austemperizados, y su relación con las propiedades mecánicas, especialmente para temperaturas de austemperizado superiores a los 300C.
- Se encuentran bien descritas las etapas de la transformación isotérmica, así como también los tiempos necesarios para lograr las propiedades mecánicas óptimas.
- El tiempo que transcurre hasta la finalización de la etapa 1 varía linealmente con la fuerza impulsora, definida ésta como la diferencia entre el contenido máximo de carbono en la austenita menos el contenido en equilibrio.
- El contenido de carbono en la austenita varía con la temperatura de austenizado y está poco influenciado por el agregado de aleantes.
- La velocidad de transformación durante la etapa 2 es sensible al contenido de aleantes.
- La ventana de la transformación isotérmica se cierra a medida que aumenta la temperatura de austemperizado

## 2.2- TEMPLABILIDAD DE FUNDICIONES ESFEROIDALES.

### 2.2.1- Introducción

La templabilidad de las FE depende de un número mucho mayor de factores que la de los aceros. Entre las principales diferencias puede enunciarse:[18]

- En la austenización de aceros existe una única fase, "austenita", en cambio en las FE se presentan al menos dos fases "austenita + grafito"; por lo tanto, el contenido de carbono de la austenita de las FE, que ejerce gran influencia en la templabilidad, no es constante como en los aceros, y depende de la temperatura de austenización elegida. Los nódulos de grafito actúan como fuente o receptores de carbono para la matriz de austenita.
- La austenita presente en la matriz de las FE a la temperatura de austenización tiene composición química muy diferente a la de los aceros de baja aleación, especialmente el sus contenidos de carbono y silicio. El contenido de carbono de la austenita de las FE varía de 0,6 a 1,1% y el de Si 2 a 3%.
- Los elementos de aleación presentes en las FE en bruto de colada se encuentran segregados más intensamente que en los aceros que poseen en general una matriz más uniforme por el tratamiento termo-mecánico que sufren durante su fabricación.

### 2.2.2- Medida de la templabilidad

Varios estudios han demostrado el uso satisfactorio de los ensayos Jominy para medir templabilidad de FE. El perfil de dureza obtenido de la probeta Jominy puede utilizarse para estimar la velocidad crítica de enfriamiento, que es una medida de la templabilidad.

Los valores de velocidad crítica de enfriamiento que surgen del ensayo Jominy son diferentes según sea el criterio de templabilidad elegido.

Los criterios que Lee y Voigt [19] utilizan son el de la "primera perlita" (99% de martensita) y el de la dureza media (50% de martensita), cada uno tiene sus limitaciones y desventajas.

El criterio de la "primera perlita" es de mucho interés práctico ya que como resultado del tratamiento térmico de la FE se busca, en general, una estructura libre de perlita. Sin embargo, no es suficientemente conservativo para FE altamente aleadas, en las cuales la nariz bainítica del diagrama CCT se encuentra en tiempos más cortos que los de la nariz perlítica.

Los valores de dureza para la primera perlita varían entre 50-53 HRC, dependiendo en principio de la temperatura de austenizado más que de la composición química.

El criterio del 50% de martensita es difícil de determinar experimentalmente porque la posición del 50% de martensita contiene también cantidades variables de bainita y austenita retenida. En general se toma un valor promedio de dureza entre el extremo de la probeta Jominy y el lado opuesto donde no hay martensita presente.

Como la conductividad térmica de la fundición es mayor que la de los aceros, las velocidades de enfriamiento son diferentes para la misma posición en la probeta Jominy, siendo mayores las de la fundición.

### 2.2.3- Efecto de los elementos de aleación sobre la templabilidad.

**Manganeso:** Es un fuerte promotor de la templabilidad, a medida que se incrementa el contenido de Mn, se incrementa la templabilidad. Las cantidades de éste elemento se limitan porque tiene mucha tendencia a segregarse en los contornos celulares, especialmente a altas temperaturas de austenizado.

**Molibdeno:** Promueve fuertemente la templabilidad. Su efectividad depende en gran parte del nivel de Mn presente. Altos niveles de Mn reducen su efectividad. Tiene una marcada tendencia a segregarse.

**Cobre:** No incrementa significativamente la templabilidad.

**Níquel:** Tiene un efecto semejante al del cobre.

En la **Figura 2.4** se grafica el efecto de cada elemento individual.

El agregado de una combinación de elementos de aleación es mucho más efectivo que cada elemento por separado. [19]

### 2.2.4- Predicción de la templabilidad.

Lee y Voigt [19] analizaron factores importantes que afectan la templabilidad de FE y desarrollaron modelos para predecir templabilidad, usando como base aquellos empleados para predecir templabilidad de aceros en base a su composición química. La relación entre la composición química y la templabilidad fue aproximada empleando modelos de regresión lineal múltiple.

Si bien se ha encontrado un excelente ajuste entre los datos provenientes del modelo

y los reales, las limitaciones de los datos usados para generar los modelos predictivos y las limitaciones de las técnicas de análisis de regresión, pueden conducir a conclusiones equivocadas. El error encontrado para los datos provenientes del criterio de la primera perlita es menor que el de la dureza media

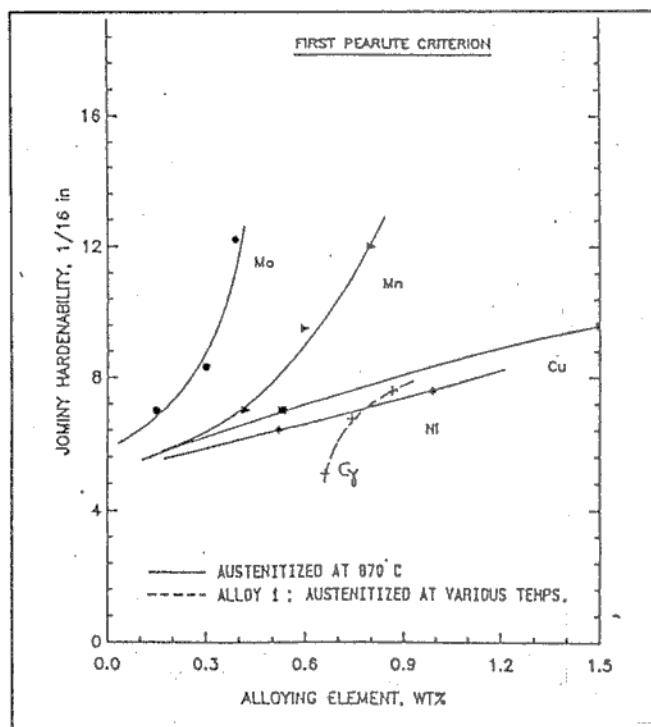


Figura 2.4: Efecto del agregado de elementos de aleación sobre la templabilidad (primera perlita) de FE.



Según Lee y Voigt [19] se deben considerar los siguientes puntos:

- El modelo sólo considera el efecto de los aleantes sobre la templabilidad. Los elementos de aleación elegidos y sus niveles de agregado están limitados por sus efectos sobre la microestructura en bruto de colada, sobre las propiedades mecánicas luego de tratada, etc.
- Se generaron muchos más datos para aleaciones de baja y moderada templabilidad que para las de alta templabilidad. Muy poca información se obtuvo para aleaciones con Si variable.
- Los datos de templabilidad se generaron para secciones coladas en 25mm. de espesor. En el caso de mayores secciones, los elementos segregados pueden influenciar la templabilidad.

Considerando éstos efectos, se puede obtener un excelente ajuste entre los datos experimentales y aquellos provenientes del modelo de regresión, indicando que puede ser usado con confianza para estimar templabilidad de las FE.

Usando el modelo para predecir templabilidad, Lee y Voigt [19] analizaron, por ejemplo, el efecto de la temperatura de austenizado sobre la templabilidad de FE y observaron que la templabilidad se incrementa abruptamente de 870 a 955C y que con mayores temperaturas (1010C) la templabilidad se altera muy levemente.

#### 2.2.5- Sumario.

- Los conceptos de templabilidad conocidos para aceros, deben redefinirse cuando ~~se aplican~~ se aplican a FE porque la composición química de la austenita de en la FE tiene composición química diferente.
- El ensayo Jominy puede utilizarse satisfactoriamente para determinar templabilidad de FE aleada y sin alear.
- Se determinó el efecto individual de los elementos de aleación. El Mo, Mn y el contenido de carbono de la austenita ejercen una fuerte influencia sobre la templabilidad.
- Cuando se agregan elementos de aleación combinados se incrementa fuertemente la templabilidad. Pequeñas cantidades de múltiples elementos son mucho más efectivas que grandes cantidades de elementos simples. La combinación de Cu y Ni es muy efectiva.
- Se desarrollaron expresiones empíricas para predecir templabilidad a partir de la composición química y de  $T_y$ . El ajuste entre el modelo y los datos experimentales presenta un excelente acuerdo.

## 2.3- AUSTEMPERABILIDAD DE FUNDICIONES ESFEROIDALES.

### 2.3.1- Introducción.

Según Lee y Voigt [19], hasta hace poco tiempo la austemperabilidad de las fundiciones esferoidales no había sido minuciosamente estudiada porque las FE tratadas térmicamente no tenían gran desarrollo. En la actualidad con los avances en ADI es necesaria una comprensión más profunda de la influencia de los elementos de aleación y otras variables sobre la templabilidad y austemperabilidad.

En general se coincide en definir la austemperabilidad como la habilidad de la fundición para ser satisfactoriamente enfriada a la temperatura de austemperizado sin transformación anterior de la austenita. Este concepto, como el de templabilidad, se puede expresar por medio de la velocidad crítica de enfriamiento que debe ser superada para obtener la transformación deseada en las posteriores etapas del tratamiento térmico.[18]

Es necesario conocer la cinética de la transformación austenítica de la aleación y la severidad de enfriamiento del baño de sales para cuantificar la austemperabilidad.

Si una aleación tiene suficiente templabilidad para una dada aplicación, la microestructura después de enfriada será totalmente martensítica o martensítica con algo de austenita retenida. Suficiente austemperabilidad significa, en cambio, que no existirá perlita u otro producto de transformación de alta temperatura luego del mantenimiento a la temperatura de transformación isotérmica, es decir que el enfriamiento fue realizado lo suficientemente rápido como para salvar la nariz perlítica de la curva CCT, y evitar la formación de bainita por encima de la temperatura de transformación isotérmica.[20]

### 2.3.2- Predicción de la austemperabilidad por medio de datos de templabilidad.

Lee y Voigt [19] sostienen que es posible usar datos de templabilidad combinados con datos de severidad de enfriamiento para baños de sales para determinar los requerimientos de composición química para varias aplicaciones de ADI.

Voigt, Lee y Chen-Hui Tu [21] usaron los datos de templabilidad y los modelos desarrollados para predecir templabilidad, para predecir austemperabilidad de las FE para tratamientos de ADI. Los autores [21] encontraron una relación directa entre los valores de templabilidad (calculados a partir de la composición química y la temperatura de austenizado) y los diámetros críticos de austemperizado obtenidos experimentalmente de los datos de la



literatura. El coeficiente de correlación ( $r^2$ ), que indica la relación entre los datos de austemperabilidad y aquellos calculados utilizando el modelo, fue mayor que 0,89 para cada temperatura de austemperizado. Esto indica que la templabilidad calculada a partir de la composición química usando el modelo presentado, puede ser utilizada satisfactoriamente para predecir austemperabilidad una vez conocida la severidad de enfriamiento del baño de sales.

### 2.3.3- Predicción de austemperabilidad por medio de análisis térmico.

Shi, Zou, Too y Smith [22] determinaron diámetros máximos de austemperizado por medio de análisis térmico. Graficaron las curvas de enfriamiento en distintas zonas de una barra, tratando de ubicar la posición de la nariz perlítica, ya que la presencia de ésta fase indica que la velocidad de enfriamiento no fue lo suficientemente grande como para lograr un austemperizado completo. Hay dos parámetros importantes para ubicar la nariz perlítica, la temperatura crítica ( $T_c$ ) y el tiempo crítico ( $t_c$ ). La transformación perlítica se puede distinguir fácilmente por análisis térmico, debido a que produce un pico en la curva de enfriamiento causado por la liberación de calor durante la transformación. El cambio en la velocidad de enfriamiento puede ser usado para determinar la temperatura y el tiempo de incubación de la transformación perlítica. Para una fundición no aleada, austenizada a 920 durante 4hs., los autores [22] determinaron la posición de la nariz perlítica a 670C y 1,2 minutos para un diámetro de 60mm, pudiéndose obtener una estructura totalmente ausferrítica para un diámetro como máximo de 40mm. Agregando 0,4%Mo y 0,8%Cu, por ejemplo, el diámetro máximo capaz de ser austemperizado satisfactoriamente, puede ser aumentado, obteniéndose una estructura totalmente ausferrítica para una barra de 100 mm de diámetro, austemperizando a 400C.

Para una composición y temperatura de austenización fijas,  $T_c$  y  $t_c$  también fijos, la austemperabilidad de ADI está determinada por la velocidad de enfriamiento. Los autores [22] calcularon el tiempo necesario para alcanzar la temperatura crítica  $T_c$ , usando la ecuación de transferencia de calor en estado transitorio para un cilindro de longitud infinita enfriado por un fluido y determinaron cuando una fundición se austemperiza de la superficie al centro, conociendo el tiempo que tarda en enfriarse de  $T_f$  a  $T_a$ . La dificultad en estos cálculos consiste en obtener  $T_c$  y  $t_c$ .

De acuerdo a los estudios de Shi [22], la mejor austemperabilidad para las fundiciones se logra para temperaturas comprendidas entre 330C y 370C, incrementando la

austemperabilidad con la disminución de la temperatura de austemperizado.

#### 2.3.4- Influencia de los elementos de aleación sobre la austemperabilidad.

Según Park, Morton, Gagné y Goller [23] el máximo espesor de FE no aleada, que puede ser enfriado en un baño de sales suficientemente rápido para evitar la formación de perlita se encuentra alrededor de 10mm. Pequeños agregados de elementos de aleación incrementan el espesor que puede ser satisfactoriamente austemperizado. El Mo es particularmente efectivo para aumentar la austemperabilidad de FE y es muy usado en combinación con otros elementos como el Ni y el Cu.

Los resultados sobre la templabilidad y austemperabilidad de las aleaciones de Cu-Mo a que éstos autores llegaron se resumen a continuación (Tabla 2.I).

La ubicación de la zona más izquierda de la región de transformación perlítica se refiere como "pearlite time" .

Los autores [23] estudiaron el efecto relativo del agregado de Mo y Cu sobre la austemperabilidad, verificando que agregando un 1,11% de Cu se incrementa el tiempo de la perlita de 13 a 32 segundos. El molibdeno muestra un efecto más marcado, agregando hasta 0,5% Mo a 0,1% Cu se incrementa el tiempo de perlita a 96 segundos.

Utilizando los datos de los tiempos de perlita obtenidos experimentalmente, Park [23] cuantificó el efecto del Cu y Mo suprimiendo la transformación perlítica por medio de métodos de múltiple regresión lineal. La variable dependiente fue el tiempo de perlita y la variable independiente el contenido de Cu y Mo en peso. El análisis resultó en la siguiente ecuación de regresión:

$$\text{PEARLITE TIME (SEG)} = 7 + 11 \text{ Cu} + 117 \text{ Mo} + 310 \text{ Cu*Mo}$$

Heat No.	Element, Weight Percent <sup>a</sup>					Pearlite Time, seconds
	C	Si	Mn	Mo	Cu	
6086A	3.65	2.32	0.31	0.00	0.10	13
B	ND <sup>b</sup>	(2.32) <sup>c</sup>	(0.31)	(0.00)	0.46	17
C	"	(2.32)	(0.31)	(0.00)	0.76	30
D	3.58	(2.32)	(0.31)	(0.00)	1.11	32
6087A	3.64	2.34	0.30	0.20	0.10	30
B	ND	(2.34)	(0.30)	(0.20)	0.44	37
C	"	(2.34)	(0.30)	(0.20)	0.80	68
D	3.62	(2.34)	(0.30)	(0.20)	1.18	100
6088A	3.67	2.29	0.28	0.30	0.14	80
B	ND	(2.29)	(0.28)	(0.30)	0.42	80
C	"	(2.29)	(0.28)	(0.30)	0.71	96
D	3.59	(2.29)	(0.28)	(0.30)	1.12	130
6089A	3.60	2.30	0.31	0.38	0.12	89
B	ND	(2.30)	(0.31)	(0.38)	0.47	89
C	"	(2.30)	(0.31)	(0.38)	0.92	200
D	3.56	(2.30)	(0.31)	(0.38)	1.34	270
6090A	3.60	2.34	0.32	0.50	0.12	96
B	ND	(2.34)	(0.32)	(0.50)	0.50	130
C	"	(2.34)	(0.32)	(0.50)	0.98	240
D	3.54	(2.34)	(0.32)	(0.50)	1.37	280

<sup>a</sup>The Irons also contained 0.09 to 0.10% Ni, 0.10% Cr, 0.021 to 0.025% P, and 0.050 to 0.059% Hg.

<sup>b</sup>Carbon contents of the second and the third split heats were not determined but expected to be similar to those of the first and the fourth heats.

<sup>c</sup>Numbers in parentheses were not analyzed but assumed to be the same as base iron.

Tabla 2.I: Tiempos de perlita de FE en enfriamientos continuos para distintas composiciones químicas.

El coeficiente de regresión fue de 0,93 indicando un excelente ajuste. El coeficiente para el Mo es mayor que el del Cu lo que indica que ejerce mayor influencia en el retraso de la transformación perlítica. Pero aún mayor es el del producto Cu\*Mo lo que indica que la combinación de ambos elementos es mucho más efectiva.

Janowak y Morton [24] estudiaron el efecto del Ni y el Mo, desarrollaron diagramas CCT e IT para barras de 30 y 135 mm de diámetro para distintas temperaturas de austenizado y austemperizado con diferentes contenidos de Ni y Mo. A partir estos estudios, surge que el máximo tamaño de sección austemperable con una aleación de 1,5% Ni-0,3% Mo depende de la temperatura de austenizado, la temperatura de austemperizado y el grado de agitación

del baño. La velocidad de enfriamiento depende del gradiente de temperatura entre el metal y el medio, así como también de la severidad de enfriamiento del medio.

Los autores [24] sostienen que no es posible generalizar el efecto de la temperatura de austenizado sobre la transformación, pero los datos sugieren que la aparente finalización de la transformación ocurre más rápidamente a bajas temperaturas de austenizado.

### 2.3.5- Influencia del tamaño de pieza sobre la austemperabilidad.

Se ha demostrado que las piezas de FE con secciones menores de 25mm, al ser austemperizadas, presentan una estructura uniforme, con adecuadas propiedades, requiriendo mínimo agregado de aleación. En general cuando la sección en bruto de colada se incrementa, la velocidad de enfriamiento entre la temperatura de austenizado y la temperatura de austemperizado disminuye dramáticamente, haciendo mucho más difícil evitar la formación de perlita.

La tendencia a formar perlita, que reduce marcadamente la ductilidad, se combate agregando elementos de aleación y/o incrementando la velocidad de enfriamiento. El límite en la velocidad de enfriamiento está determinado por el tamaño de la sección, la conductividad térmica y el medio de enfriamiento.

El mayor contenido de elementos de aleación en grandes secciones contribuye a la microsegregación de dichos elementos. En los primeros volúmenes solidificados de austenita (FTF), en los alrededores de los nódulos, segregación negativa, incluye Si, Ni y Cu. En los últimos volúmenes solidificados de austenita (LTF), en los contornos celulares, segregación positiva; incluye C, Mn y Mo.

Según Hayrynen et al [25] un CCT correcto debería reflejar la segregación de los aleantes dentro de la pieza como resultado de la solidificación. En realidad habría un diagrama CCT para cada combinación de elementos de aleación presente en cada punto dentro de la pieza.

Tomando las concentraciones en los extremos de la FTF y LTF, y utilizando los factores de multiplicación de éstos elementos para aceros, determinaron que el factor para FTF es 10,9 y para LTF es 37,5 por lo tanto se espera que la LTF tenga una templabilidad mucho mayor que la FTF. En consecuencia en relación a la velocidad de enfriamiento y el diagrama CCT, se espera que la velocidad de enfriamiento necesaria para evitar la nariz perlítica sea mayor en la FTF que en la LTF.

Según los estudios de Hayrynen, Fubert y otros [25-26], en las grandes secciones aparecen, en el enfriamiento desde la temperatura de austemperizado, productos de transformación de alta temperatura junto a aquellos formados a la temperatura de austemperizado seleccionada. En estas condiciones, una adecuada descripción de la transformación de la austenita requiere un diagrama de enfriamiento continuo CCT. En ausencia de éste tipo de diagramas, son muy útiles los de transformación isotérmica que encierran un rango de temperaturas de transformación desde las más bajas temperaturas de austemperizado, hasta aquellas de transformación perlítica. Obtuvieron diagramas IT determinados metalográficamente, para grandes secciones aleadas; en ellos se refleja el efecto de la segregación, así como también el de la temperatura de austemperizado.

### 2.3.6- Influencia de la velocidad de enfriamiento sobre la austemperabilidad.

La velocidad de enfriamiento entre la temperatura de austenizado y la de austemperizado, es una de las variables más importante en el estudio de la austemperabilidad. Está determinada por el tamaño de pieza (discutido en el punto anterior) y por la severidad de enfriamiento del medio donde se austemperiza.

Muchos factores actúan sobre la severidad de enfriamiento del baño de sales, temperatura, agregado de agua, agitación, etc. La contaminación del baño puede reducir la severidad de enfriamiento. Cualquier óxido presente en la superficie después de la austenización disminuye también la severidad de enfriamiento del baño de austemperizado por reducción del coeficiente de transferencia de calor superficial. Todo esto reduce el tamaño de sección que puede ser satisfactoriamente austemperizado.

La influencia de tan diversos factores sobre la severidad de los baños de austemperizado no ha sido aún cuantificada [19], por lo tanto es necesario experimentar para determinar la severidad de enfriamiento efectiva para un conjunto de condiciones de tratamiento.

### 2.3.7- Sumario.

- La austemperabilidad es una función de la composición química y de la velocidad de enfriamiento.
- Existen diagramas CCT e IT para distintas composiciones químicas y diferentes temperaturas de austenizado, que reflejan su influencia sobre la cinética de transformación

de austenita.

- La velocidad de enfriamiento es función del tamaño de pieza y del medio de austemperizado.
- La severidad de enfriamiento efectiva de los baños de sales, no está cuantificada y debe experimentarse para cada condición particular de tratamiento.
- Se demostró que pueden utilizarse los datos de templabilidad para predecir austemperabilidad de FE en la producción de ADI. Se puede predecir austemperabilidad por medio de la composición química, y de la temperatura de austenizado conociendo la severidad de enfriamiento del baño.

## 2.4- ESTABILIDAD ESTRUCTURAL DE FUNDICIONES ESFEROIDALES AUSTEMPERIZADAS.

Gutiérrez, Aranzabal, Castro y Urcola [27], estudiaron la estabilidad de la austenita reactivada en FE austenizadas a 900C durante 30 min. y luego austemperizadas a temperaturas de hasta 410C por tiempos desde 5 min. hasta 24 Hs.

Se observaron placas de martensita en todas las muestras, para tiempos cortos e intermedios[28]. Para tiempos excesivamente largos (más de 300 minutos), la austenita se descompone isotérmicamente en ferrita y carburo. La precipitación de carburos  $\epsilon$  se puede considerar como la primer etapa en la descomposición de la austenita residual. Los carburos nuclean en la austenita homogéneamente, siguiendo cierta relación de orientación con la red de austenita. La precipitación es casi homogénea debido a la gran similitud de las dos redes (fcc de austenita y hexagonal de carburos).

La presencia de carburos en austenita crea zonas empobrecidas en carbono y en consecuencia tiende a promover la formación de martensita en el enfriamiento.

Es claro que la cinética de precipitación cambia de un lugar a otro en la matriz, de acuerdo a las diferencias composicionales.

Gutiérrez et al. [27], encontraron evidencia experimental que permite ver que los carburos formados en las placas de martensita son mucho más grandes que los formados en austenita. Esto da la evidencia que el crecimiento de los carburos continua a temperatura ambiente o por autorrevenido, hasta que se completa la descomposición de la martensita en ferrita y carburo. Para que esto ocurra es crítica la etapa de nucleación, la cual queda satisfecha debido a la nucleación homogénea de carburos  $\epsilon$  en austenita antes que se forme martensita.

Bajo estas condiciones, la descomposición completa de la martensita en ferrita y carburo está controlada sólo por el crecimiento de carburos, esto es, por difusión de carbono en la red de martensita, la cual es mucho más rápida que en austenita.

Los autores encontraron que la transformación isotérmica de la austenita se completa a 410C con un tiempo de 1140min. conduciendo a la formación de ferrita más carburos. Un punto importante en el trabajo de Gutiérrez es la presencia simultánea de carburos  $\epsilon$  en la martensita y en la austenita primaria.

Para tiempos prolongados Gutiérrez et al [27], encontraron que los carburos de transición  $\epsilon$  conducen a la formación de carburos más estables o silicocarburos responsables de la descomposición completa de la austenita residual. Consideran que es necesario realizar más trabajos sistemáticos para comprender la secuencia total de la transformación en tratamientos a tiempos largos.

Dubensky y Rundman [29] también trabajaron en la identificación de fases en la descomposición de la estructura ausferrítica. Usaron una FE austemperizada a 400C. Los autores sostienen que la documentación acerca de la presencia de carburos y el tiempo que tardan en crecer es muy escasa debido básicamente al muy pequeño tamaño de las partículas de carburo.

Las técnicas normalmente usadas para ver la presencia de carburos son microscopía electrónica de transmisión y difracción de R-X. Además la producción de muchas partículas de carburo deberían incrementar la dureza de la matriz, por lo cual este ensayo sería un método para determinar la presencia de dicha fase.

La difracción de R-X es una técnica efectiva para identificar fases cuando hay una fracción en volumen suficiente de la fase deseada para dar una intensidad de picos medible[30]. Desafortunadamente la fase carburo, presente en ADI, se encuentra en una pequeña fracción en volumen (menos del 10%), resultando en bajas intensidades de difracción y se hacen aún menores debido al pequeño tamaño de las partículas que contribuye al ensanchamiento del pico. Otro fenómeno perjudicial es la relativa baja simetría de la fase carburo que conduce a un gran número de picos de difracción de baja intensidad. Además algunos de los picos de carburo de los más intensos son enmascarados por picos vecinos relativamente intensos de ferrita y austenita. Todo esto hace que la detección directa de carburos por difracción de R-X resulte sumamente difícil[31]. Sin embargo medidas cuidadosas de la fracción en volumen de austenita y su contenido en carbono dan una estimación indirecta de la presencia de carburos, por ejemplo midiendo la disminución de la intensidad de un pico de austenita

Dubensky y Rundman [29] determinaron que cuando el tiempo de austemperizado supera los 100 minutos la dureza comienza a aumentar simultáneamente con la disminución en la fracción en volumen de la austenita, descomponiéndose en ferrita y carburo. Los autores no pudieron identificar fases precipitada por medio de microscopía óptica. Por difracción de



R-X tampoco pudieron ver picos de carburo, aunque haciendo un balance, determinan que debe haber aproximadamente entre un 8 y un 12% de ésta fase.

Por medio de microscopía electrónica de transmisión, Dubensky [29], encontró que con 300 minutos a 400C la fracción de austenita ha disminuido, observándose carburo  $\epsilon$  (de diámetro comprendido entre 50 y 200 Amstrong) dentro de la ferrita habiendo aumentado la dureza. A los 1375 minutos de mantenimiento no observaron más austenita, comprobando la presencia de carburos Hagg (estructura monoclinica), en la matriz de ferrita, que es otra fase de transición en el avance hacia la más estable (cementita). Los mismos autores trabajaron con tiempos extremadamente largos (38800 minutos) encontrando carburos Hagg preferentemente en los bordes de las placas de ferrita en forma continua. El efecto sobre las propiedades se traduce en una marcada pérdida en la ductilidad atribuido a segundas fases o segregados en bordes de grano e interfases y a la disminución de la fracción en volumen de la austenita. A diferencia de otros autores, ellos no observaron cementita con 38800 minutos a 400C.

Korichi y Priestner [32] realizaron trabajos para investigar la descomposición a alta temperatura de la microestructura austemperizada. Para esto usaron tres estructuras de ADI diferentes; austenizaron a 900C y austemperizaron por 2 horas a 300C, 380C y 440C y estudiaron la estabilidad térmica de este tipo de estructuras por medio de DSC (differential scanning calorimetry) y TEM. Observaron un gran evento exotérmico que comienza a aproximadamente 470C con un pico cerca de los 510C en las muestras austemperizadas a 300C y 380C; este evento es característico de la descomposición de austenita retenida en ferrita y carburo. En la muestra austemperizada a 300C, el evento exotérmico, fue precedido por un evento algo difuso a aproximadamente 360C, probablemente debido a la transformación de carburos  $\epsilon$ , presentes en la bainita inferior, en cementita. Este fenómeno no se observó en las muestras austemperizadas a 380C y 440C debido a la ausencia en ellas de bainita inferior. En la muestra austemperizada a 380C, la descomposición de la austenita retenida se desplazó a temperaturas algo mayores que 520C, indicando su mayor estabilidad.

El gran evento exotérmico no ocurre en las muestras austemperizadas a 440C debido a que la austenita ya fue transformada por un tiempo de austemperizado excesivamente largo para esa temperatura.

Los mismos autores analizaron qué sucedía en las microestructuras de las respectivas

muestras cuando se las sometía a un recocido a 570C durante dos horas. Las metalografías, los análisis de difracción de R-X y el DSC muestran que como resultado del mantenimiento a esa temperatura en todas las microestructuras de austemperizado se produce una dispersión de cementita dentro de la ferrita. Sin embargo en los tres austemperizados, las dispersiones de la fase cementita son bastantes diferentes.

La cementita puede generarse a partir de cuatro fuentes: la bainita de la primer etapa de la transformación isotérmica, martensita de alto carbono, austenita retenida de alto carbono y segunda etapa de la transformación bainítica. El revenido de la muestra austemperizada a 300C resulta en una fina y uniforme distribución de partículas y pequeñas áreas con menor densidad de partículas originada a partir de austenita retenida en el austemperizado. La distribución original de carburos  $\epsilon$  transformada a cementita, se engrosan con el tiempo a 570C.

En las muestras austemperizadas a 380C aparece cementita originada sólo a partir de la austenita retenida. Aparece como films gruesos en los bordes de grano austenítico y en las interfases entre austenita y ferrita bainítica, también aparece como finos precipitados en el interior de los granos. En todos los casos la cementita presente es más gruesa que la de las muestras austemperizadas a 300C y luego sometidas a 570C.

En la muestra austemperizada a 440C, la cual ya estaba degradada, con carburos ricos en silicio, sufre la transformación de estos carburos a cementita con un marcado engrosamiento y tamaño uniforme de partículas.

En cuanto a las propiedades mecánicas, los autores determinaron que las muestras austemperizadas a 300C sufren una gran reducción en la resistencia a la rotura. La ductilidad se incrementa levemente. En la muestra austemperizada a 440C se nota un ligero aumento de su resistencia con efectos despreciables sobre la ductilidad. En la muestra austemperizada a 380C la caída en la ductilidad es la más marcada .

#### 2.4.1- Sumario.

- Son escasos los reportes a cerca de la velocidad del daño microestructural y su acumulación en ADI y muy poco ha sido hecho sobre la descomposición de la ausferrita durante un recalentamiento. Existen muy pocos trabajos sobre envejecimiento de estructuras de ADI.
- Todos los trabajos analizados en la presente revisión utilizan estructuras ausferríticas

correspondientes a temperaturas superiores a los 300C, sin embargo, es más factible el riesgo de recalentamientos, posteriores al austemperizado, en aquellas aplicaciones sometidas a condiciones de desgaste severo, siendo las estructuras ausferríticas de temperaturas más bajas (240C a 280C) las que mejor se adaptan a estas condiciones de servicio.

- En todos los estudios analizados se utilizaron sólo tres temperaturas de mantenimientos o calentamientos posteriores, 400C, 410C y 570C.

- Se identifican claramente algunos de los carburos presentes en la degradación de la austenita reactivada y de la martensita.

- No se hace un análisis sistemático de la variación en las propiedades mecánicas producida por mantenimientos a distintas temperaturas, en función del tiempo de permanencia.

- No se explica claramente las diferencias observadas en la degradación de estructuras ausferríticas producida por tiempos prolongados de austemperizado y aquellas sufridas por recalentamientos posteriores.

## 2.5- MOLDEO PERMANENTE .

### 2.5.1- Introduccion.

El moldeo permanente es un proceso de colada para producción en masa [33], que usado para la producción de piezas adecuadamente seleccionadas, con diseños correctos de colada, se vuelve ventajoso en costos, calidad, reducción en el consumo de energía y contaminación ambiental.

Junto a la mejor terminación superficial y tolerancia dimensional, existen varias ventajas en la producción con moldes permanentes. El descarte luego del mecanizado es despreciable debido a que los defectos en piezas coladas en moldes permanentes tienden a ser externos y por lo tanto detectables en la inspección visual. El tiempo de mecanizado es menor por la capacidad del proceso para obtener dimensiones de colada muy próximas a las finales.

Otras ventajas sobre la colada en arena incluyen: reducción en el tiempo de producción, reducción en los costos de terminación, eliminación del manejo de arenas, mejora en la estabilidad dimensional.

Algunas limitaciones del proceso incluyen: dificultad en el diseño de las coladas, enfriamiento de moldes, vida de moldes. Uno de los problemas más significativos es asegurar la reproducibilidad de las microestructuras y propiedades mecánicas[34].

Los efectos térmicos del metal líquido fluyendo en el molde, son los factores más importantes en la determinación de la vida del molde. Los moldes permanentes operan en general a temperaturas entre 200C y 320C y requieren una transferencia uniforme del calor. La fundición gris con grafito tipo A está reconocida como un material para moldes que combina buena conductibilidad térmica con aceptable resistencia a la fatiga térmica[35].

### 2.5.2- Recubrimientos de moldes permanentes. [36]

Los recubrimientos (coating) se aplican en moldes permanentes, en la superficie interior para colar aleaciones ferrosas y no ferrosas, actuando en todos los casos como barrera entre el metal del molde y el metal colado, dando los siguientes beneficios:

- Prevenir que el metal fundido solidifique prematuramente, el recubrimiento actúa como aislante.
- Controlar la velocidad y dirección de solidificación de la colada y por lo tanto su estructura.

Esto se logra variando el espesor de la capa aislante. Permite una colada sana.

- Minimizar el choque térmico del material del molde. Los revestimientos reducen el gradiente de temperatura en la interfaz metal-molde durante los primeros segundos de colada.
- Prevenir la disolución del molde con el metal fundido debido a que el metal en estado fundido tiene alta afinidad con los demás metales.
- Ventear aire atrapado en la cavidad del molde; el molde permanente no tiene permeabilidad, en cambio la textura del revestimiento actúa como delgados canales para evacuar aire atrapado entre la colada y el molde.
- Lubricar el molde.

#### 2.5.2.1- Constituyentes del recubrimiento.

Los materiales utilizados como recubrimientos se dividen en dos grupos: aislantes y lubricantes, algunos revestimientos cumplen ambas funciones.

En cualquier revestimiento, existen cuatro características que determinan su uso, método de aplicación y curado, estas incluyen: relleno (fillers), líquido de transporte, agente de suspensión, ligante.

##### **Relleno:**

Determina la eficiencia del recubrimiento, previniendo la erosión y la reacción entre el metal y el molde. Debe tener el tamaño de partícula correcto y no reaccionar con el metal. No deben seleccionarse rellenos de tamaño de partícula muy pequeño ya que se incrementa el riesgo de fisuración del recubrimiento y la cantidad de recubrimiento requerido.

##### **Tipos de Relleno:**

###### **Base coke:**

Se usan fundamentalmente para coladas de fundición gris y nodular. Ventajas: alto punto de fusión, baja reactividad, baja mojabilidad con la mayoría de los metales. Desventajas: alta porosidad, baja capacidad de secado

###### **Base grafito:**

Es altamente refractario y no moja a la mayoría de los metales. Su alta conductividad térmica y absorción de calor por radiación lo hacen poco usado para colar piezas de dimensiones considerables.

###### **Base Zirconio:**

Junto con el grafito y el talco es el mejor revestimiento refractario. Se usa junto o combinado con otros refractarios para colar cobre, fundición gris y nodular.

**Mica:**

Es silicato de aluminio hidratado. Cuando se calienta libera el agua y cambia su estructura. Se usa exclusivamente para colar aleaciones de cobre como recubrimiento aislante.

**Talco:**

El talco es un compuesto de silicato de magnesio hidratado. Se utiliza como recubrimiento refractario para fundición gris o nodular y para no ferrosos. Mejora la capacidad del metal para fluir sobre el revestimiento. Las propiedades aislantes del talco son útiles para controlar la velocidad de solidificación del metal colado

**Magnesio calcinado:**

Debido al alto punto de fusión es útil para colar fundición

**Silicato de aluminio:**

Alto punto de fusión; adecuado para colar cobre y hierro fundido.

**Chamotte:**

Adecuado como material refractario para colar fundición gris. Comúnmente no se usa el chamotte puro.

**Líquido de transporte:**

El líquido de transporte más importante es el agua, debido a su no toxicidad, bajo precio y al fácil control de sus propiedades reológicas.

Para revestimientos que deben ser secados al aire o a la llama se usa alcohol.

**Agente de suspensión:**

Previene la sedimentación del material refractario, pero incrementa el riesgo de fisuración del recubrimiento. A menudo se usa bentonita y arcillas como agentes suspensores en sistemas acuosos. Conduce a un buen comportamiento tixotrópico y actúa como ligante a alta temperatura. Una desventaja es el largo tiempo necesario para estabilizar los recubrimientos que contienen bentonita.

**Ligantes:**

A temperatura ambiente y en sistemas acuosos se usa dextrina o ácido carbónico no saturado. Todos los ligantes que trabajan a temperatura ambiente maximizan su resistencia de unión a alta temperatura.

Bentonitas, arcillas, silicato de sodio y fosfatos, sirven como ligantes a alta temperatura en sistemas acuosos.

Las resinas sintéticas solubles en alcohol, tales como novalacs, acetonas, junto con resinas naturales y plásticos solubles en alcohol sirven como ligantes en sistemas con alcohol.

#### 2.5.2.2- Procedimiento para el recubrimiento

Para prolongar la vida del molde el recubrimiento debe ser no corrosivo, debe adherirse bien al molde y ser fácilmente removido. Esencialmente debe evitar el contacto directo entre el material del molde y el material que se está colando.

Si se necesita un aislante térmico par evitar la solidificación prematura, pueden usarse arcillas, óxidos metálicos, steatita, mica o talco. El grafito se agrega para acelerar la velocidad de enfriamiento de la colada. Como lubricantes para facilitar el desmoldeo puede utilizarse talco, mica o grafito.

A veces es necesario utilizar varios recubrimientos diferentes en distintas partes del molde.

La superficie del molde debe estar limpia y libre de aceite o grasa. Si el recubrimiento se aplica por spray el molde debe estar lo suficientemente caliente (200C) para evaporar el agua inmediatamente.

Para mejorar la adhesión del revestimiento a la superficie del molde, se debe aplicar un primer revestimiento bien diluido. Una alternativa aceptable es una dilución 20 a 1.

Los revestimientos con materiales lubricantes no pueden usarse como base.

Los recubrimientos pueden aplicarse con pincel, por inmersión, por medio de esponja o spray. Deben ser suficientemente gruesos para tapar las imperfecciones menores. El proceso de secado es crítico. En general se prefieren superficies rugosas en áreas grandes y planas del molde para permitir escapar el aire atrapado.

#### 2.5.3- Materiales para moldes permanentes.

El material más difundido para ser utilizado en moldes permanentes es fundición gris con alto carbono equivalente, sin embargo la información en la literatura referida a la comparación de diferentes grados de fundiciones para moldes permanentes es muy escasa y no es claro cuándo la elección de una fundición gris convencional de alto carbono equivalente

está basada en razones técnicas o en principios conservacionistas a partir de resultados satisfactorios.

El modo de falla más usual de un molde de fundición es la fisuración por fatiga térmica. Las fisuras se desarrollan en la superficies de la cavidad del molde hasta inutilizarlo.

Davis, et al. [37] determinaron que el material de mejor performance para moldes permanentes es la fundición gris perlítica, de alto carbono equivalente, para producir un aumento en la fracción en volumen de láminas de grafito y un mejoramiento de la conductividad térmica. Debe usarse inoculación para refinar las láminas de grafito.

Davis sostiene que el agregado de aleantes como por ejemplo 0,5% de Mo , Ni o Cr se pueden usar para refinar la estructura de grafito y aumentar la resistencia en caliente. Sin embargo el agregado de grandes cantidades reduce la conductividad térmica reduciendo la resistencia a la fisuración.

La estructura debe ser totalmente perlítica para lo cual el contenido de Mn debe ser de aproximadamente 0,8% y entre 1,0 y 1,2% de Cu. El Cu no sólo asegura una matriz perlítica, sino que también reduce la ferritización de la perlita en el material próximo a la superficie en la cavidad del molde.

#### 2.5.4- Sumario.

- Existen referencias bibliográficas abundantes referidas a moldeo permanente, en cuanto a materiales de moldes, recubrimientos, temperaturas de precalentamiento de moldes, etc. aplicadas, en su mayoría, a aleaciones no ferrosas. Las citas referidas a moldeo permanente de fundiciones esferoidales son prácticamente inexistentes.



## 2.6- DESMOLDEO EN CALIENTE.

Se denomina desmoldeo en caliente, al proceso por el cual se produce la extracción de la pieza colada, de su molde, con anterioridad a que su temperatura descienda por debajo de un cierto valor.

Un tratamiento térmico convencional consiste en un recalentamiento a alta temperatura, mantenimiento a esta temperatura durante un tiempo variable, y un posterior enfriamiento, siguiendo un ciclo más o menos complejos de acuerdo al tipo de estructura deseada. Es obvio que suprimiendo la etapa de recalentamiento se conduce a un significativo ahorro de energía. La posibilidad de desmoldeo en caliente es una ventaja que presentan los productos colados sobre aquellos laminados o forjados.

Las referencias bibliográficas sobre éste tema son escasas.

Schissler et al.[38] realizaron estudios comparativos de probetas obtenidas por desmoldeo en caliente posterior a la solidificación, con etapa de homogeneización a 1000C y sin ella y probetas obtenidas por técnicas de colada convencionales. Sus estudios muestran claramente la influencia de la heterogeneidad de la composición química dentro de la célula de solidificación, sobre los resultados obtenidos en los tratamientos térmicos. Verificaron que la fundición obtenida por desmoldeo en caliente y homogeneizada a 1000C presentaba mayor templabilidad que la obtenida con técnicas convencionales. Sus propiedades mecánicas fueron semejantes a las de las muestras tratadas con recalentamiento, y superiores a las de las muestras austemperizadas directamente pero sin etapa de homogeneización.

La fundición obtenida por desmoldeo en caliente presentó mayores niveles de segregación tanto en el borde de célula como en su interior.

### 2.6.1- Sumario.

- La muy escasa bibliografía disponible sugiere que la obtención de ADI por desmoldeo en caliente es factible, sin embargo, no se hacen referencias con respecto a geometrías de piezas, tamaños, aleaciones, temperaturas de colada, cinéticas de austemperizado, etc.

### CAPITULO III.

#### OBJETIVOS GENERAL Y PARTICULARES DE LA TESIS.

El presente trabajo de tesis tiene como tema central el estudio de las transformaciones metalúrgicas en fundiciones esferoidales, en el rango de temperaturas de austemperizado. Estas transformaciones son diferentes a las estudiadas en aceros y su esclarecimiento es de relevancia para la aplicación industrial del material.

El ciclo de tratamiento térmico clásico para la obtención de ADI, consiste en una austenización a temperaturas alrededor de los 900C, seguido de un enfriamiento rápido en baño de sales a temperaturas entre 200C y 400C con mantenimiento a esta temperatura por tiempos de hasta 120 minutos. Este ciclo puede representarse en un esquema temperatura - tiempo - transformación (Figura 3.1).

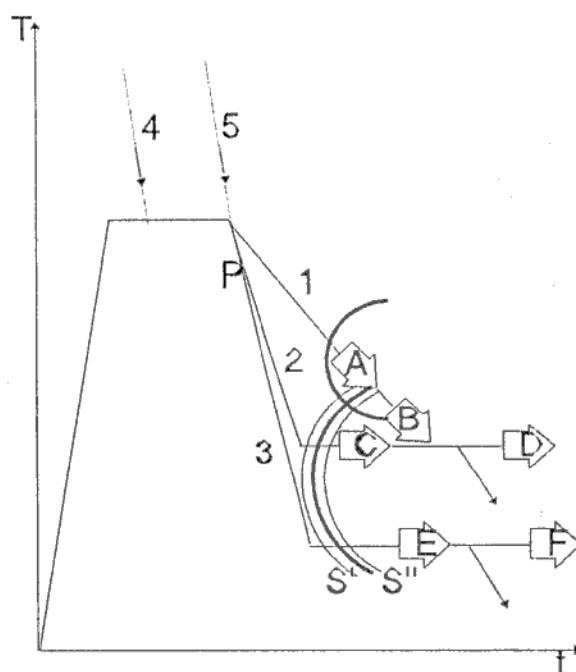


Figura 3.1: Esquema temperatura - tiempo - transformación

Conocer los procesos básicos involucrados en cada parte del ciclo térmico de ADI y sus fundamentos termodinámicos y cinéticos, es fundamental para abordar el estudio de

las transformaciones metalúrgicas producidas en ciclos térmicos particulares vinculados directamente con el tratamiento de austemperizado.

En la **Figura 3.1** pueden observarse posibles variaciones en las curvas de enfriamiento pos-austenización representadas por distintas pendientes (P). Es posible obtener enfriamientos como el (1), en el cual se producen transformaciones a temperaturas superiores a las de austemperizado (A) y a la temperatura de austemperizado (B). Los cambios en las velocidades de enfriamiento, pueden producirse por variaciones en el tamaño de pieza, o por modificación de la extracción calórica del baño de sales, además los distintos puntos del volumen de una pieza poseen diferentes velocidades de enfriamiento. El estudio de este tema se encuentra en el capítulo V de esta tesis.

Las transformaciones en el rango de las altas temperaturas de austemperizado (C) se encuentran ampliamente desarrolladas en la literatura. Sin embargo, las transformaciones a bajas temperaturas de austemperizado (E) presentan reacciones sustancialmente diferentes y la bibliografía en este tema es escasa. En el capítulo VI se estudian los cambios microestructurales y la cinética de las transformaciones a bajas temperaturas (E), evaluándose también las propiedades mecánicas obtenibles. Este estudio se considera de suma importancia en aquellas aplicaciones de ADI que requieren elevada resistencia al desgaste.

El tiempo de mantenimiento isotérmico es una variable importante dentro del ciclo térmico de ADI; existe material abundante referido a este tema y su relación con la composición química y la temperatura de austemperizado. Si se supera el tiempo de austemperizado óptimo, la estructura típica de ADI se degrada en detrimento de sus propiedades mecánicas, produciéndose lo que se conoce como etapa II de la transformación ya sea para altas o bajas temperaturas de austemperizado (D o F respectivamente); este aspecto de la transformación no está clarificado en la literatura. En el capítulo VII se desarrolla el estudio de la estabilidad estructural del ADI comparando el efecto de los mantenimientos posteriores a temperatura con la etapa II de la transformación. Este estudio se fundamentó en aspectos termocinéticos de la metalurgia del ADI y se acompañó con la evaluación de las propiedades mecánicas de las estructuras de ADI expuestas a temperatura. El estudio de la estabilidad estructural se considera de suma importancia tecnológica en aquellas aplicaciones de piezas de ADI que van a usarse a elevada temperatura o que accidentalmente pueden sufrir calentamientos superiores a los 300C.

La estructura ausferrítica podría nuclearse en austenita no recristalizada, es decir, austenita no regenerada por calentamiento como sucede en los ciclos convencionales. Los

ciclos térmicos (4) y (5) en la Figura 3.1 permiten obtener este tipo de transformación. En ellos la etapa de mantenimiento isotérmico se debe efectuar directamente durante el enfriamiento pos-solidificación, siendo necesario realizar el desmoldeo en caliente. De esta forma podría obtenerse una alternativa en la producción de Fundiciones Esferoidales Austemperizadas que elimina los costos de energía y procesamiento involucrados en el calentamiento hasta temperatura de austenización.

Las curvas  $S'$  y  $S''$  en la Figura 3.1 esquematizan las posibles variaciones en la cinética de transformación de la austenita no recristalizada.

El estudio de la producción de ADI a partir de austenita no recristalizada realizando desmoldeo en caliente se incluye en el capítulo VIII.

El análisis y la comprensión de las transformaciones descritas, en fundiciones esferoidales austemperizadas, en el rango de las temperaturas de austemperizado, constituyen el objetivo general de esta tesis.

Los objetivos particulares atienden los aspectos menos desarrollados de la metalurgia del ADI tales como:

- Estudio de los cambios en la microestructura y propiedades mecánicas de ADI al variar las velocidades de enfriamiento pos-austenización.
  - Evaluación de la extracción calórica de baños de sales
  - Estudio de estructuras parcialmente austemperizadas
- Estudio de la cinética y de las propiedades mecánicas de la fundiciones esferoidales austemperizadas a bajas temperaturas.
- Estudio de la estabilidad estructural del ADI
- Desarrollo de fundiciones esferoidales austemperizadas a partir de austenita no recristalizada, desmoldeo en caliente.



## CAPITULO IV

### INSTRUMENTAL.

#### 4.1- DISEÑO Y CONSTRUCCION DE UN HORNO DE SALES FUNDIDAS PARA EL TRATAMIENTO ISOTERMICO DE FUNDICIONES ESFEROIDALES.

La ejecución de los tratamientos térmicos necesarios para el estudio de piezas de fundiciones de grafito esferoidal austemperizada, hizo necesario el diseño y construcción de un horno de sales fundidas cuya temperatura fuese controlada con precisión, en el rango de las temperaturas de austemperizados (200C - 400C).

Las dimensiones del crisol del horno son 100x45x60 cm, suficientes para contener 450kg de sales.

Se utilizó una mezcla de sales de 56% de nitrato de potasio y 44% de nitrito de sodio, que presenta una temperatura de fusión de 147C, siendo su rango de utilización entre 160C y 500C, la densidad de 1,76 gr/cm<sup>3</sup> a 425C. Estas sales son higroscópicas y solubles en agua.

El calentamiento de las sales se realiza por medio de resistencias eléctricas blindadas con acero inoxidable, dispuestas en el fondo del crisol. Esta disposición permite un máximo aprovechamiento de energía, con mínima inercia térmica. Las resistencias eléctricas, compuestas por seis unidades calefactoras, disipan 12Kw, y están protegidas por un enrejado metálico.

La capacidad de tratamiento, suponiendo una temperatura de la sal de 360C y una temperatura de austenización de 900C, es de 25Kg de piezas en tratamientos contínuos. Si el tratamiento no fuese continuo, es decir si tuviésemos sólo cargas unitarias, le podemos imponer al baño isotérmico un subenfriamiento respecto a la temperatura de trabajo de, por ejemplo, 40C, con lo cual pueden tratarse hasta 56Kg. de piezas unitarias.

El tiempo necesario para llevar la temperatura de la sal desde temperatura ambiente, hasta 300C es de aproximadamente cinco horas y para aumentar la temperatura desde 200C hasta 300C se requieren dos horas.

La temperatura del baño de sales fundidas se controla a través de un tablero, verificando, en funcionamiento continuo, oscilaciones de menos de 2C alrededor de la

temperatura deseada. La temperatura se registra por medio de dos termocuplas tipo K, ubicadas en los extremos del crisol.

El sistema eléctrico posee llaves termomagnéticas y disyuntores diferenciales, de modo de prevenir posibles accidentes por la electrificación del baño, en el caso de producirse la rotura de la aislación de alguna resistencia.

Hasta el momento el horno de sales lleva un tiempo de funcionamiento de aproximadamente 900 días, habiéndose realizado durante este tiempo sólo tareas de mantenimiento corrientes para éste tipo de equipos. Se austemperizaron más de 5000Kg. de piezas prototipo de geometrías y tamaños diversos.

#### 4.2- DISEÑO Y CONSTRUCCION DE UN HORNO TIPO MUFLA.

Debido a la necesidad de utilizar un horno para el austenizado de piezas y probetas que posea capacidad compatible a la del baño de sales, empleado para el austemperizado, se realizó el diseño y la construcción de un horno tipo mufla con los siguientes detalles constructivos:

Temperatura máxima: 1150C

Potencia: 12 Kw

Elementos calefactores: fabricados con alambre Kanthal A1 de 1,5mm de diámetro, espiralados y alojados en acanaladuras hechas en las paredes laterales y piso.

Medidas interiores: 500mmX500mmX1000mm

Medidas exteriores: 800mmX800mmX1350mm

Aislación térmica: fibra cerámica. El piso está revestido con ladrillos aislantes refractarios acanalados y protegidos con placas de carburo de silicio

Armazón de chapa de acero plegada de 1/8" de espesor

Base de hierro ángulo de 1 1/4" X 3/16"

Panel de mandos independiente con controlador de temperatura digital tipo PID y alarma de sobretemperatura.

El equipamiento diseñado y construido, es de gran utilidad, no sólo para los trabajos desarrollados dentro del marco de esta tesis, sino también para todas las tareas contempladas en las demás líneas de investigación de la División Metalurgia de INTEMA

## CAPITULO V

### ENFRIAMIENTO DESDE LA TEMPERATURA DE AUSTENIZACION.

#### EFFECTO DE VARIABLES DE TRATAMIENTO TERMICO.

##### 5.1- INTRODUCCION.

En la producción de ADI es imprescindible conocer cuando una pieza posee austemperabilidad adecuada, entendiéndose por austemperabilidad a la "capacidad de la fundición para ser enfriada hasta la temperatura de austemperizado sin que se produzcan transformaciones anteriores de la austenita, formándose una microestructura uniforme de ausferrita de elevada tenacidad".[22]

Las variables que afectan la austemperabilidad, pueden dividirse en dos clases, las inherentes al material y las inherentes al proceso de tratamiento térmico.

Dentro de las variables inherentes al material podemos citar la composición química, el tamaño de célula y el conteo nodular. El estudio de la influencia que estos factores ejercen sobre el diámetro máximo de austemperizado se encuentra desarrollado en la literatura y son analizados en el capítulo II.

Entre las variables involucradas en el procesamiento podemos enunciar:

- Contenido de carbono de la austenita, determinado por la temperatura de austenizado
- Temperatura de austemperizado
- Tamaño de pieza
- Medio de enfriamiento.

De estos factores, sólo se encuentran discutidos en la literatura, el efecto del contenido de carbono de la austenita y en forma menos detallada, el efecto del tamaño de pieza.

La extracción calórica, variable poco estudiada, es una característica del medio donde se austemperiza; depende del tipo de baño isotérmico, y en el caso particular de las sales fundidas, del tenor de agua disuelto, el grado de agitación y la temperatura de

austemperizado.

La influencia de tan diversos factores hace que resulte sumamente complicado definir una aleación, y un procesamiento adecuados para una pieza de ADI determinada. Por lo tanto se propone como objetivo de este capítulo, estudiar el efecto de la velocidad de enfriamiento sobre la transformación de la austenita en torno a las temperaturas de austemperizado. Para lograr este objetivo se realizará un modelo matemático basado en medidas experimentales de la extracción calórica del baño de sales, utilizado para realizar el tratamiento térmico de austemperizado. Se estimará la influencia del tamaño de pieza sobre la austemperabilidad, y de la temperatura de austenizado sobre la velocidad de enfriamiento. Se procurará establecer un límite práctico de la máxima sección de pieza, capaz de ser totalmente austemperizado para una dada aleación y se caracterizarán las estructuras obtenidas en el caso que la austemperabilidad sea insuficiente para la geometría, composición química y condiciones de tratamiento térmico empleadas.

## 5.2- EXTRACCION CALORICA DE BAÑOS DE SALES.

Uno de los factores que modifican la velocidad de enfriamiento, es la extracción calórica del baño de sales. Debido a que la información en la literatura sobre este tema es escasa [39,40] se procedió a caracterizar la extracción calórica de un baño de sales de nitrito de sodio y nitrato de potasio

### 5.2.1- Metodología experimental.

Se realizaron mediciones directas de enfriamientos sobre esferas de fundición esferoidal de distintos diámetros, registrando la temperatura por medio de una termocupla colocada en el centro. Las esferas fueron austenizadas a 890°C y enfriadas en baño de sales a temperaturas de 230, 320 y 370°C. En todas las experiencias, salvo indicación en contrario, se deshidrataron las sales fundidas, llevándolas a temperaturas aproximadamente 100°C por encima de las de trabajo durante dos horas, agitando periódicamente. Adicionalmente se evaluó la influencia de la hidratación de la sal sobre la extracción calórica.

En base a las curvas de enfriamiento medidas, se calculó el coeficiente de transferencia de calor entre la superficie de la muestra y la sal fundida. Para esto se resolvió el problema transitorio de transmisión de calor en una esfera en forma numérica [ANEXO II], y se



ensayaron ajustes del coeficiente  $h$ , suponiendo una variación del mismo de la forma:

$$h = a + b T_s^c \quad (5.1)$$

Donde  $a$ ,  $b$  y  $c$  son constantes y  $T_s$  es la temperatura de la superficie de la esfera. Los cálculos tienen en cuenta la dependencia de los valores de las propiedades termofísicas con la temperatura[40]. El calor de transformación de la austenita no ha sido tenido en cuenta.

### 5.2.2- Resultados y discusión

La Figura 5.1 muestra las curvas de enfriamiento del centro de una esfera de 69mm de diámetro tratada en sales a distintas temperaturas. Puede observarse el aumento de la severidad de enfriamiento a medida que disminuye la temperatura de la sal, en particular por debajo de los 600°C. En la Figura 5.2 se comparan las curvas de enfriamiento medidas en el centro de una esfera de 78mm de diámetro, austemperizada en sales a 370C, deshidratadas y sin deshidratar.

Empleando el programa de cálculo, se identificaron los valores de  $a$ ,  $b$  y  $c$  de la ecuación (5.1) que conducen a un mejor ajuste de las curvas de enfriamiento medidas. Los valores de las constantes se listan en la Tabla V.I. Los valores del coeficiente de transferencia de calor obtenidos por éste método difieren del coeficiente que presenta Shi et al [22], en su trabajo, discutido en el capítulo II. Shi utiliza un valor de severidad de enfriamiento constante con la temperatura, y no especifica las condiciones de la sal de austemperizado.

Las Figuras 5.3 y 5.4 muestran el buen ajuste logrado entre los valores medidos y los calculados, para dos diámetros distintos de esfera.

Los valores del coeficiente  $b$ , indicados en la Tabla V.I, muestran la marcada influencia de la cantidad de agua presente en el baño de sales sobre el coeficiente de extracción de calor, y consecuentemente sobre el enfriamiento de las piezas.

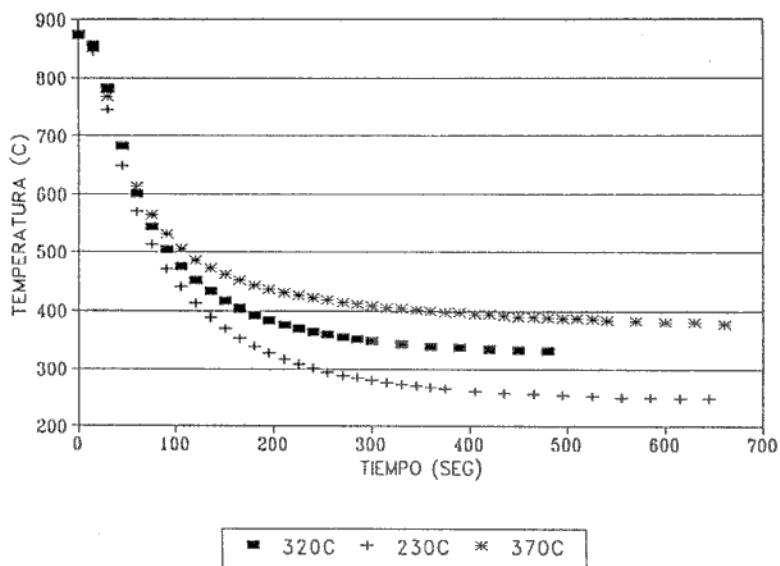


Figura 5.1: Curvas de enfriamiento de una esfera de 60mm para diferentes temperaturas del baño de sales.

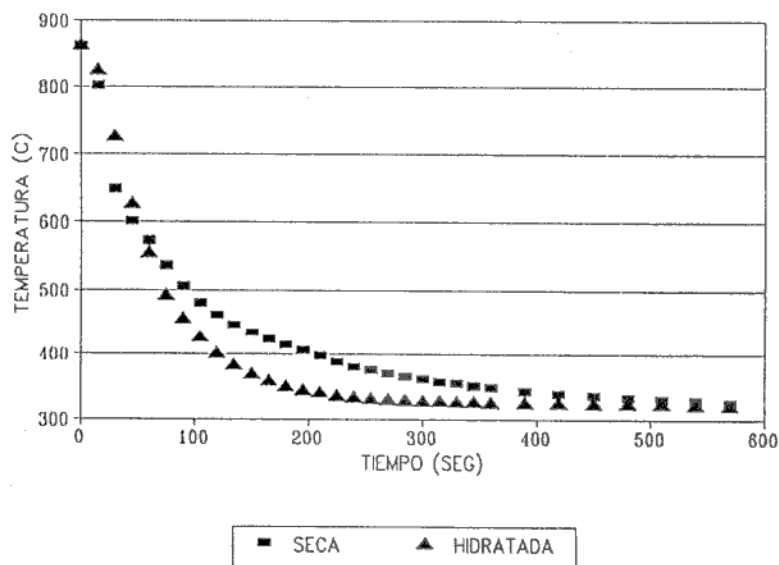


Figura 5.2: Curvas de enfriamiento del centro de una esfera de 78mm para sales hidratadas y deshidratadas.

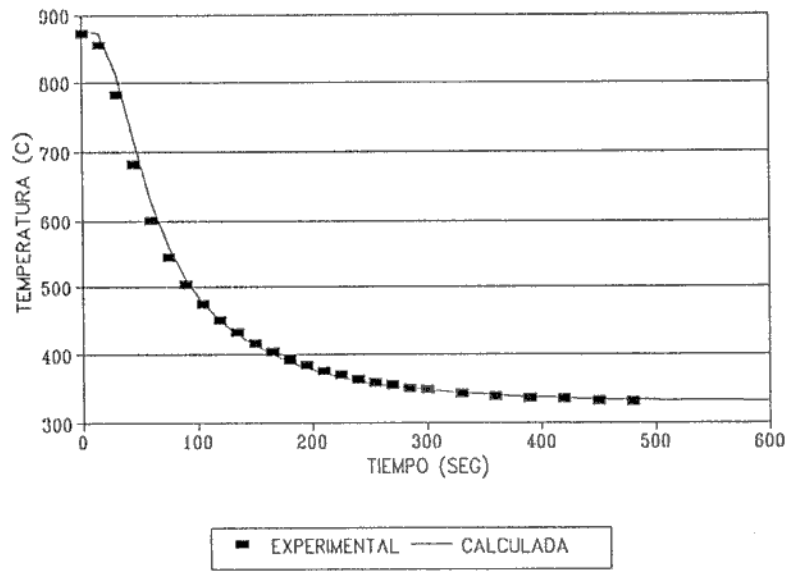


Figura 5.3: Enfriamiento medido y calculado para una esfera de 69mm en sal deshidratada a 320C.

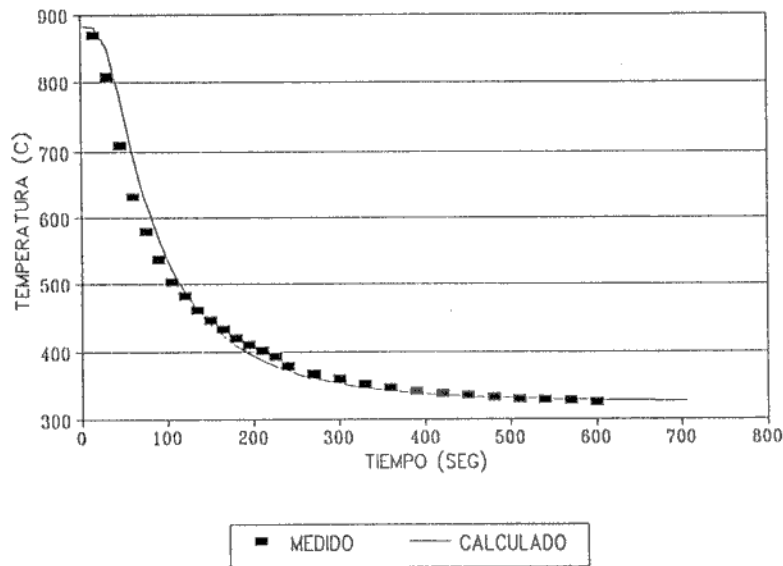


Figura 5.4: Enfriamientos medido y calculado para una esfera de 78mm en sal deshidratada a 320C.

Tabla V.I: Valores de las constantes

Condición de la sal	Valor a	Valor b	Valor c
Deshidratada	170	$2 \times 10^{-4}$	2,5
Hidratada	170	$4 \times 10^{-4}$	2,5

### 5.3- DIAMETRO MAXIMO AUSTEMPERIZABLE

Empleando el programa de cálculo del enfriamiento de la esfera, es posible apreciar detalladamente el efecto práctico del tratamiento térmico, sobre el diámetro máximo austemperizable. Para esto se emplearon diagramas de transformación isotérmica de FE determinados por Moore et al. [41], analizados en el capítulo II de este trabajo, que reportan la posición del extremo de la nariz perlítica para dos fundiciones, una aleada y otra no aleada, y dos temperaturas de austenizado. Se considera que una muestra austemperiza en forma completa cuando la curva de enfriamiento salva la nariz perlítica, ubicada, para el caso de la fundición no aleada a 625C y a 3,5 segundos del instante en que la temperatura pasa por debajo de la temperatura de austenización completa (818C) [42], y a 475C y 33 segundos para el caso de la FE aleada. Empleando estos valores se determinaron (Tabla V-II) diámetros máximos de austemperizado para FE aleada y sin alea, para distintas condiciones del baño de sales y diámetros para los cuales se obtienen estructuras parcialmente austemperizadas en toda la sección.

Como valores de referencia se listan los diámetros máximos ideales de austemperizado, tomando valores extremos de velocidad de enfriamiento, es decir, considerando que la superficie de la esfera instantáneamente toma la temperatura del baño de sales.

#### 5.3.1- Influencia de la hidratación de la sal sobre el diámetro máximo.

Es posible apreciar, en la Tabla V-II, que austemperizando una esfera de FE aleada a 300C, luego de austenizada a 871°C, el diámetro máximo que puede austemperizarse hasta el centro en un baño de sales deshidratadas es de 54mm, mientras que si se emplea un baño hidratado aumenta a 68mm. Si la FE es no aleada los diámetros disminuyen a 20mm y 16mm respectivamente.

### 5.3.2- Influencia de $T_a$ y $T_\gamma$ sobre el diámetro máximo.

Otra observación interesante en la Tabla V-II es que, en el caso de la fundición esferoidal no aleada, para sales deshidratadas a  $300^\circ\text{C}$ , una esfera de 16mm austemperiza hasta el centro, mientras que al aumentar el diámetro a 20mm no se verifica austemperizado completo en ningún punto de la misma. La influencia de la temperatura de austemperizado sobre el diámetro máximo que austemperiza en forma completa es marcada. Se calculó que, para una FE aleada austenizada a  $871^\circ\text{C}$ , es posible austemperizar completamente una esfera de hasta 54mm en un baño de sales a  $300^\circ\text{C}$ , mientras que si la temperatura de la sal se lleva a  $400^\circ\text{C}$ , el diámetro crítico disminuye a 36mm. Es posible también observar la magnitud de la influencia de la temperatura de austenizado; la FE aleada que austenizada a  $871^\circ\text{C}$  arroja un diámetro crítico de 54mm, ve al mismo aumentado a 105mm cuando se la austeniza a  $927^\circ\text{C}$ .

### 5.4- FUNDICIONES ESFEROIDALES PARCIALMENTE AUSTEMPERIZADAS.

Es sabido que destacadas propiedades mecánicas que puede alcanzar una fundición esferoidal austemperizada, se ven disminuidas cuando a la FE se le agregan elementos de aleación [17]. Desafortunadamente la falta de elementos de aleación limita la austemperabilidad. El primer efecto esperable como consecuencia de una falta de austemperabilidad es la aparición de fases a temperaturas de transformación superiores a la de austemperizado. Este aspecto no ha sido suficientemente estudiado en la literatura y presenta mucho interés por cuanto debe definirse la morfología de las fases precipitadas, con el fin de posibilitar la identificación metalográfica de dichos fenómenos. Adicionalmente, es necesario realizar la caracterización de las propiedades mecánicas resultantes en las estructuras mixtas para decidir la aceptación o no de ciertas piezas con tratamientos no satisfactorios en algún sector o en su totalidad.

Cuando se desea utilizar ADI en la construcción de piezas de considerable espesor, en general mayor a 1", se requiere utilizar elementos de aleación para garantizar que la transformación isotérmica se realice en toda la pieza. Sin embargo el uso de aleantes es costoso y está acompañado por una importante microsegregación de dichos elementos, que no puede ser prácticamente eliminada por tratamiento térmico.

Tabla V-II: Diámetros máximos de austemperizados calculados

CONDICIONES				DIAMETROS DE AUSTEMPERIZADO ( $\Phi_{max}$ )	
TIPO DE SAL	TIPO DE FE	T $\gamma$ (°C)	Ta (°C)	TOTAL (mm)	PARCIAL (mm)
HIDRATAD A	ALEADA	871	300	68	120
HIDRATAD A	NO ALEADA	871	300	20	40
SECA	NO ALEADA	871	300	16	20
			350	15	19
			400	13	15
SECA	ALEADA	871	300	54	100
			350	46	90
			400	36	40
SECA	ALEADA	927	300	105	----
SEVERID. $\infty$	ALEADA	871	300	76	----
SEVERID. $\infty$	NO ALEADA	871	300	31	----



En algunos casos, sería posible considerar el uso de piezas en las cuales no toda la sección esté totalmente austemperizada. La sección de una pieza podría estar totalmente austemperizada próxima a la superficie y con estructuras parcialmente austemperizadas en el centro. Además, piezas coladas de formas complejas podrían estar totalmente austemperizadas en las secciones más delgadas y parcialmente austemperizadas en las más gruesas. El objetivo de este estudio es caracterizar las fases presentes en estructuras mixtas, es decir, con productos de transformación de alta temperatura junto con las estructuras típicas

del ADI, y caracterizar sus propiedades mecánicas comparándolas con las de estructuras totalmente austemperizadas.

#### 5.4.1- Metodología experimental

Las muestras de ADI parcialmente austemperizadas se obtuvieron austemperizando dos redondos de 100mm de diámetro y 350mm de longitud, en un baño de sales fundidas a temperaturas de 280 y 360C. La composición química de la aleación utilizada fue la siguiente: 3,5% C, 2,4% Si, 0,31% Mn, 0,98% Cu, 0,47% Ni, 0,19% Mo. La fundición nodular fue producida en un horno de inducción industrial, de media frecuencia; la carga se compuso de chatarra de acero y retorno de fundición. Se trató con FeSiMgCe (9%Mg) e inoculó con FeSi (75%Si).

Con esta composición química, la FE, no tiene suficiente austemperabilidad para producir una transformación isotérmica completa, en todas las secciones de las barras.

Luego del tratamiento térmico se cortaron las barras longitudinalmente y se mecanizaron probetas de tracción ASTM E8-57T, del centro, radio medio y periferia del redondo. La microestructura resultante se observó en muestras obtenidas de las probetas de tracción, cuantificando la cantidad de constituyentes laminares.

Un segundo grupo de probetas de tracción se extrajo de las mismas posiciones de otra barra idéntica, en estado bruto de colada, y fue posteriormente tratado térmicamente. Por medio de estas probetas fue posible medir las propiedades que se hubieran obtenido en las diferentes secciones de la barra en el caso que la austemperabilidad hubiese sido suficiente para obtener una estructura totalmente ausferrítica.

También se obtuvieron probetas de tracción a partir de bloque Y (ASTM A395) de la misma composición química que las barras y con el mismo tratamiento térmico para tener una referencia de la calidad de la fundición esferoidal usada.

#### 5.4.2- Resultados y discusión.

Los resultados de los ensayos de tracción y las cantidades relativas de constituyentes laminares de cada muestra se listan en la **Tabla V-III**. Los valores de resistencia a la tracción y alargamiento se comparan con los de una fundición esferoidal perlítica del grado más alto (ASTM A536-72, grado 120-90-02).

La buena calidad del material base se demuestra por los excelentes resultados de los ensayos de tracción de las probetas obtenidas a partir de bloques Y, de la misma colada. Como referencia de las propiedades mecánicas obtenibles a partir de estructuras totalmente austemperizadas, teniendo en cuenta el efecto del tamaño de pieza, se listan los valores de resistencia y alargamiento de probetas extraídas de los redondos de 100mm de diámetro, en bruto de colada, y tratadas posteriormente.

Tabla V-III: Resultado de los ensayos mecánicos y las observaciones microestructurales.

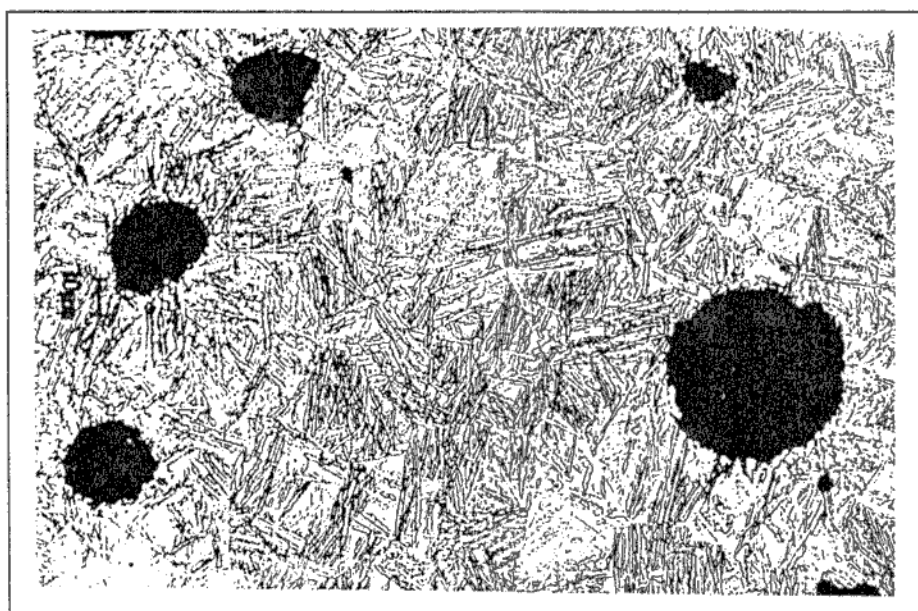
TRATAMIENTO TERMICO	LUGAR DE EXTRACCION DE LAS PROBETAS	$\sigma_r$ (MPa)	$\delta_r$ (%)	DUREZA (HB2.5)	FRACCION DE PERLITA
900C - 180' 360C - 120'	BY de 1"	1124	11.4	316	0
	totalmente austemperizada	1110	4.3	302	0
	periferia	884	2.7	325	55
	centro	985	2.3	319	85
	radio medio	973	2.0	328	80
920C - 180' 280C - 120'	BY de 1"	1546	3.2	401	0
	totalmente austemperizada	1448	1.1	390	0
	periferia	993	2.7	318	20
	centro	1046	2.1	325	85
	radio medio	1056	1.8	337	70
Q&T	ASTM A536-72 grado 120-90-02	845	2.0	----	----

Las Figuras 5.5a-b muestran la microestructura típica de una fundición esferoidal austemperizada, de alta temperatura de austemperizado (Fig 5.5a) y de baja temperatura de austemperizado (Fig 5.5b) obtenidas de BY.

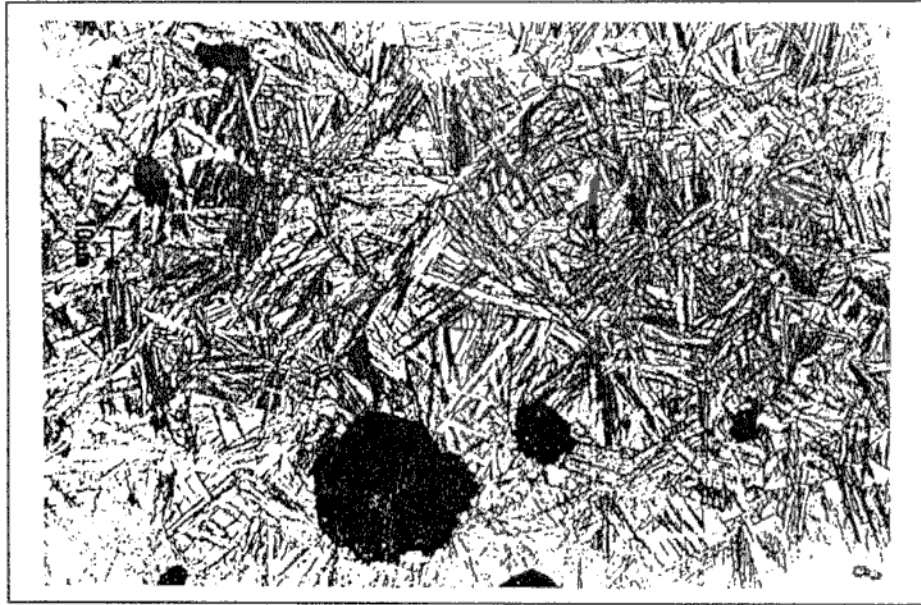
La Figura 5.6 corresponde a las muestras extraídas del centro (Fig 5.6a), radio



medio (Fig 5.6b) y periferia (Fig 5.6c) del redondo de 100mm de diámetro luego de austemperizado a 360C. En la microestructura del centro es posible apreciar gran cantidad de microconstituyentes laminares, muy finos, difíciles de resolver por microscopía óptica, junto con zonas austemperizadas asociadas a los contornos celulares. Esto se justifica por la presencia de elementos de aleación segregados, especialmente Mn y Mo, que provocan un retraso en la cinética de transformación de la austenita. Como consecuencia de la baja velocidad de enfriamiento del centro del redondo, puede apreciarse precipitación de ferrita en los bordes de grano de la austenita en esta zona.

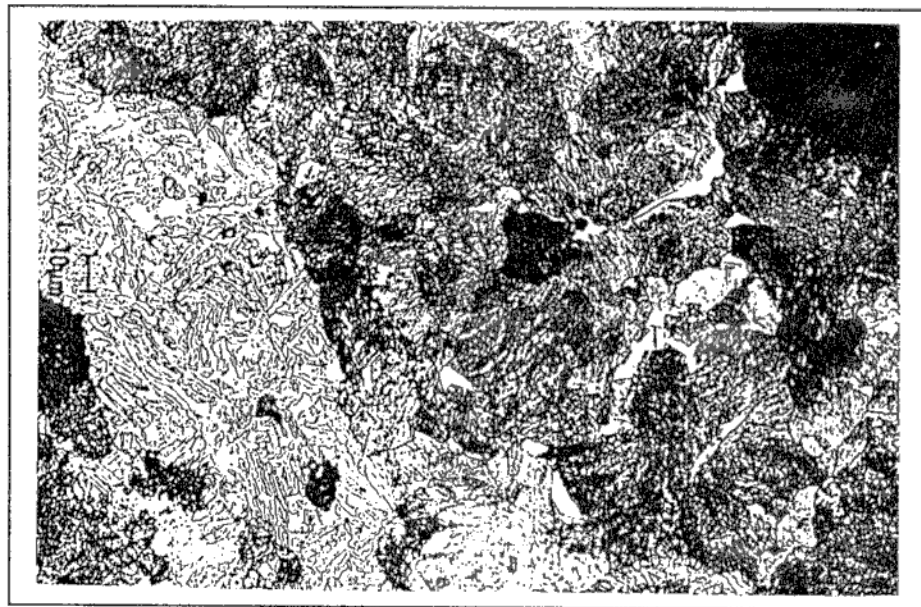


5.5a

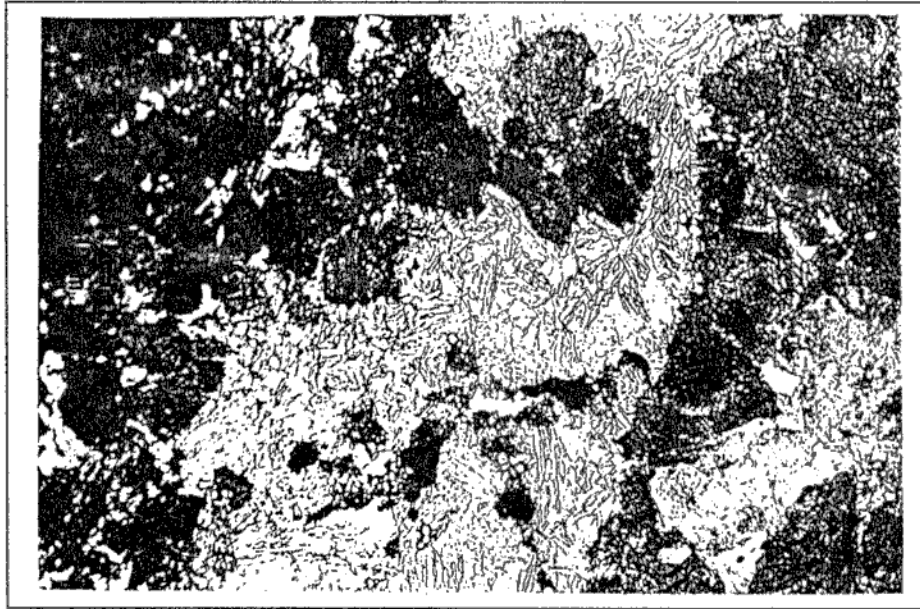


5.5b

Figura 5.5: Microestructuras típicas de ADI de alta temperatura a) y de baja temperatura b)



5.6a



5.6b

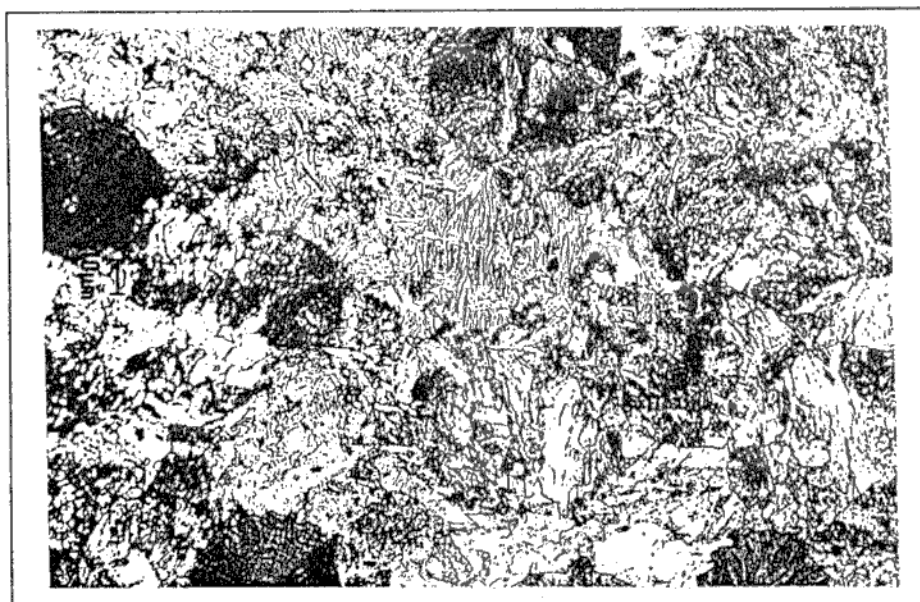


5.6c

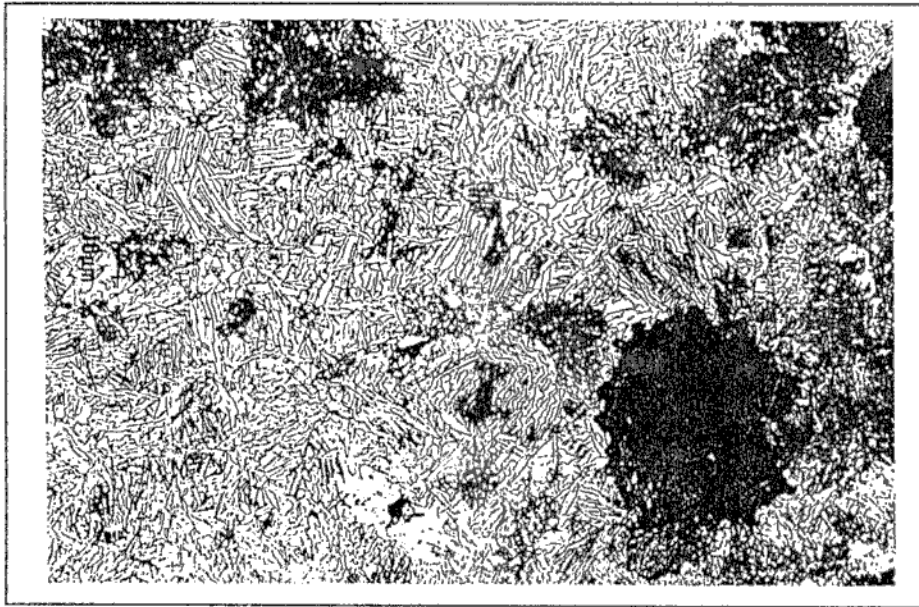
Figura 5.6: Microestructuras del centro a), radio medio b) y periferia c) del redondo de  $\Phi 100$ , luego de austemperizado a 360C.

En las microestructuras correspondientes al radio medio (Fig 5.6b) se observan zonas oscuras de microconstituyentes laminares, asociadas a los nódulos, junto con estructura ausferrítica. La microestructura de la periferia (Fig 5.6c) muestra menor cantidad de microconstituyentes laminares, en una matriz compuesta por una mezcla fina de ferrita y austenita. No hay, en esta zona, una ubicación preferencial de tales microconstituyentes en relación a los nódulos de grafito a diferencia de lo observado en las microestructuras del centro y radio medio.

La Figura 5.7 muestra las microestructuras obtenidas de la barra de 100mm de diámetro, luego de austemperizada a 280C. En la Fig. 5.7a, correspondiente al centro del redondo, se ve que, al igual que en las obtenidas para temperaturas de austemperizado de 360C, aparecen microconstituyentes laminares junto a una mezcla más fina de ferrita y austenita. El aumento en la velocidad de enfriamiento, debido a la disminución de la temperatura de austemperizado, impide la formación de ferrita proeutectoide en borde de grano austenítico, sin embargo, no es lo suficiente como para obtener un mayor contenido de estructura ausferrítica en el centro.



5.7a



5.7b

Figura 5.7: Microestructuras del centro a) y de la periferia b) de un redondo de  $\Phi 100$  luego de austemperizado a 280C

La Figura 5.7b corresponde a la micrografía de un muestra obtenida de la periferia del redondo de 100mm de diámetro austemperizado a 280C. Se puede observar que el aumento en la velocidad de enfriamiento es más marcado en ésta zona de la barra, ya que sólo se aprecian pequeñas cantidades de microconstituyentes laminares, cuya ubicación no guarda relación alguna con la ubicación de los nódulos de grafito.

### 5.5- CONCLUSIONES.

Es evidente que la influencia ejercida por un elevado número de factores sobre las máximas dimensiones austemperizables, hace muy difícil el manejo seguro del tratamiento térmico, más aún si se tiene en cuenta que en la mayoría de los casos solo se conoce, en forma cualitativa, la influencia de las variables involucradas. Los valores de diámetro crítico reportados en la literatura [40], solo pueden utilizarse en forma orientativa y no pueden ser considerados como una caracterización específica del material empleado ya que estos valores son muy sensibles a las condiciones experimentales. Para señalar en forma precisa la

austemperabilidad de una fundición esferoidal, de una dada composición química, deberá determinarse el diámetro del máximo cilindro austemperizable en forma completa, empleando **condiciones de tratamiento estandarizadas**

En el caso que la austemperabilidad sea insuficiente, aparecen estructuras mixtas, compuestas por cantidades variables de ferrita proeutectoide y perlita, formadas durante el enfriamiento continuo entre la temperatura de austenizado y la de austemperizado, coexistiendo con la ausferrita formada durante el mantenimiento isotérmico.

En las microestructuras correspondientes a las zonas de menor velocidad de enfriamiento (centro y radio medio), para austemperizados de alta temperatura, los microconstituyentes laminares se encuentran asociados a los nódulos de grafito y la ferrita proeutectoide en bordes de grano austenítico, en tanto que la ausferrita se desarrolla en las zonas asociadas a los contornos celulares, debido a la cinética más lenta que esas zonas presentan por el mayor tenor de elementos de aleación segregados.

En las microestructuras de la barra austemperizada a baja temperatura no se observa ferrita proeutectoide, debido a la mayor velocidad de enfriamiento en toda su sección. No existe una relación directa entre la ubicación de los nódulos de grafito y los constituyentes laminares precipitados.

En el centro de ambas barras se observa la misma cantidad de microconstituyentes laminares. Hacia la periferia, y debido a la mayor influencia del aumento en la severidad de enfriamiento por la disminución de la temperatura de austemperizado, se observa menor cantidad de perlita en la barra austemperizada a 280C.

A partir de los resultados de los ensayos mecánicos, se ve que, para bajas temperaturas de austemperizado, la resistencia en las muestras parcialmente austemperizadas es significativamente menor que en las austemperizadas totalmente, de idéntica composición química, cambiando levemente en relación con la cantidad de perlita presente. El alargamiento a la rotura, en la misma serie, disminuye levemente con el aumento del contenido de perlita. En las probetas de alta temperatura de austemperizado se observan cambios menores en la resistencia a la rotura, en tanto que el alargamiento se ve sensiblemente disminuido con el aumento del contenido de microconstituyentes laminares.

Los ensayos realizados sobre probetas obtenidas de las barras en estado bruto de colada, y luego austemperizadas totalmente, presentan menor deformación que aquellas



obtenidas de bloque Y de la misma composición química. Finalmente pudo verse que las propiedades mecánicas de las muestras parcialmente austemperizadas satisfacen los requerimientos del mayor grado ASTM de fundición esferoidal.



## CAPITULO VI

### FUNDICIONES ESFEROIDALES AUSTEMPERIZADAS A BAJAS TEMPERATURAS.

#### 6.1- INTRODUCCION

Como ha quedado claramente fundamentado en el Capítulo II, la transformación isotérmica de las fundiciones esferoidales en el rango de temperaturas bainíticas es marcadamente distinta a la que tiene lugar en los aceros de uso corriente. Las diferencias observables se deben principalmente al más elevado contenido de silicio presente en las FE, y a la microsegregación de los elementos que forman la aleación. A temperaturas de austemperizado superiores a 320°C, la transformación de la austenita comienza con la precipitación de agujas de ferrita, que, a diferencia de la ferrita bainítica de los aceros, no poseen carburos en su interior. A medida que la precipitación de ferrita continúa, la austenita circundante, llamada austenita reactada, se enriquece con el C reyectado por aquella fase. Esta austenita se torna más refractaria a la transformación, y, si se interrumpe el tratamiento isotérmico luego de un lapso adecuado, es posible obtener, a temperatura ambiente, FE cuya matriz esta formada sólo por ferrita y austenita muy finamente dispersas. Es esta combinación de fases la responsable de las excelentes propiedades mecánicas observables en las ADI. En cambio, la utilización de temperaturas de austemperizado por debajo de 300°C modifica la cinética de la transformación isotérmica, siendo posible que a estas temperaturas de transformación se produzca precipitación de carburos muy finos conjuntamente con las agujas de ferrita, en una reacción comparable a la formación de bainita en los aceros al carbono. Sin embargo, en el caso de las FE, la austenita sobresaturada en C no se transforma totalmente en ferrita y carburos, por lo que la microestructura final a temperatura ambiente está formada por una mezcla muy fina de ferrita acicular, carburos, austenita reactada, y austenita residual o no reactada. Esta microestructura es de difícil resolución por microscopía óptica. La austenita muestra generalmente cantidades variables de martensita en su seno, producidas durante el enfriamiento desde la temperatura de austemperizado hasta temperatura ambiente.

Como resultado de la evolución microestructural descrita se observa que, conforme la temperatura del tratamiento isotérmico disminuye, se reducen la ductilidad y la tenacidad,

aumentando la dureza y la resistencia a la rotura. Sin embargo, el continuo aumento de la resistencia al disminuir la temperatura de austemperizado deberá alcanzar un valor máximo, a partir del cuál se verifique una disminución, causada por el aumento en el contenido de martensita, que, si bien incrementará la dureza, aumentará marcadamente la fragilidad del material.

Las estructuras aciculares finas, del tipo de las obtenidas en las ADI de bajas temperatura de austemperizado, poseen habitualmente alta resistencia al desgaste, por lo que se presentan interesantes posibilidades de utilizar ADI en la fabricación de piezas de elevados requerimientos mecánicos, que se encuentren sometidas a condiciones de desgaste de diversos tipos.

El presente capítulo tiene por objetivo estudiar la transformación de la austenita cuando se efectúan austemperizados a temperaturas por debajo de 280°C. Se caracterizará la microestructura y se evaluarán las propiedades mecánicas, procurando identificar el tratamiento térmico que conduce a la máxima resistencia mecánica, dentro de los rangos de temperaturas y tiempos compatibles con la práctica industrial de tratamientos térmicos.

## 6.2- METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Se produjeron muestras de ADI empleando una colada industrial de fundición esferoidal de la siguiente composición química: 3,10% C, 2,98% Si, 1,11% Cu, 0,64% Ni, 0,26% Mn y 0,20% Mo. Las probetas fueron austenizadas a 910°C durante 90 minutos, y luego austemperizadas en un baño de sales fundidas (nitrito de sodio/ nitrato de potasio), cuya temperatura es rigurosamente controlada, por lapsos de 60 y 120 minutos. Las temperaturas de austemperizado empleadas fueron de 360, 280, 260, 240 y 220°C. La temperatura de 360°C fue empleada como medio de control de la calidad del material base. El rango de bajas temperaturas de austemperizado fue seleccionado teniendo en cuenta la temperatura de comienzo de la transformación martensítica, Ms. Esta puede ser calculada de acuerdo con la siguiente expresión[43].

$$Ms = 400 - 260 * C \gamma - 21 \quad (6.1)$$

Considerando que la temperatura de austenizado empleada es de 910°C y el contenido de Si (2.98%), el contenido de C de la austenita puede ser calculado de acuerdo con la siguiente

expresión [44]:

$$C_{\gamma} = T_{\gamma}/420 - 0.17 * (\%Si) - 0.95 \quad (6.2)$$

resultando:

$$C(\gamma) = 0.71 \%$$

Reemplazando la composición química en (6.1) resulta:

$$M_s = 194^{\circ}C$$

Los ensayos fueron llevados a cabo sobre conjuntos de probetas de tracción, impacto y desgaste, mecanizadas a partir de bloques Y (ASTM A395).

La fundición esferoidal empleada presenta matriz perlítico-ferrítica en bruto de colada, con 200 nódulos por milímetro cuadrado y 100% de grafito nodular (ASTM A 247-67).

Los ensayos de tracción se llevaron a cabo sobre probetas ASTM E8-57T de 6,2 mm. de diámetro, empleando una máquina universal de ensayos servohidráulica Mohr y Federhaff, empleando mordazas autoalineables.

Los ensayos de impacto se realizaron en un péndulo Charpy, sobre probetas no entalladas de sección cuadrada de 10 mm de lado y 55 mm de longitud, de acuerdo a la norma ASTM 897-90.

Las metalografías fueron llevadas a cabo empleando microscopía óptica, atacando las muestras con Nital 2%.

Los ensayos de desgaste se realizaron en un equipo de abrasión erosión en mezcla de arená y agua [45,46].

Las fases presentes fueron identificadas mediante análisis de difracción de RX, empleando un equipo Philips, radiación de Mo  $K_{\alpha}$  monocromada con filtro de Zr, a un potencial de 50Kv y empleando una corriente de 30mA.

## 6.3- RESULTADOS

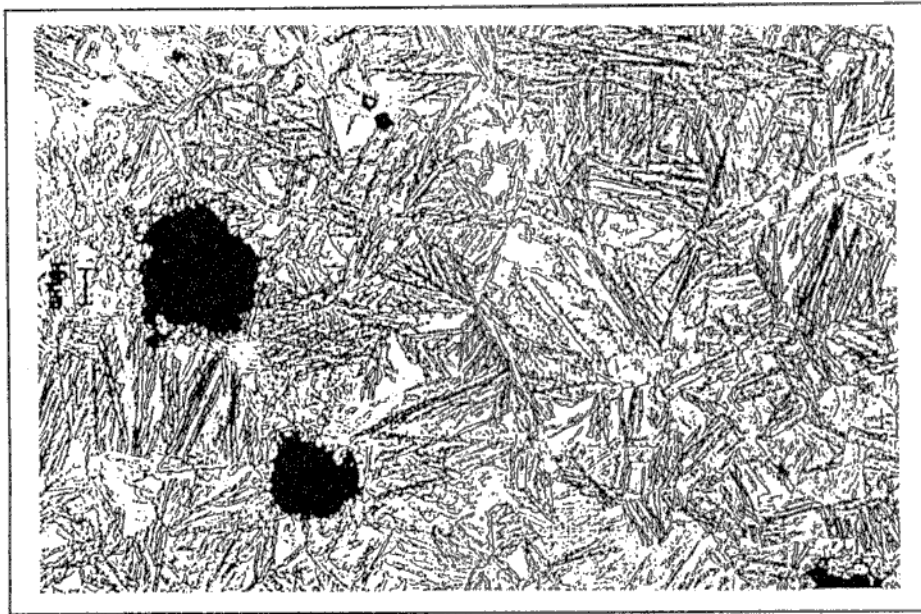
### 6.3.1- Evolución microestructural

Las microestructuras de las muestras austemperizadas a 360C se incluyen en las Figuras 6.1 (a - d). La Figura 6.1(a) muestra el típico aspecto de un ADI de alta temperatura, cuya matriz esta compuesta por una mezcla fina de agujas de ferrita y austenita, con austenita no reactada en varias zonas de la muestra. A mayores ampliaciones, Figura

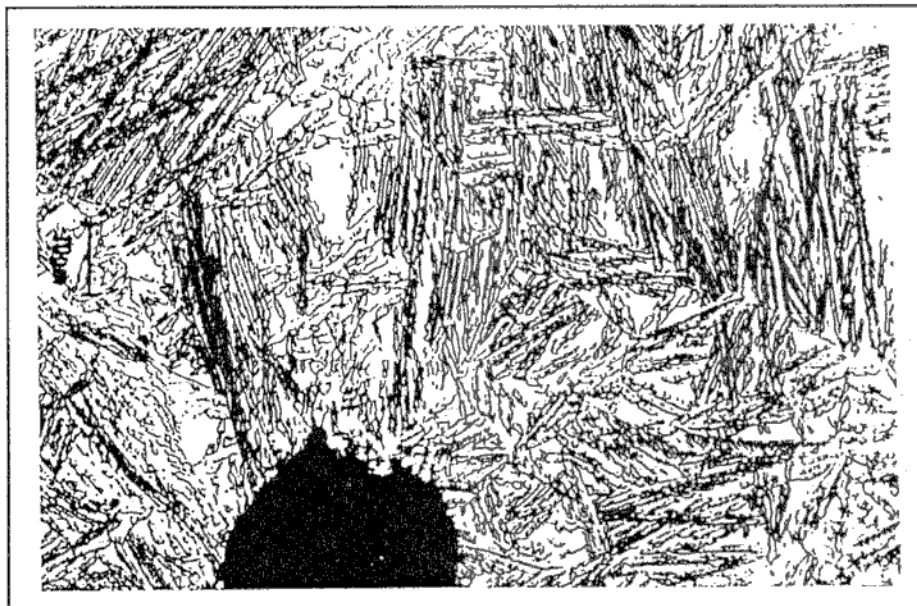
6.1(b), pueden resolverse claramente las agujas de ferrita. Las muestras austemperizadas durante 120 minutos a 360°C, Figura 6.1 (c y d), muestran una estructura acicular mejor desarrollada que las muestras de 60 minutos.

La microestructuras resultantes luego de los tratamientos térmicos de austemperizado durante 60 minutos a bajas temperaturas, se ilustran en las Figuras 6.2 a 6.5. La Figura 6.2 muestra la estructura de las muestras tratadas a 280°C. Comparada con la estructura obtenida a temperaturas de austemperizado de 360°C, las agujas de ferrita son ahora marcadamente más finas y sus bordes han perdido el aspecto arborescente característico del ADI de mayor temperatura. Al disminuir la temperatura de austemperizado por debajo de 280°C, Figura 6.3 a 6.5, la estructura acicular experimenta un afinamiento, hasta llegar a constituir agujas sumamente finas y alargadas para temperaturas de austemperizado de 220°C. Es posible observar sectores con abundante presencia de austenita retenida o no reactivada en contorno celular, Figura 6.4a, en correspondencia con las zonas donde se verifica microsegregación de Mn y Mo. A las menores temperaturas de austemperizado, en particular para 220°C (Figura 6.5), es aparente que la transformación ausferrítica no ha avanzado suficientemente durante la etapa isotérmica, ya que se aprecian relativamente pocas agujas, sobre un fondo de estructura acicular no resoluble, presumiblemente martensita.

Las microestructuras correspondientes a los tratamientos isotérmicos a baja temperatura de 120 minutos de duración se ilustran en las Figuras 6.6 a 6.9. Las estructuras observables son muy semejantes a las presentes en las muestras de 60 minutos de austemperizado. En particular debe señalarse la diferencia observable en la microestructura de las muestras de menores temperaturas de austemperizado, a medida que aumenta el tiempo de mantenimiento isotérmico. Comparando las microestructuras de las Figuras 6.4 con 6.8, y de las Figuras 6.5 con 6.9, es claro que a estas bajas temperaturas, el mantenimiento por un tiempo adicional de 60 minutos ha producido un avance significativo de la transformación ausferrítica. Esto difiere de lo observable en las muestras de mayor temperatura de austemperizado, como las de 280°C, Figuras 6.2 y 6.6, donde no se verifican cambios notables en la estructura al incrementarse el tiempo de permanencia isotérmica en 60 minutos.

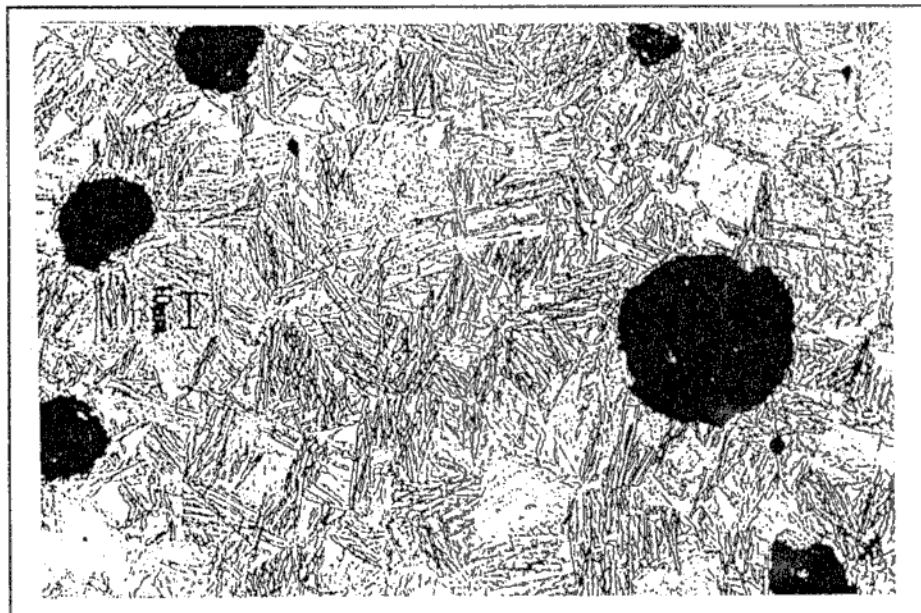


a)

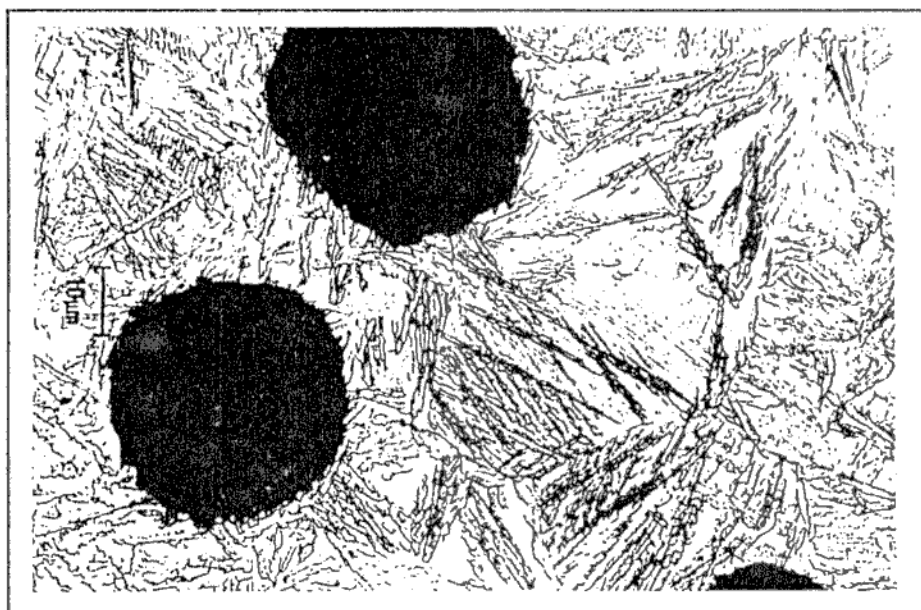


b)

Figura 6.1a-b: Microestructuras de las muestras austemperizadas a 360C por 60 minutos. Magnificación indicada en la fotografía.

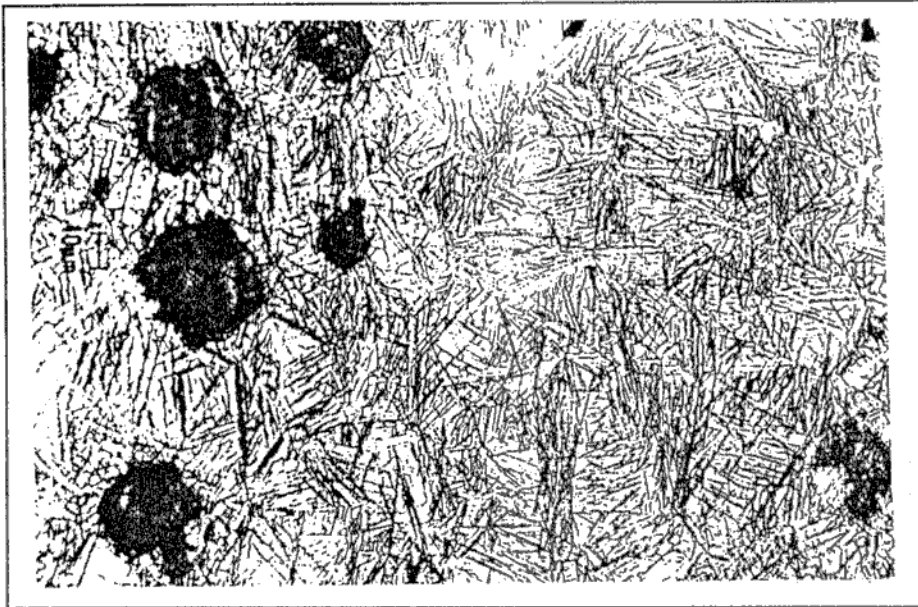


c)

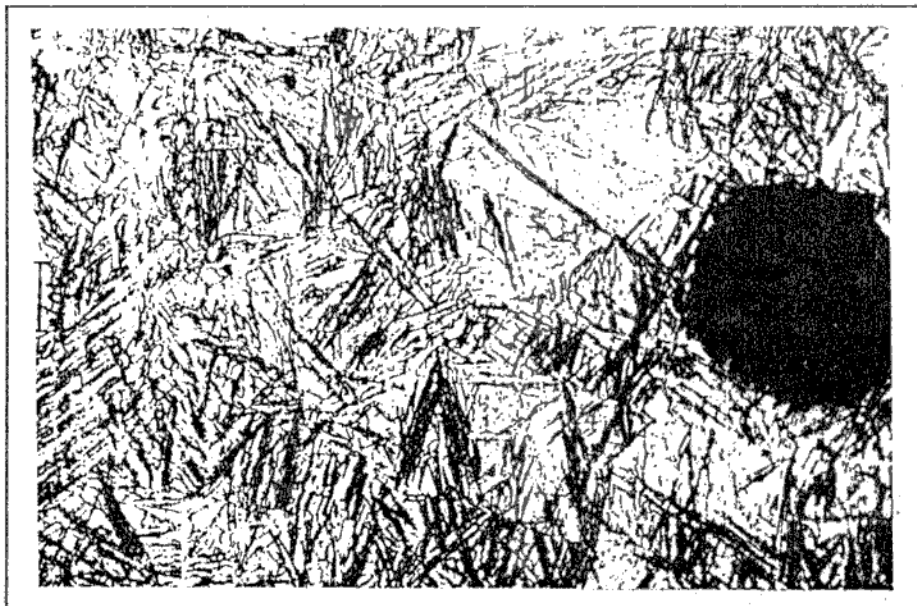


d)

Figura 6.1c-d: Microestructura de las muestras austemperizadas a 360C por 120 minutos. Magnificación indicada en la fotografía.

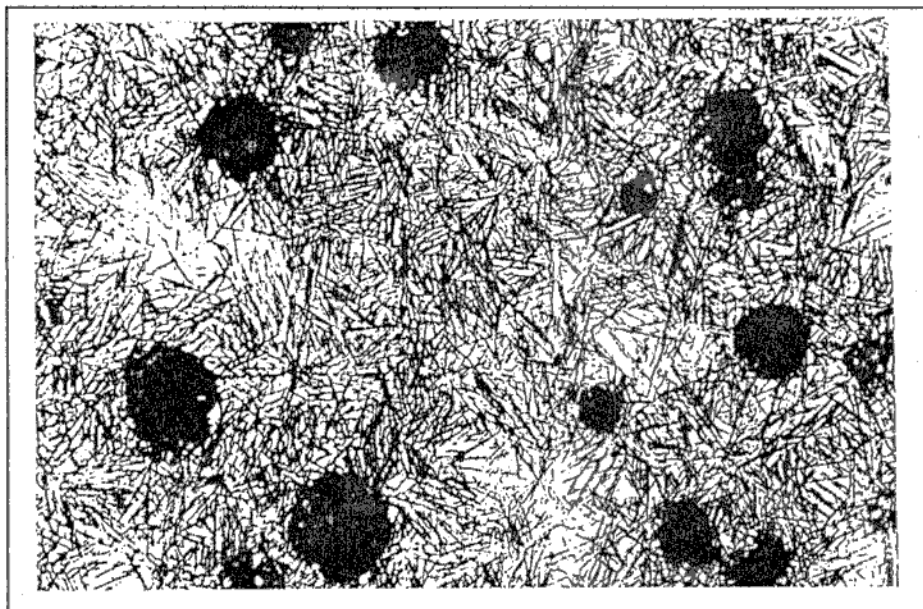


a)

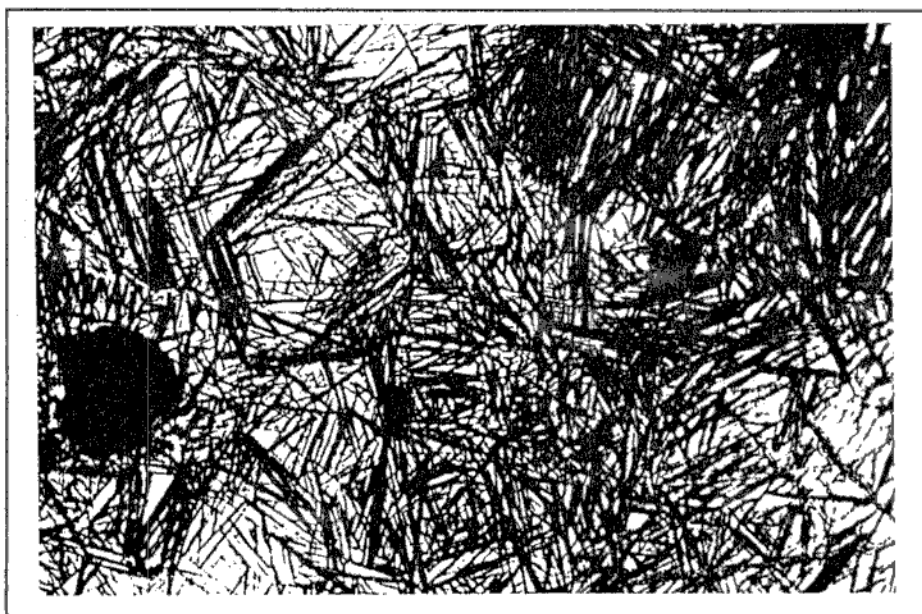


b)

**Figura 6.2a-b:** Microestructuras de las muestras austemperizadas a 280C por 60 minutos. Magnificación indicada en la fotografía,



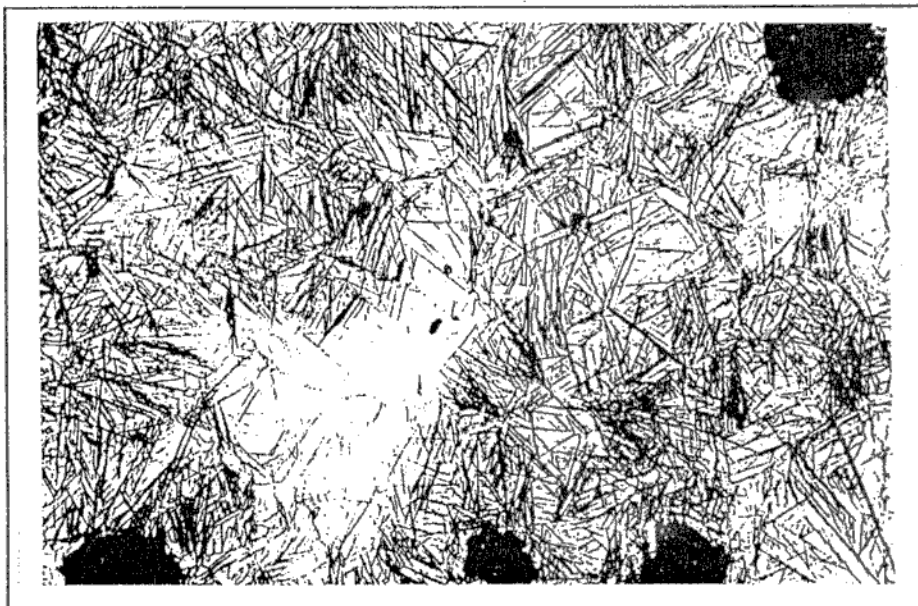
a)



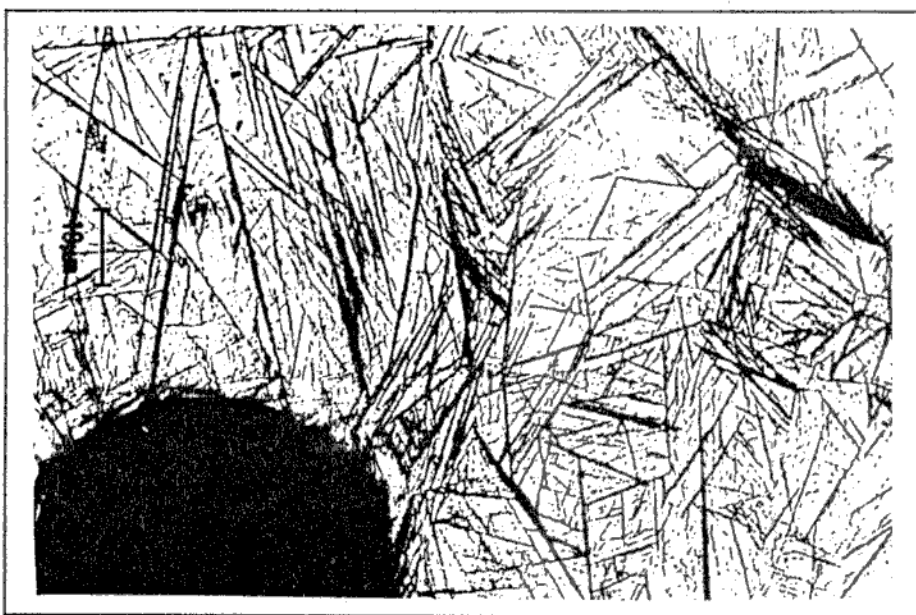
b)

**Figura 6.3a-b:** Microestructura de las muestras austemperizadas a 260C por 60 minutos. Magnificación indicada en la fotografía.



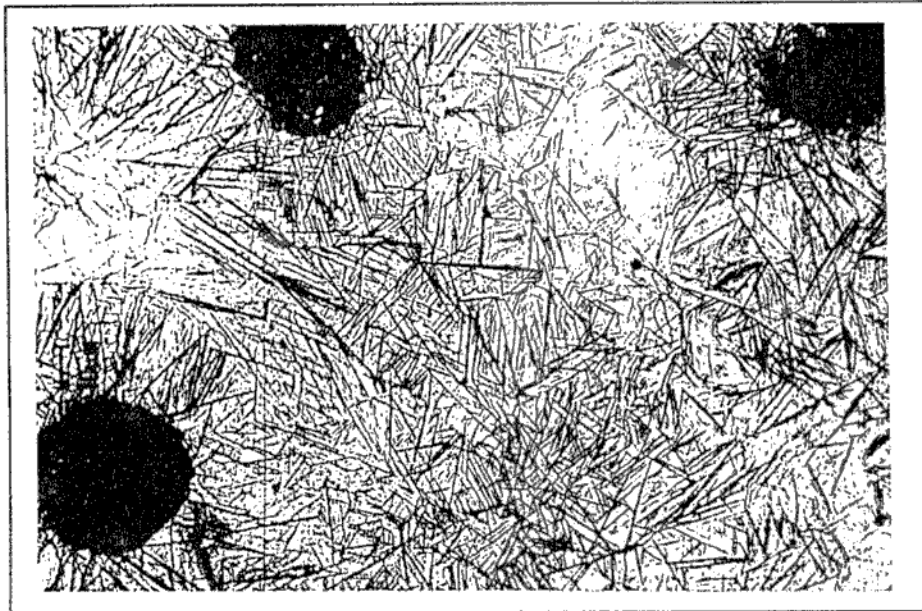


a)

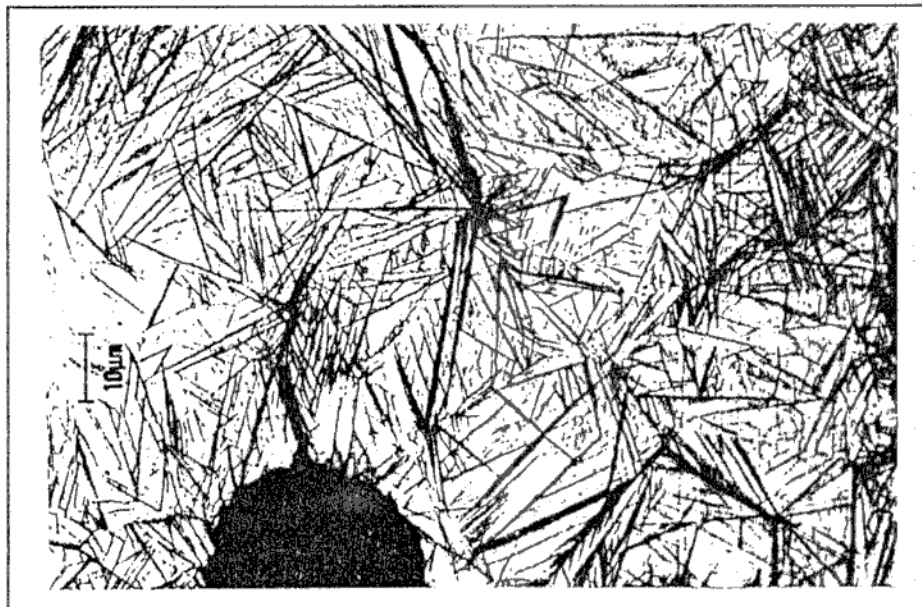


b)

**Figura 6.4:** Microestructuras de las muestras austemperizadas a 240C por 60 minutos . Magnificación indicada en la fotografía.

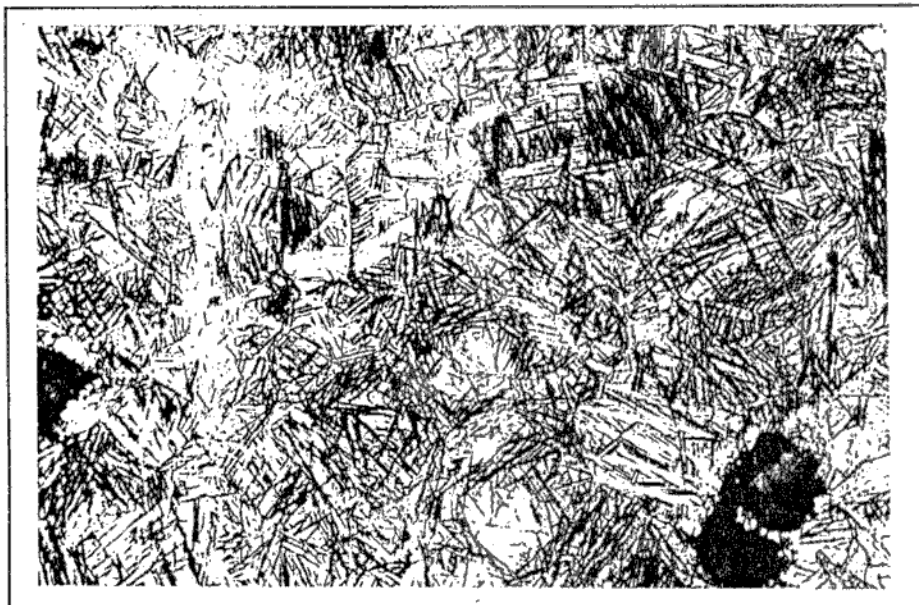


a)

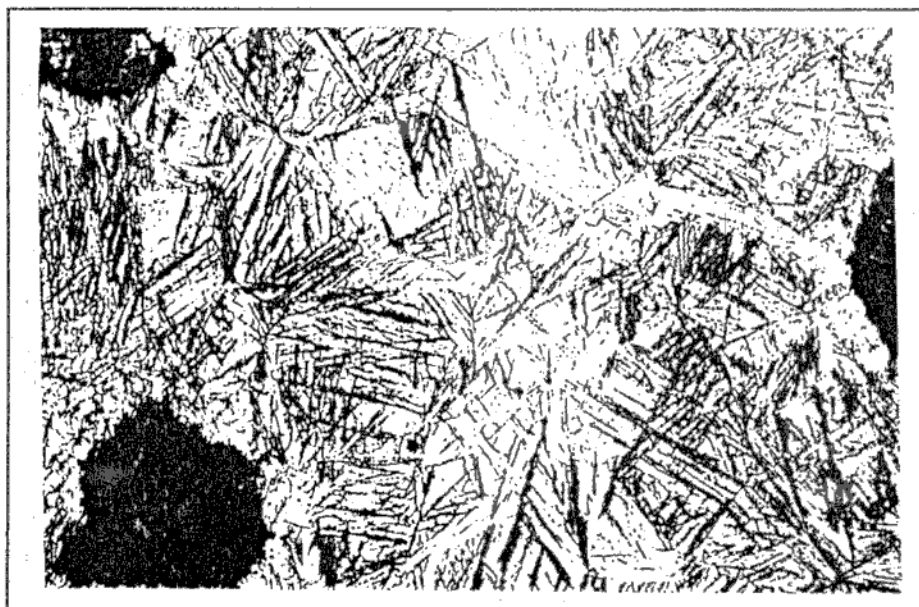


b)

Figura 6.5: Microestructura de las muestras austemprizadas a 220C por 60 minutos. Magnificación indicada en la fotografía.

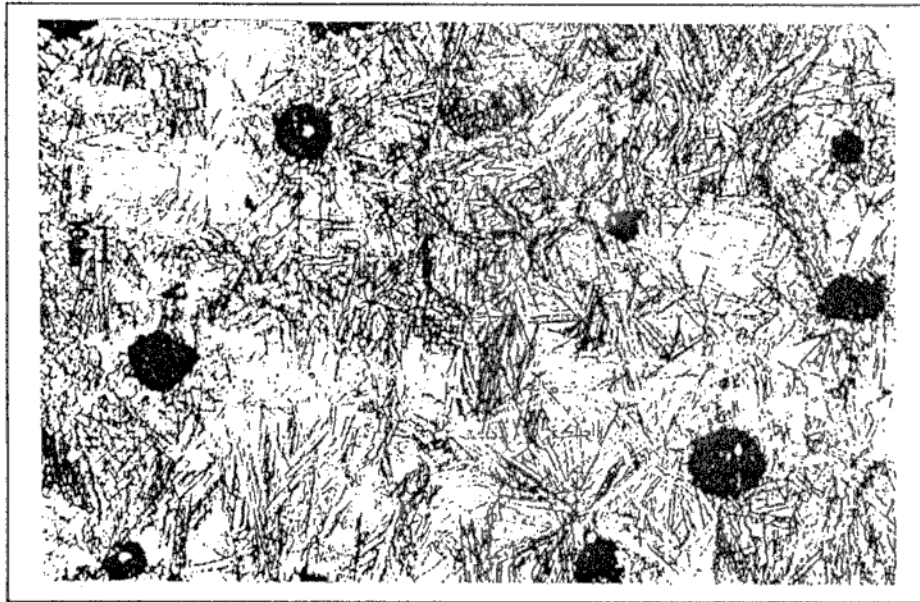


a)



b)

**Figura 6.6:** Microestructuras de las muestras austemperizadas a 280C por 120 minutos. Magnificación indicada en la figura.

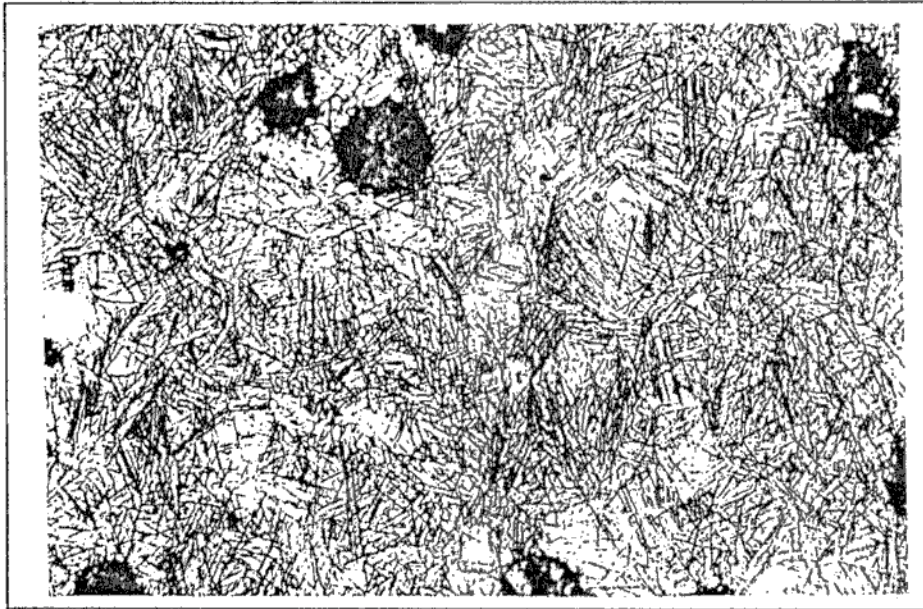


a)

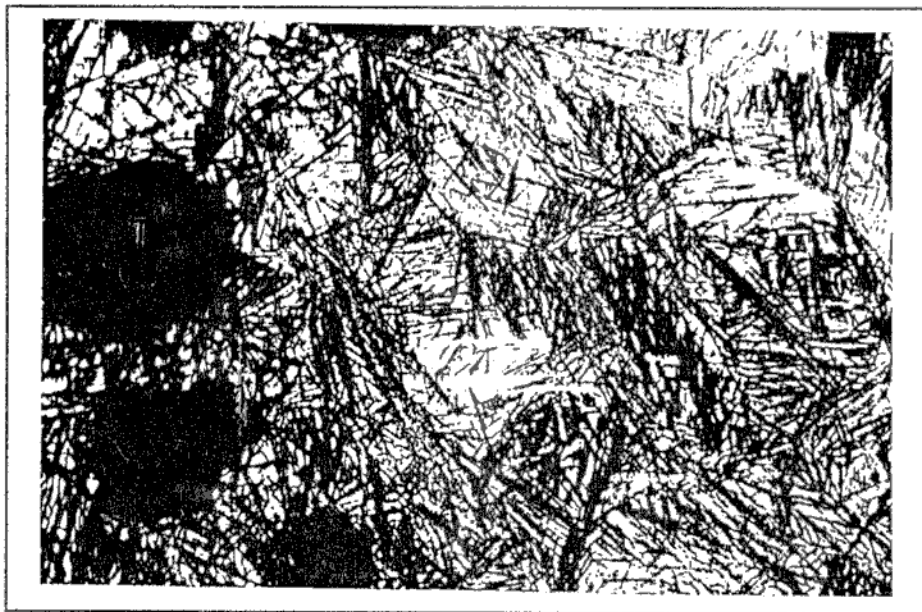


b)

**Figura 6.8:** Microestructuras de las muestras austemperizadas a 240C por 120 minutos. Magnificación indicada en la fotografía.

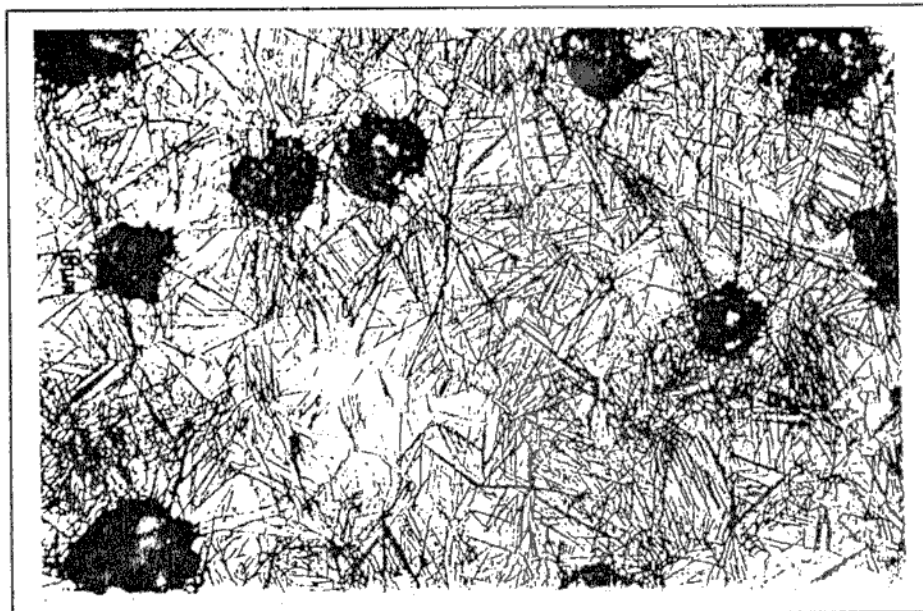


a)

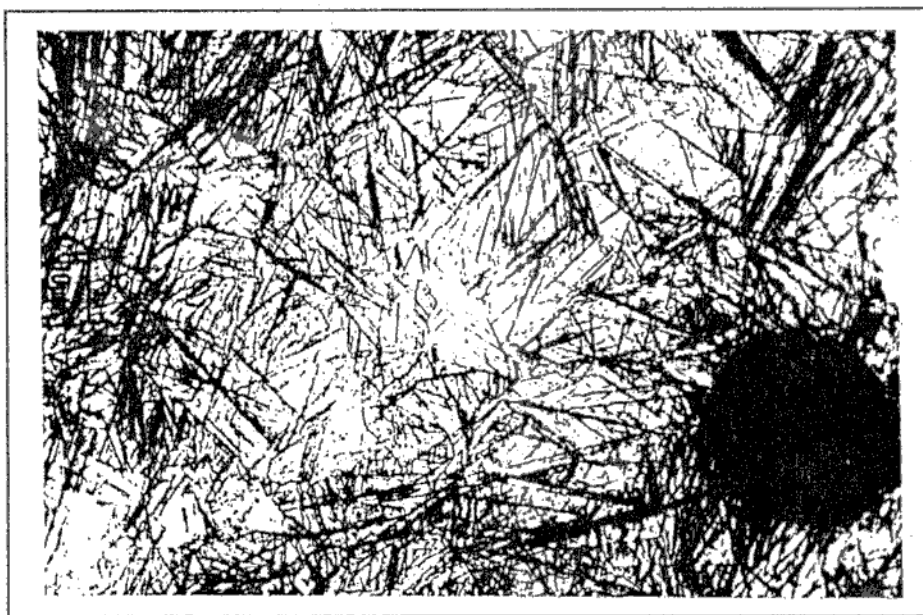


b)

**Figura 6.7:** Microestructuras de las muestras austemperizadas a 260C por 120 minutos. Magnificación indicada en la fotografía.



a)



b)

Figura 6.9: Microestructura de las muestras austemperizadas a 220C por 120 minutos. Magnificación indicada en la fotografía.

Las fases presentes en cada muestra pueden identificarse con mayor precisión en base a los resultados del análisis por difracción de RX. La Figura 6.10 muestra el diagrama obtenido sobre la muestra austemperizada a 360°C durante 60 minutos. Los picos de austenita y ferrita son claramente diferenciables, no apreciándose ningún otro microconstituyente. Cabe señalar que la fase grafito, no presenta ningún pico considerable en el rango de espaciados interplanares examinado. La Figura 6.11 muestra los diagramas obtenidos para las muestras de baja temperatura austemperizadas por 60 minutos, en el rango de  $2\theta$  19 a 21 grados, donde se aprecian los picos 111 de austenita y 110 de ferrita. Es claro que a medida que disminuye la temperatura de austemperizado, la cantidad de austenita disminuye, como surge de examinar en detalle la intensidad del pico  $\gamma(111)$ . El pico de ferrita se ensancha y desplaza hacia los menores ángulos al disminuir la temperatura de austemperizado de 280 a 240°C. Cuando la muestra ha sido austemperizada a 220°C, se observa un ensanchamiento marcado del pico y un desplazamiento hacia los ángulos más bajos. Este ensanchamiento progresivo es atribuible al aumento gradual en la cantidad de martensita presente. La martensita o alfa prima, presenta una red cristalina semejante a la de la ferrita, pero la misma se ha tetragonalizado por efecto de la sobresaturación en carbono. Este hecho produce el desdoblamiento de líneas que presentan un solo pico en el caso de las estructuras cúbicas. Este comportamiento se examina en el diagrama ilustrado en la Figura 6.12, donde se aprecia el pico correspondiente al plano (200) de la ferrita de la muestra de ADI 360, y el de la muestra austemperizada a 220°C. El pico de ferrita de la muestra de 220°C se ha ensanchado marcadamente, desplazándose hacia los menores ángulos, en concordancia con lo observado en la Figura 6.11. El comportamiento general observable en las muestras austemperizadas durante 120 minutos, Figura 6.13, es análogo al de las muestras de 60 minutos. Sin embargo resulta interesante comparar los diagramas obtenidos para muestras de igual temperatura de tratamiento pero distinto tiempo de permanencia en el baño isotérmico. Las Figuras 6.14 y 6.15 muestran los barridos entre ángulos de  $2\theta$  de 19 a 21 grados para las muestras de 220°C y de 240°C. Es notorio que las muestras de menor tiempo de permanencia isotérmica presentan, luego del tratamiento, un contenido de martensita mayor, evidenciado por el ensanchamiento y corrimiento del pico alfa(110).

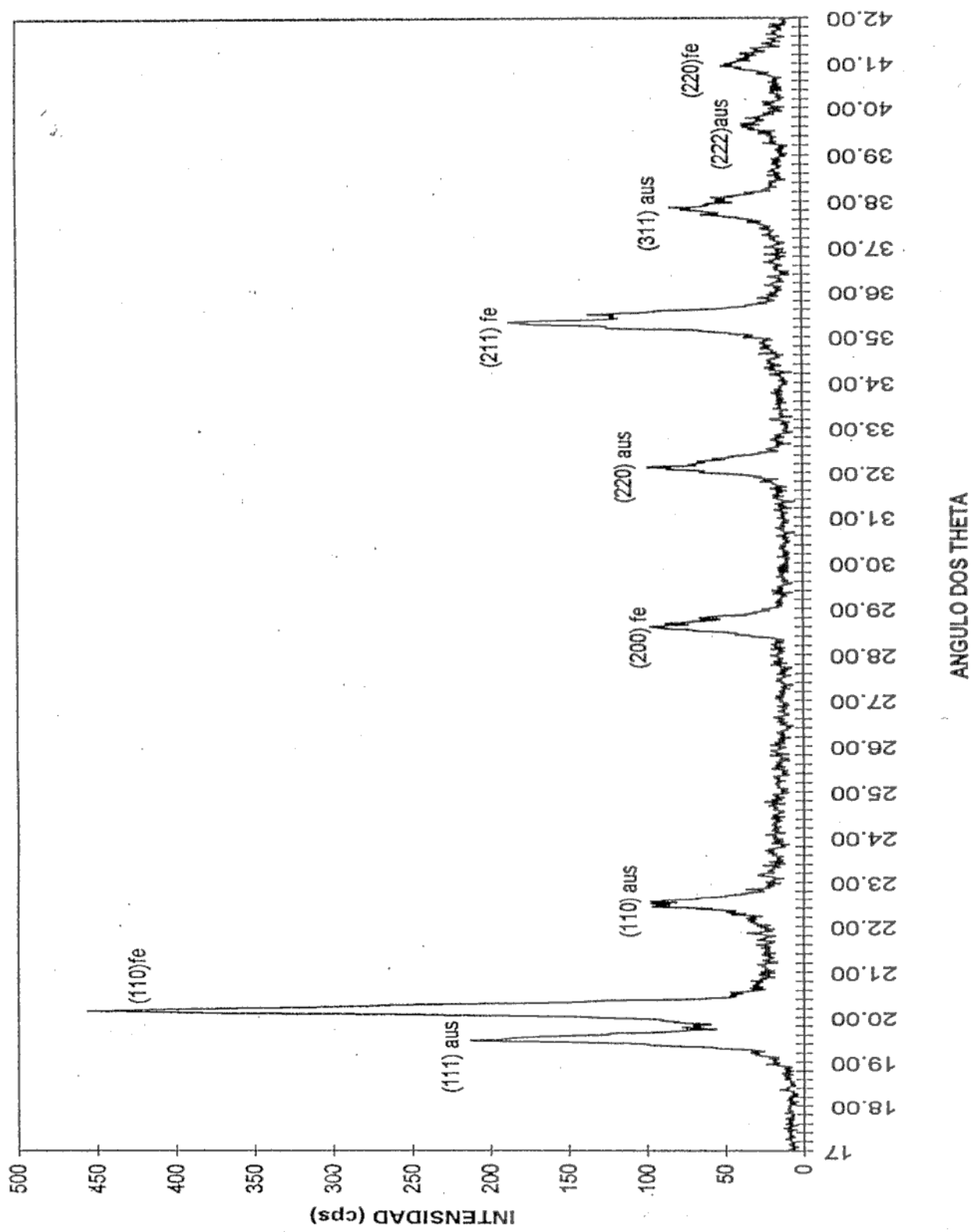


Figura 6.10: Diagrama de difracción de RX de la muestra austemperizada a 360C durante 60 minutos.



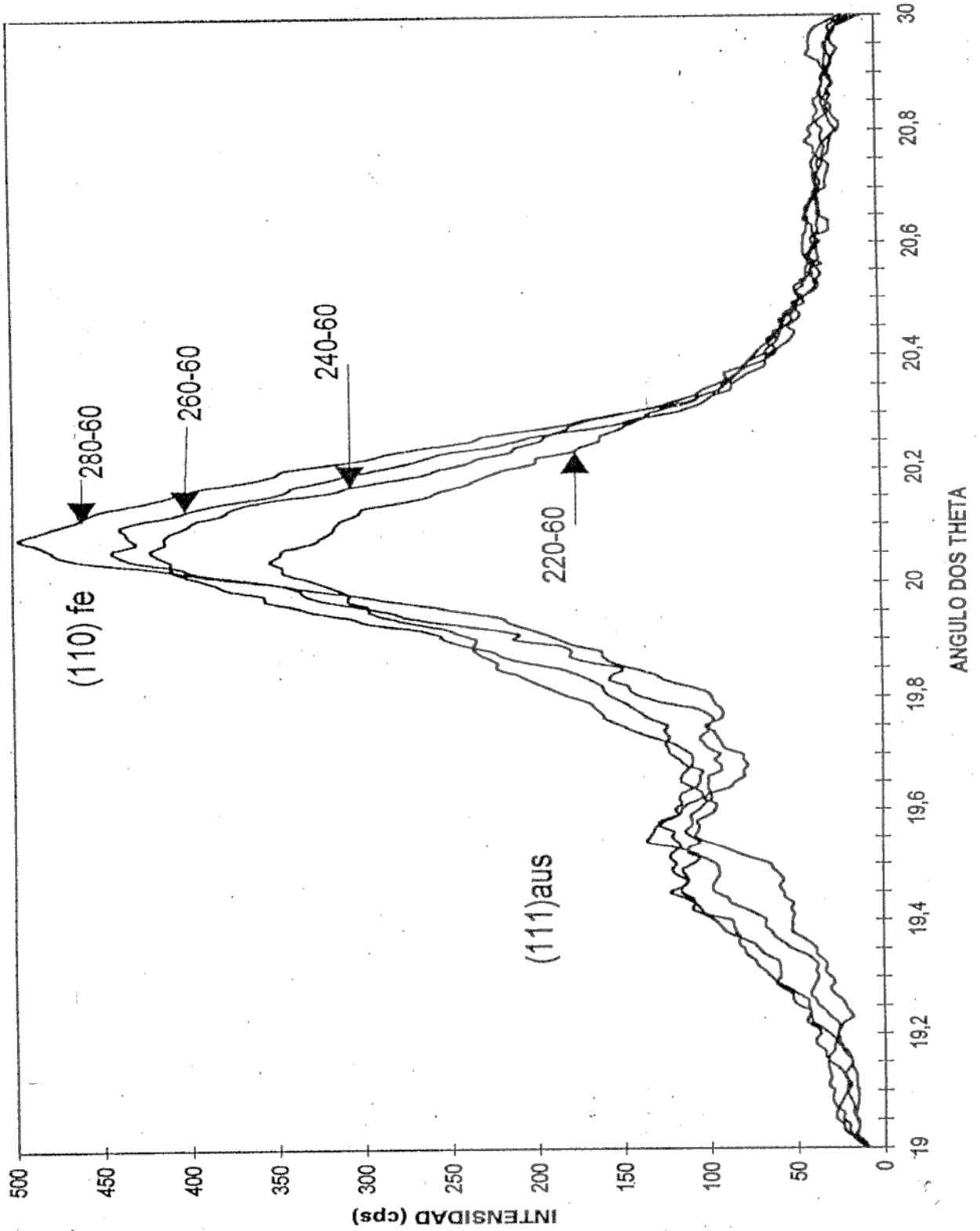


Figura 6.11: Diagramas de difracción de RX correspondientes a las muestras austemperizadas a bajas temperaturas durante 60 minutos.

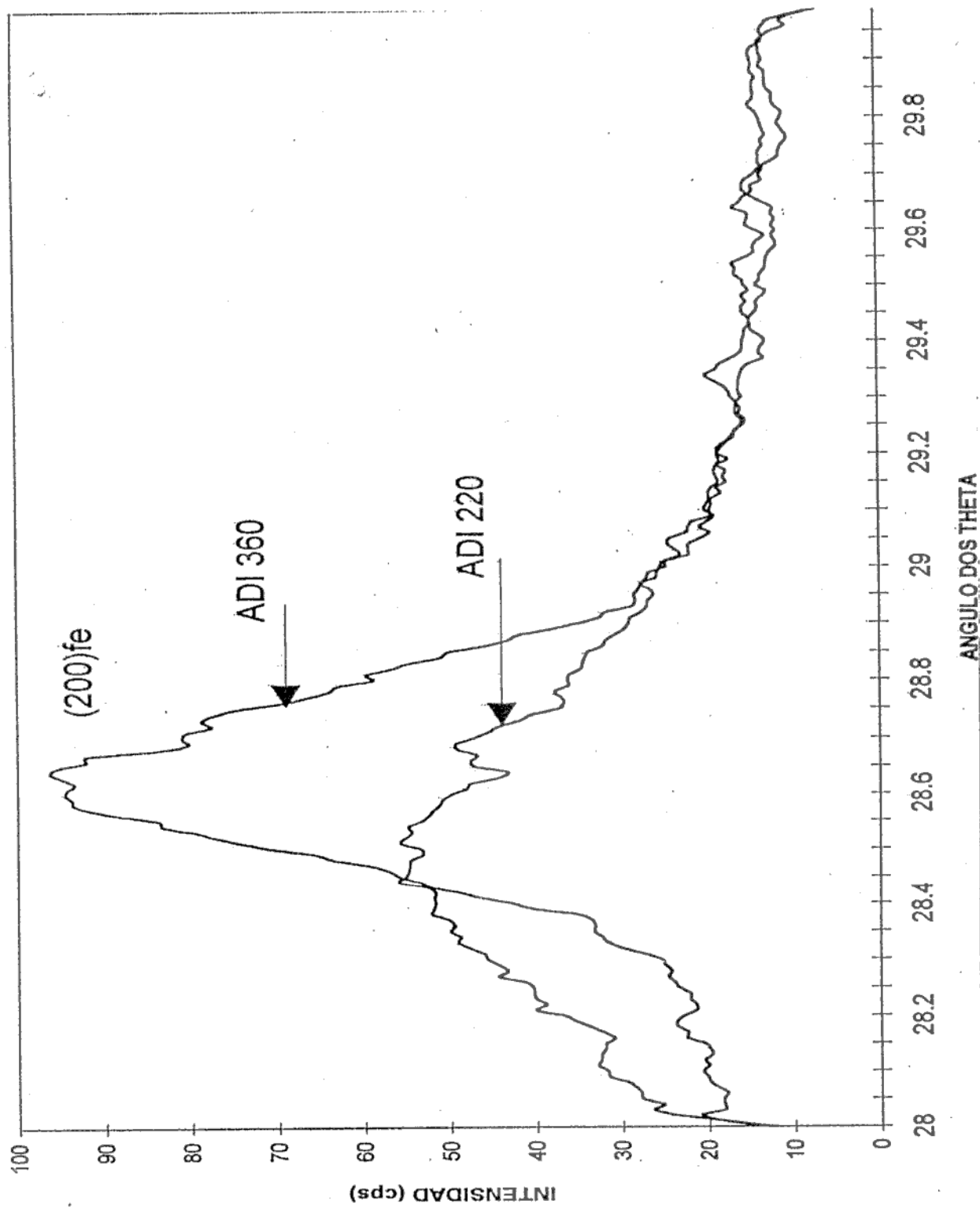


Figura 6.12: Diagrama de difracción de RX de las muestras ADI 360 y ADI 220, entre 28 y 30 grados de dos Theta.

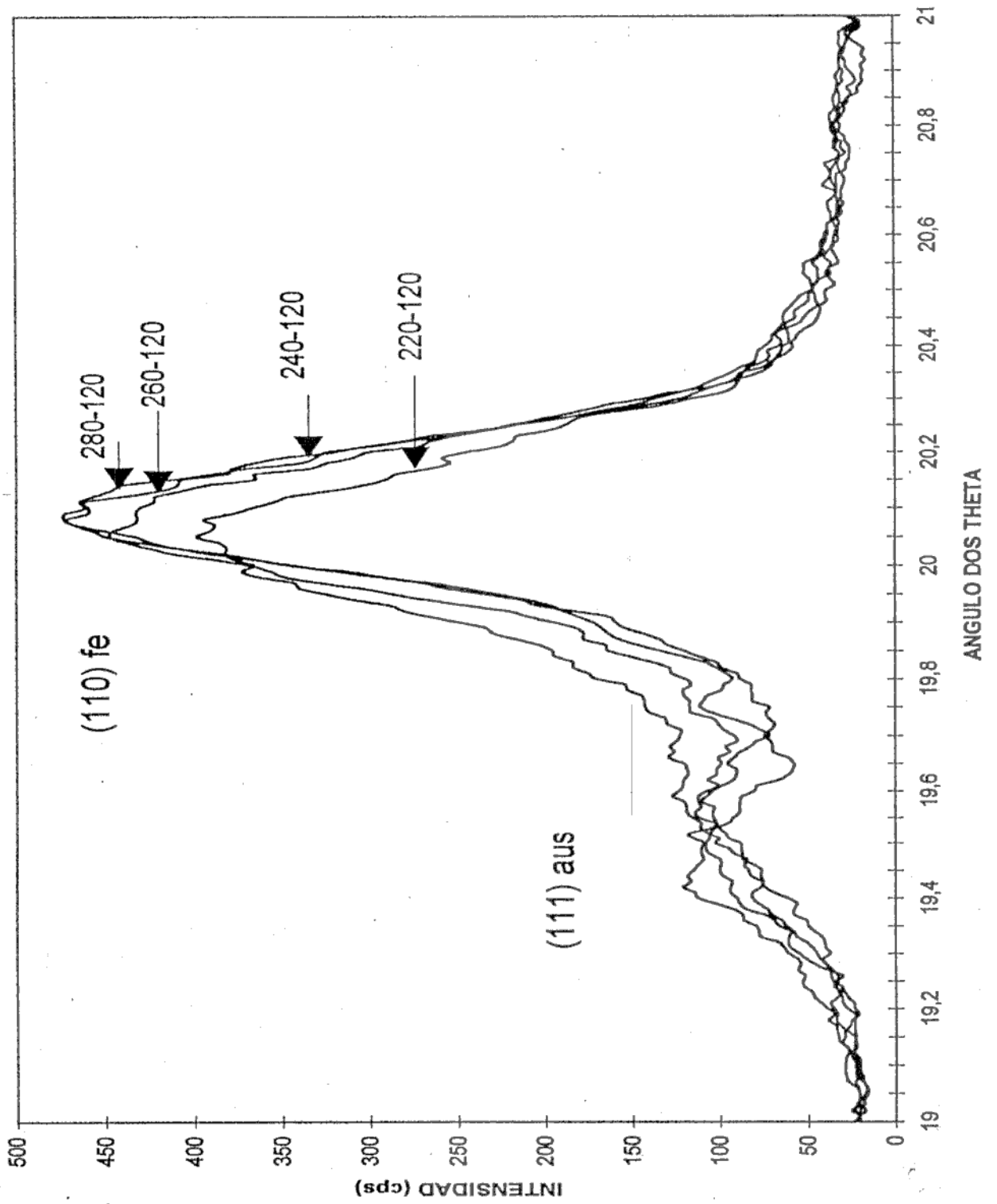


Figura 6.13: Difracción de RX de las muestras austemperizadas durante 120 minutos

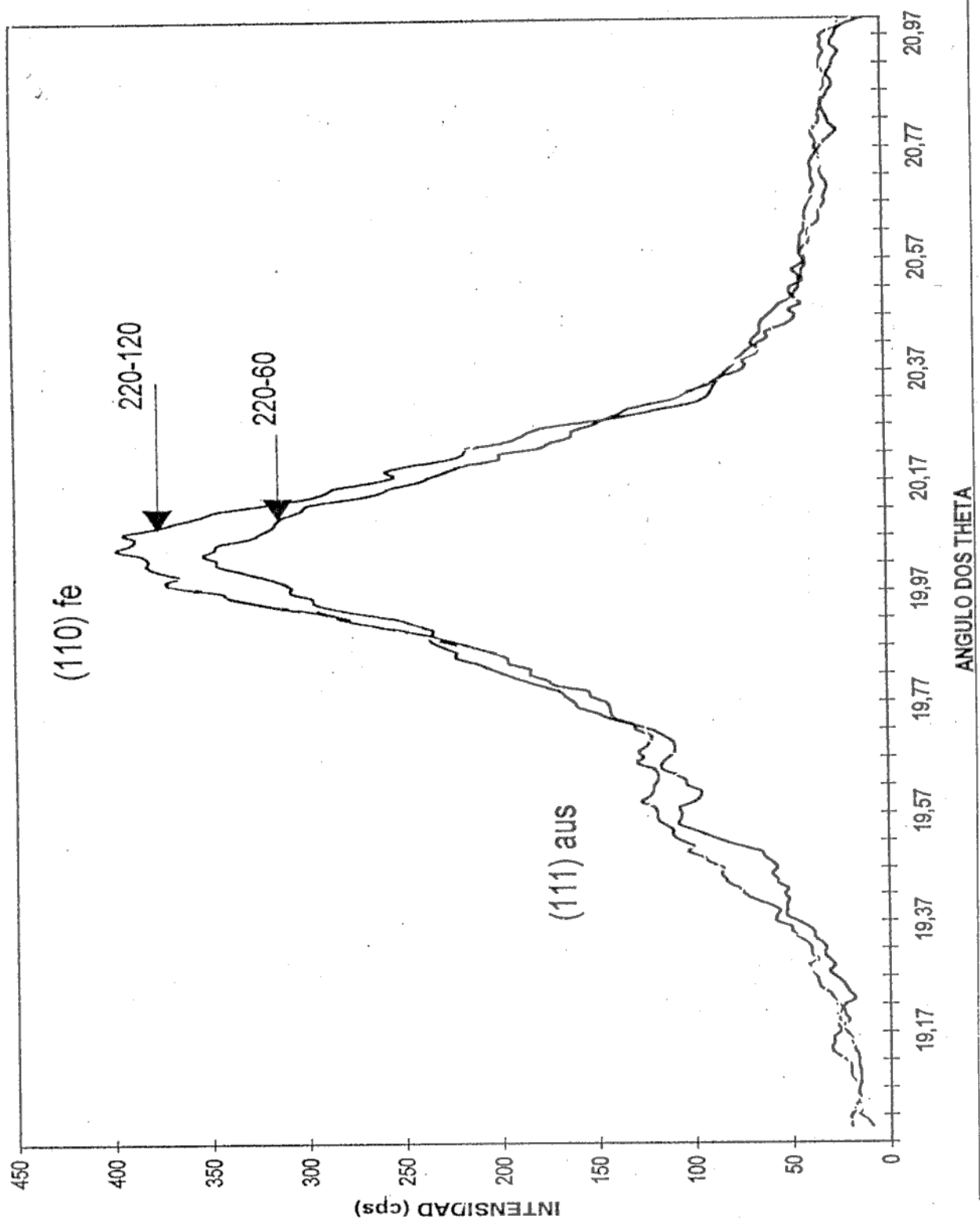


Figura 6.14: Diagramas de difracción de RX de la muestra austemperizada a 220C

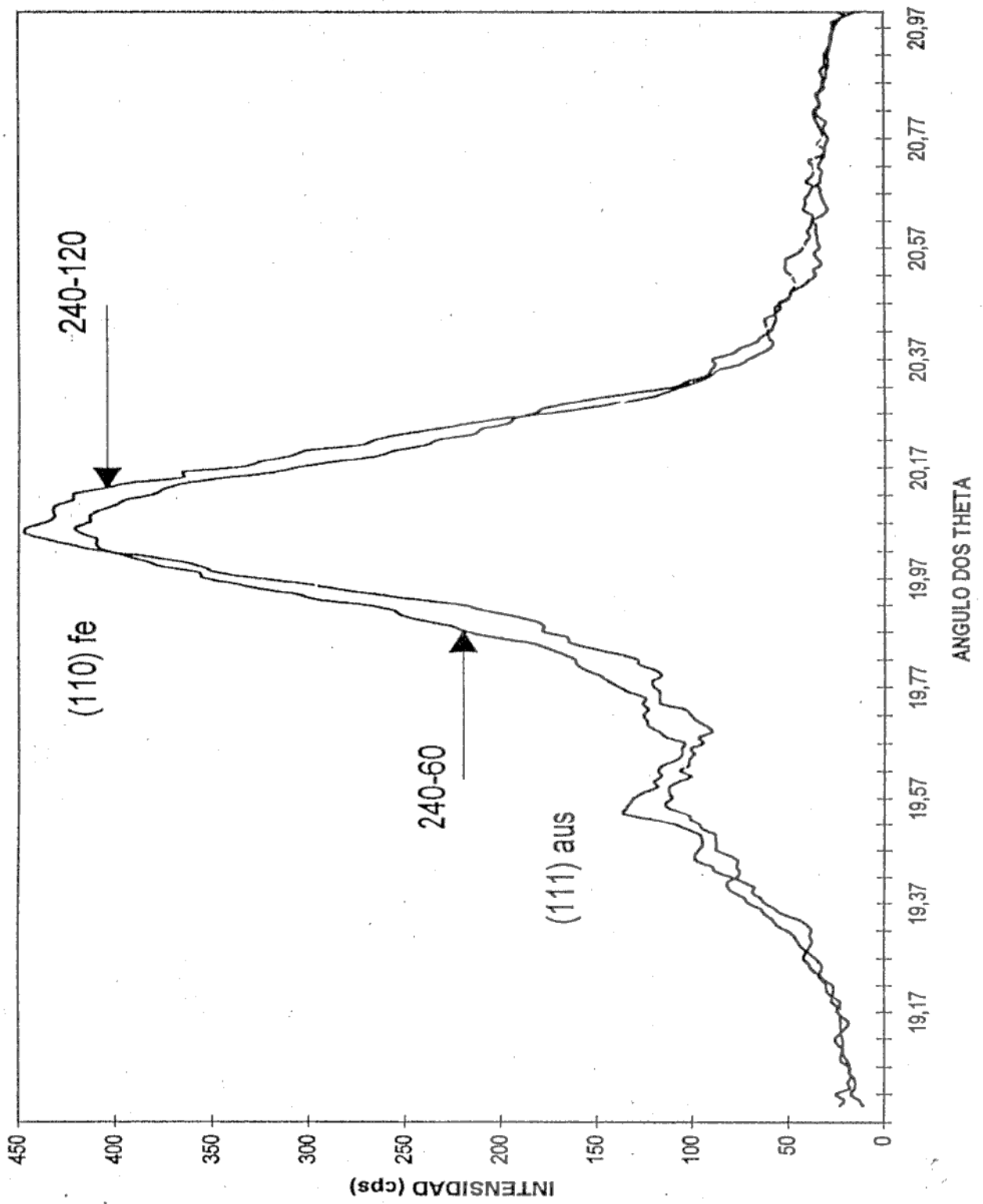


Figura 6.15: Diagrama de difracción de RX de la muestra austemperizada a 240C

### 6.3.2- Resistencia y alargamiento a la rotura.

La Figura 6.16 muestra la variación de la resistencia a la rotura, en función de la temperatura de austemperizado, para los dos tiempos de permanencia utilizados. La resistencia mecánica alcanza un máximo a los 260°C. El alargamiento a la rotura, Figura 6.17, disminuye con la temperatura de austemperizado, cayendo a valores menores al 2% para temperaturas inferiores a 260°C. Las muestras de 260°C, con una resistencia superior a 1600 MPa y un alargamiento a la rotura superior a 3%, satisfacen ampliamente los requisitos del grado 5 de la norma ASTM 897-90. Puede observarse que las curvas de resistencia para 60' y 120' difieren, al igual que las curvas de alargamiento, en mayor medida al disminuir la temperatura de austemperizado, siendo en todos los casos más favorables los valores para 120 minutos.

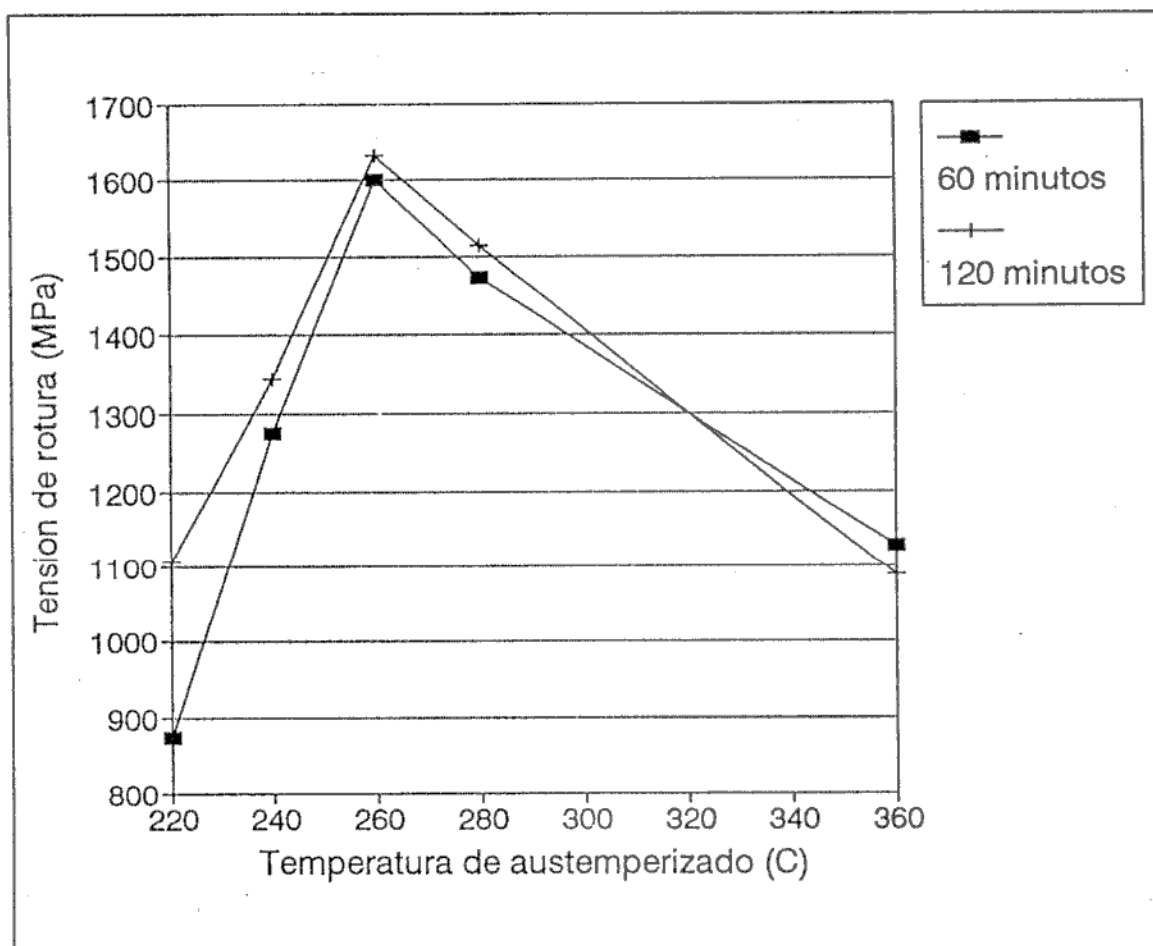


Figura 6.16: Resistencia a la rotura en función de la temperatura de austemperizado, para 60 y 120 minutos.

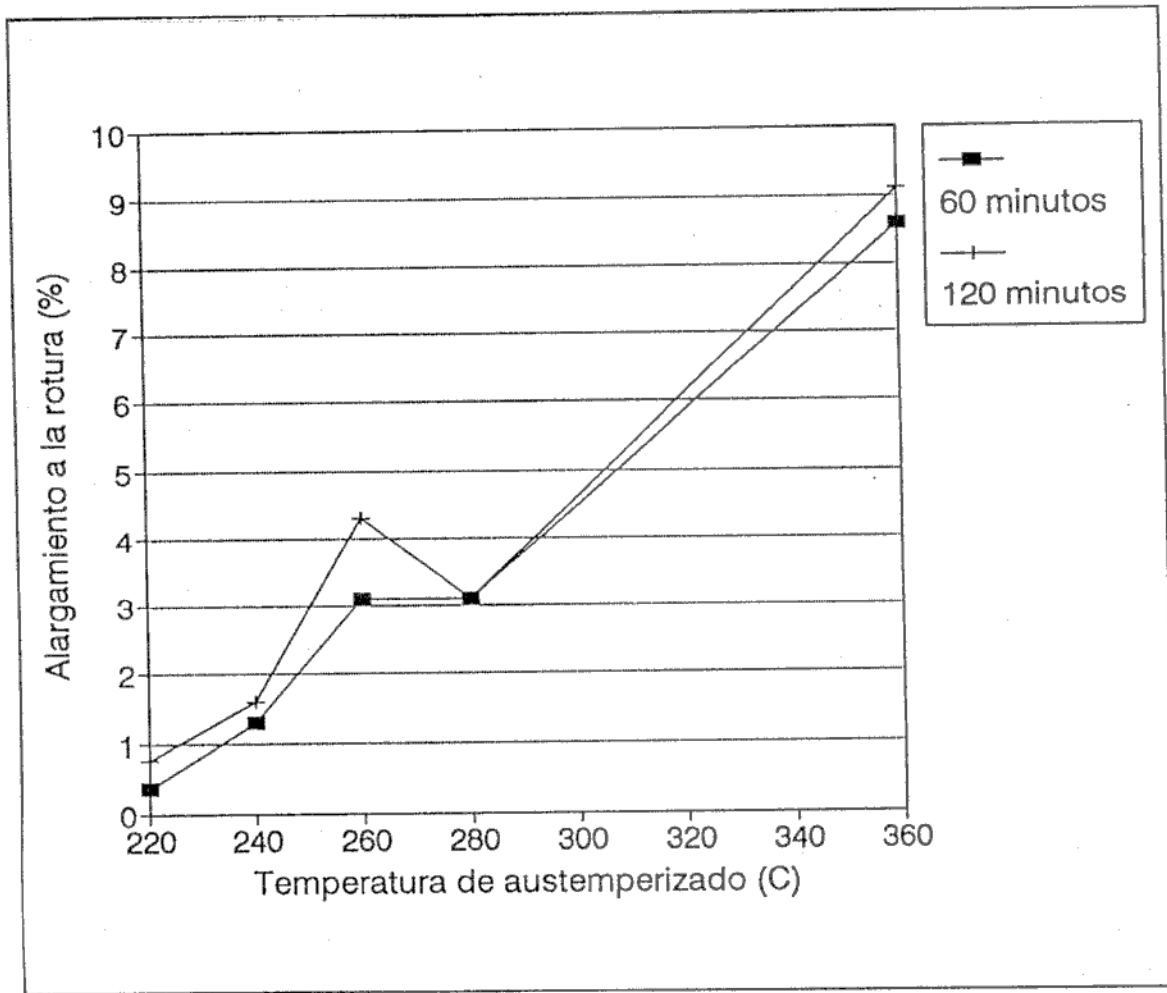


Figura 6.17: Alargamiento a la rotura en función de la temperatura de austemperizado, para 60 y 120 minutos

### 6.3.3- Dureza y Resistencia al Impacto.

La dureza, Figura 6.18, aumenta al disminuir la temperatura de austemperizado, observándose además una tendencia a registrar menores valores para los mayores tiempos de permanencia isotérmica, particularmente a las temperaturas de austemperizado más bajas.

La resistencia al impacto, Figura 6.19, disminuye al disminuir la temperatura de austemperizado, siendo mayores los valores para el tiempo de permanencia más prolongado. Respecto de los ensayos de impacto, cabe tener en cuenta que los mismos se han realizado sobre probetas no entalladas, en concordancia con los procedimientos de la norma ASTM 897-90. Sin embargo, de la observación de las probetas ensayadas surge claramente que la

fractura se produce a menudo en forma no perpendicular al eje mayor de la probeta de impacto, resultando en consecuencia un área superficial de fractura mayor que la sección transversal de la probeta. Es más, en general, para probetas de igual tratamiento térmico se miden mayores energías de impacto cuando las superficies de fractura son mayores. Este comportamiento justifica un incremento en la dispersión de los valores de los ensayos con probetas no entalladas. Para reparar en alguna medida las discrepancias observadas podría expresarse la energía absorbida por unidad de área de fractura. Alternativamente podrá considerarse la utilización de probetas entalladas en los casos en que el material alcance valores de tenacidad apreciables. Este último procedimiento posee la ventaja de permitir la comparación directa con las propiedades medidas en aceros de resistencia semejante.

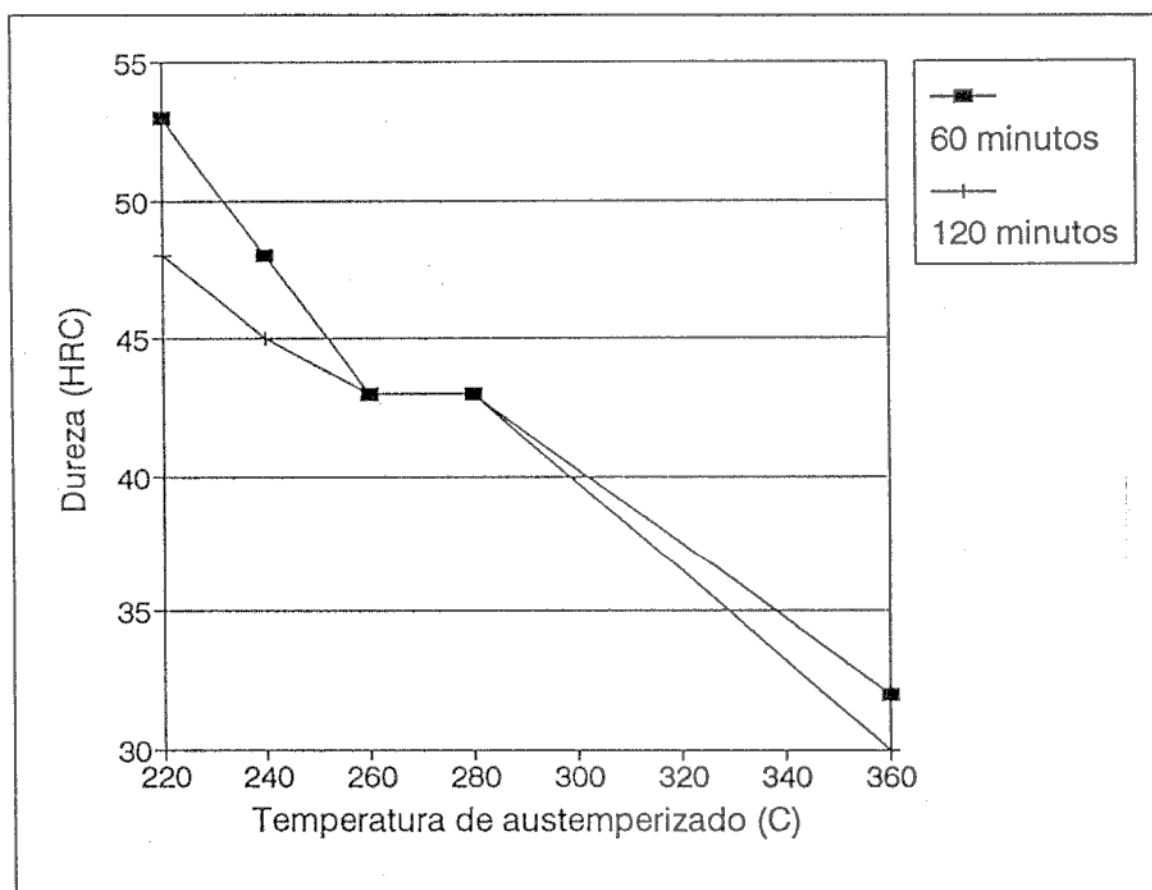


Figura 6.18: Dureza en función de la temperatura de austemperizado, para 60 y 120 minutos .



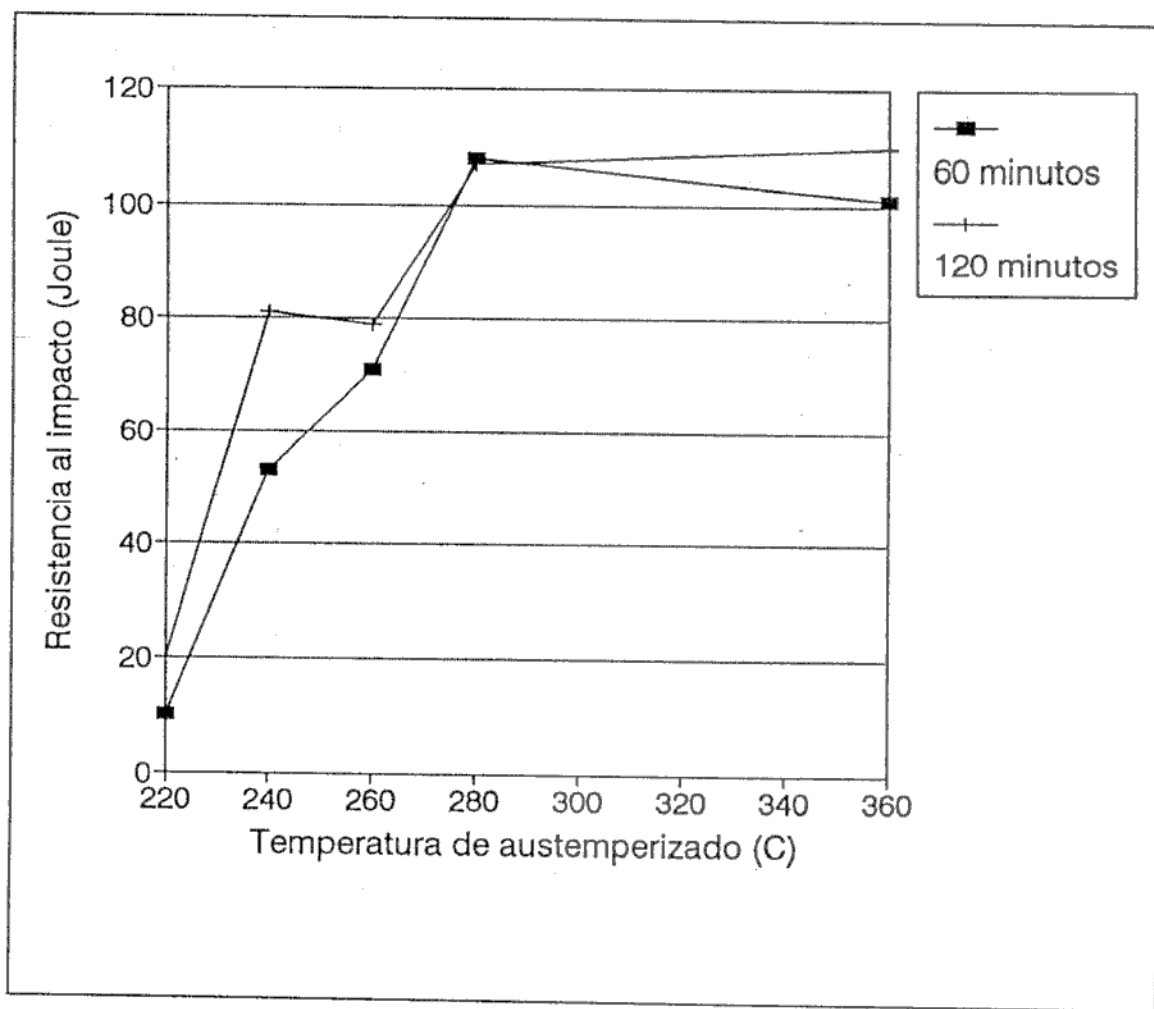


Figura 6.19: Resistencia al impacto en función de la temperatura de austemperizado, para 60 y 120 minutos.

#### 6.3.4- Resistencia al desgaste

La resistencia al desgaste, Figura 6.20, muestra un valor máximo para 240°C, presentando una evolución semejante para ambos tiempos de austemperizado. Es interesante notar que la resistencia al desgaste no guarda una relación lineal con la dureza, lo cual sugiere la existencia de diferencias microestructurales entre las distintas muestras.

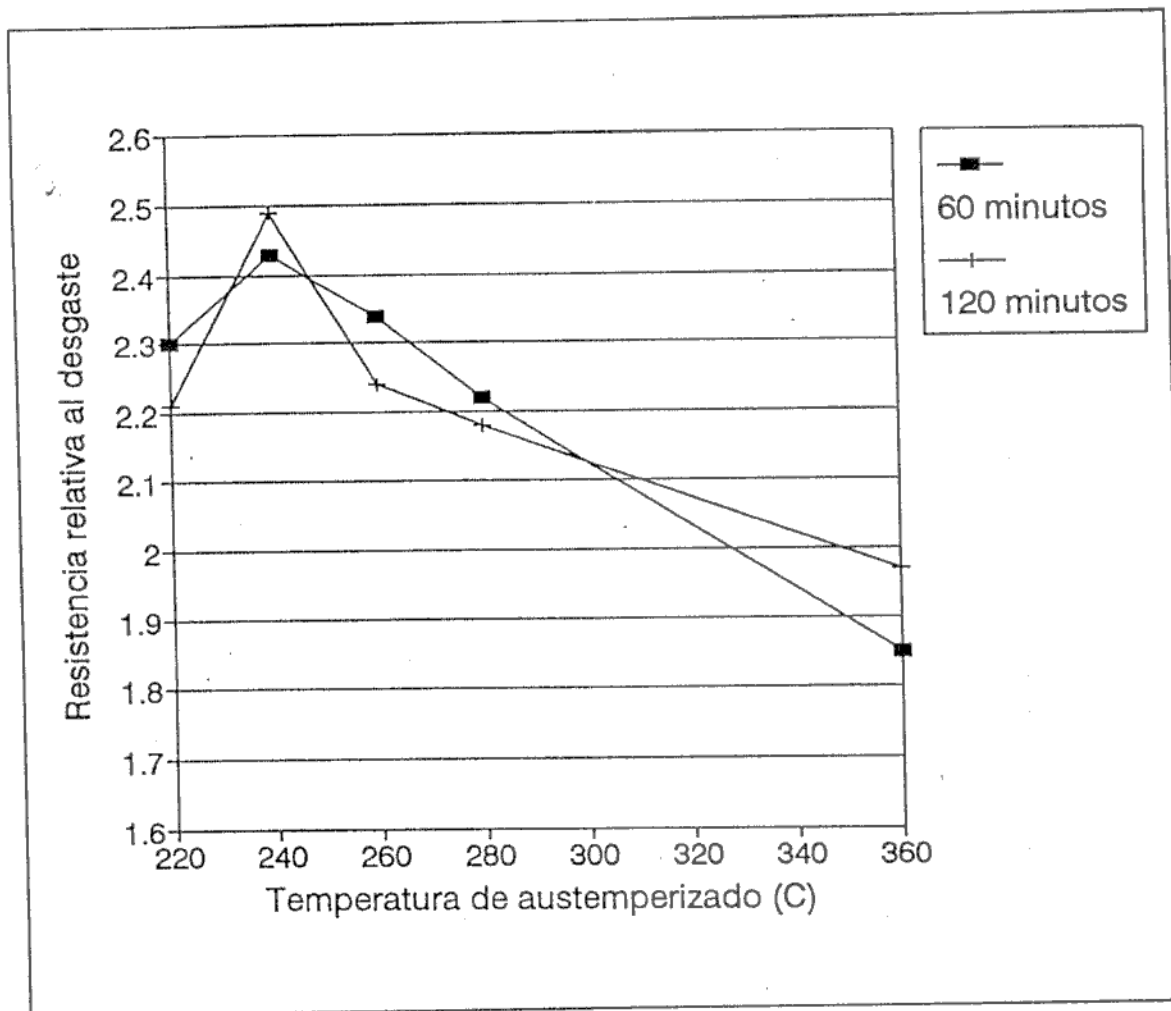


Figura 6.20: Resistencia al desgaste en función de la temperatura de austemperizado, para 60 y 120 minutos.

#### 6.4- DISCUSION Y CONCLUSIONES

Las observaciones microestructurales y de difracción de RX muestran que al disminuir la temperatura de austemperizado, la transformación isotérmica avanza con mayor lentitud. Las microestructuras correspondientes a las muestras austemperizadas a 360°C y aún a 280°C, muestran, tanto para mantenimientos isotérmicos de 60 como de 120 minutos, estructuras de ADI bien desarrolladas. Esto se refleja en la gran similitud observada en la resistencia, alargamiento, dureza, resistencia al impacto y resistencia al desgaste, para ambos tiempos de permanencia. En cambio, al disminuir la temperatura de austemperizado se verifican diferencias estructurales significativas entre las muestras de 60 y 120 minutos,

puestas en evidencia por las metalografías, los análisis de difracción de RX, y los distintos ensayos mecánicos. La mayor lentitud en el avance de la transformación, interpretada más profundamente en el capítulo IX, provoca que, luego de mantenimientos de 60 minutos, el enfriamiento hasta la temperatura ambiente encuentre una austenita poco enriquecida en C, que tiende a transformar en martensita. Lamentablemente las metodologías disponibles no han permitido diferenciar la ferrita de la martensita. Si bien cualitativamente ha quedado evidenciada la presencia de martensita, por el ensanchamiento y desplazamiento del pico 200 de ferrita, no ha sido posible observar el desdoblamiento esperado en varios picos de ferrita cuando existe martensita, como sucede con el pico 211 y el 112. Los únicos desdoblamientos observables a altos ángulos correspondieron a la separación entre las líneas  $K\alpha_1$  y  $K\alpha_2$  de la radiación de Mo incidente como se observa en la Figura 6.21.

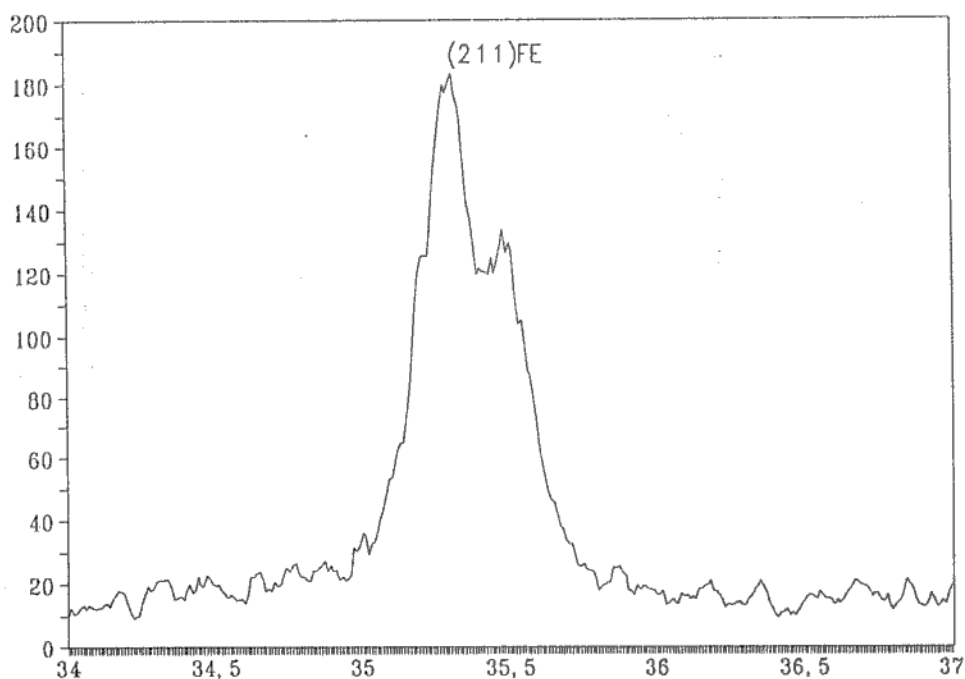


Figura 6.21: Diagrama de difracción de ADI 360C con desdoblamiento  $K\alpha_1$ - $K\alpha_2$ .

Las experiencias anteriores indican que, sobre la aleación estudiada, la obtención de

las mejores propiedades mecánicas empleando muy bajas temperaturas de austemperizado, inferiores a 260°C, requeriría la realización de mantenimientos isotérmicos sumamente prolongados que exceden los tiempos industrialmente aceptables. Alternativamente, y en aquellos casos en los que no resulte imprescindible el agregado de elementos de aleación mejoradores de la austemperabilidad del material, podrá recurrirse a fundiciones esferoidales de muy baja aleación o no aleadas. Estas fundiciones presentarán una cinética de austemperizado más rápida. Adicionalmente, el empleo de temperaturas de austenización más bajas podrá, en razón de la disminución del contenido de carbono disuelto, producir el mismo efecto que la baja aleación.

Los valores de propiedades mecánicas obtenidos muestran que la FE austemperizada, de la composición química y calidad metalúrgica empleadas en el presente estudio, presenta su máxima resistencia mecánica para temperaturas de tratamiento de 260°C y tiempos de permanencia isotérmica de 120'. El empleo de menores temperaturas de austemperizado no parece justificable, por cuanto solo conduce a mejoras en la dureza, y en menor medida en la resistencia al desgaste, pero ocasiona decaimientos importantes en las demás propiedades. Las propiedades mecánicas medidas se listan en las últimas líneas de la **Tabla VI.I**, junto con los valores correspondientes a aceros de construcción templados y revenidos de utilización frecuente, y a fundiciones esferoidales austemperizadas según norma. De la comparación de los valores surge claramente la significación de las propiedades de las fundiciones esferoidales austemperizadas, que alcanzan en muchos casos resistencias a la rotura superiores a las de aceros de mayor costo, aún cuando debe resaltarse que las ADI muestran menor alargamiento a la rotura. Si a estas características se suma la muy buena resistencia al desgaste, evidenciada en trabajos de otras líneas de investigación de la División Metalurgia de INTEMA [45,46,47], es válido suponer que es efectivamente posible emplear con éxito ADI de baja temperatura en usos que requieran alta resistencia mecánica y al desgaste.

Tabla VI.I: valores comparativos de tensión de rotura y alargamiento para aceros fundidos, laminados y fundiciones esferoidales austemperizadas.

MATERIAL	ESTADO	$\sigma_r$ (MPa)	$\delta\%$
SAE 4330 fundido	bonificado	1200	10%
SAE 4140 fundido	"	1250	6%
SAE 4140 laminado	"	1200	10%
SAE 1052 laminado	"	1300	7%
FUNDICION ESFEROIDAL	ADI grado 1	850	10%
FUNDICION ESFEROIDAL	ADI grado 3	1200	4%
FUNDICION ESFEROIDAL	ADI grado 5	1600	N/A
FUNDICION ESFEROIDAL	AUSTEMP. 360°C - 120'	1088	9,1%
FUNDICION ESFEROIDAL	AUSTEMP. 260°C - 120'	1633	4,3%

## CAPITULO VII

### ESTABILIDAD MICROESTRUCTURAL DE FUNDICIONES ESFEROIDALES AUSTEMPERIZADAS

La microestructura de la matriz de ADI, compuesta por una fina mezcla de ferrita y austenita, es única en la metalurgia de férreos. Esta inusual combinación de fases es la base que posibilita su utilización satisfactoria en muchas aplicaciones, donde se requieren alta tensión de fluencia, alta resistencia a la rotura y buena resistencia a la fatiga y al desgaste.

Aunque el uso de ADI se ha difundido a muchos campos, su mercado no ha crecido en la medida esperable, considerando sus relativas ventajas técnico económicas. Las demoras en su aplicación se han atribuido a una divulgación insuficiente. Sin embargo se debe también tener en cuenta que los diseñadores mecánicos emplean generalmente criterios conservativos y no están dispuestos a sustituir por ADI materiales ya suficientemente probados. Esto es especialmente verdadero en situaciones donde la estabilidad microestructural y mecánica son la consideración primaria.

Un componente es considerado estable si la influencia de variables externas (tensión, deformación, temperatura, corrosión y radiación), no comprometen su funcionamiento. Los ejemplos de las características deseables durante el servicio pueden ser tan simples como el mantenimiento de la dimensión deseada (estabilidad dimensional), el mantenimiento de la capacidad de carga (estabilidad mecánica), o la resistencia al creep y a la transformación martensítica (estabilidad microestructural) durante la carga y las exposiciones a temperatura.

La integridad microestructural, y por lo tanto la estabilidad mecánica, dimensional y microestructural de ADI, depende directamente de la estabilidad de la austenita reactivada.

Los orígenes de cualquier posible inestabilidad de la estructura ausferrítica estarán siempre relacionados con las energías libres de cada configuración o mezcla de fases[48]. Es así que pueden identificarse las siguientes condiciones en la ferrita y la austenita:

**Ferrita:** esta fase se encuentra precipitada en forma de pequeños cristales aciculares. Su contenido de carbono es probablemente mayor que el que corresponde a la temperatura ambiente. En consecuencia la ferrita podrá, provistas las

condiciones de movilidad atómica necesarias, reyectar carbono, hacer crecer su grano para disminuir la energía de interfase, o eventualmente recrystalizar.

**Austenita:** la austenita reactivada se transforma en ferrita y carburos en caso que el mantenimiento isotérmico a la temperatura de austemperizado se prolongue excesivamente. Esta es, en si, una fuente de inestabilidad e indica que la mezcla ferrita austenita no representa un estado de mínima energía. Adicionalmente, la austenita reactivada que se retiene a temperatura ambiente luego de interrumpir el tratamiento de austemperizado, podrá transformarse en otras fases, ya sea por enfriamiento subcero, transformando en martensita, como por calentamientos que provean la suficiente movilidad atómica, transformando en ferrita y carburos. Adicionalmente la austenita podrá transformar en martensita por efectos mecánicos, es decir por la aplicación de tensiones o deformaciones.

La probable desestabilización de la ferrita parece, en principio, poco probable y de menor significación. La transformación de la austenita por enfriamientos sub-cero es poco probable en elementos de máquina de uso normal, más aún teniendo en cuenta el bajo valor de  $M_s$  que será descrito más adelante. En cambio, el aumento de la temperatura de un componente mecánico construido en ADI por encima de la temperatura ambiente es un hecho muy probable[49]. Los calentamientos podrán obedecer tanto a condiciones de servicio muy exigidas, como a etapas de la fabricación de una pieza, tales como los procesos de mecanizado o de recubrimiento superficial.

Como se ha descrito en el capítulo II, son escasos los reportes acerca de la velocidad del daño microestructural y su acumulación en ADI, y muy poco ha sido estudiado sobre la descomposición de la ausferrita durante un recalentamiento. Existen, adicionalmente, muy pocos trabajos sobre envejecimiento de estructuras de ADI.

El objetivo de este capítulo es identificar los mecanismos que gobiernan la descomposición de  $\gamma_{(fe)}$ , producida tanto por tiempos de austemperizado excesivos, como por recalentamientos posteriores de la estructura de ADI. Se realizarán estudios sistemáticos de los cambios en la microestructura y en las propiedades mecánicas de estructuras de ADI expuestas a distintas temperaturas por tiempos de hasta 456 horas.

### 7.1- Comparación de la transformación $\gamma_{(hc)} \rightarrow \alpha + \text{carburos}$ en ADI, durante el sobreautemperizado y el envejecimiento

La austenita enriquecida en carbono ( $\gamma_{(hc)}$ ) producida en el austemperizado esta, en rigor, en un estado termodinámicamente inestable. Sin embargo, la baja movilidad atómica existente a temperatura ambiente hace que esta fase alcance un estado metaestable, que puede transformarse en una mezcla de ferrita y cementita, disminuyendo su energía libre. La descomposición se produce si se dan las condiciones de temperatura y tiempo necesarias[50][51].

La descomposición de  $\gamma_{(hc)}$  puede producirse por el efecto combinado de temperaturas y tiempos, en particular bajo dos circunstancias: tiempos de austemperizados excesivamente largos, que denominaremos "sobreautemperizados", y recalentamientos de la estructura de ADI a temperaturas por encima de la ambiente, a los que se denominará "envejecimiento"[52,53].

Debe distinguirse entre el austemperizado, el sobreautemperizado y la reacción de envejecimiento en ADI. En un austemperizado, la muestra totalmente austenizada se templea en un baño isotérmico y se mantiene suficiente tiempo para que la austenita reaccione, formando ferrita acicular y austenita reactada enriquecida en carbono, que puede alcanzar valores de carbono entre 1,6 y 2,0%. Esta mezcla de fases se "congela" por un enfriamiento a temperatura ambiente. El sobreautemperizado sobreviene cuando el mantenimiento isotérmico se realiza por un período suficientemente prolongado como para producir la descomposición de la austenita reactada y la consecuente precipitación de carburos.

Por otro lado, el envejecimiento es la eventual transformación de la estructura ausferrítica, que podrá producirse cuando la muestra austemperizada y enfriada hasta temperatura ambiente luego del tratamiento isotérmico es posteriormente recalentada. Las diferencias entre el sobreautemperizado y el envejecimiento pueden resultar sutiles. A igualdad de temperaturas, las condiciones termodinámicas en uno u otro proceso aparecen como enteramente semejantes, al igual que las posibilidades de difusión de las especies químicas involucradas. Sin embargo, el enfriamiento hasta temperatura ambiente, sufrido por las muestras a envejecer, pero no por las que sufren un sobreautemperizado, podrá haber causado la nucleación y el crecimiento de precipitados que podrían influenciar la cinética de reacción, produciendo una cierta refractariedad en la continuación de la transformación a



temperatura de austemperizado.

Es importante notar que la cinética de esta transformación depende de la composición química de la aleación y de la temperatura de austemperizado. La cinética de transformación de las regiones intercelulares (últimas en solidificar-LTF), puede diferir de las primeras en solidificar (FTF), dependiendo del tipo y la cantidad de elementos segregados.

En esta sección se identifican los mecanismos de degradación de la estructura de ADI durante la etapa dos y se los compara con los observables luego de permanencias a temperaturas de muestras de ADI correctamente austemperizadas.

### 7.1.1- Metodología experimental

Se realizaron tratamientos de ADI a tiempos óptimos y a tiempos excesivamente prolongados, exponiendo posteriormente las muestras óptimas a temperaturas y tiempos semejantes a los de austemperizado. La evolución estructural fue seguida por microscopía óptica y SEM. Las fases presentes fueron identificadas por medio de difracción de RX.

Las muestras empleadas fueron obtenidas a partir de bloques Y (ASTM A395) de la composición química listada en la **Tabla 7-I**. Se mecanizaron cilindros de 11mm de diámetro y 210mm de longitud, que fueron austenizados a 920°C durante 90 minutos y posteriormente austemperizados en un baño de sales fundidas a 360°C.

ELEMENTO	C	Si	Cu	Mn	Ni	Mo	Mg
CONCENTRACION(%)	3,13	2,52	0,68	0,26	0,52	0,20	0,026

**Tabla 7-I:** Composición química de la aleación utilizada

La secuencia de tratamiento térmico se encuentra descripta esquemáticamente en la **Figura 7.1**. Un primer grupo de muestras, identificado como serie B, fue extraído del baño isotérmico a los 90 minutos, tiempo óptimo para esta aleación. Otro grupo de muestras, serie A, fue mantenido en el baño por tiempos prolongados, extrayendo muestras a las 24, 48, 72, 120 y 170 horas.

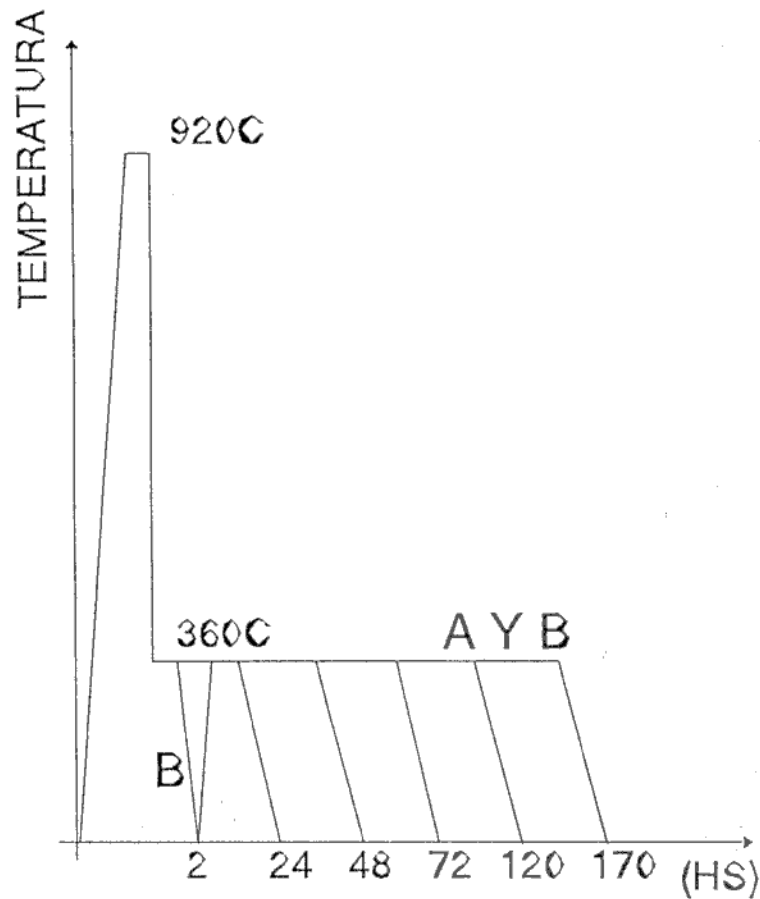


Figura 7.1: Esquema de los tratamientos térmicos realizados.

Las probetas de la serie B fueron, posteriormente, introducidas nuevamente en el baño isotérmico, y mantenidas por tiempos totales idénticos a los de la serie A.

La identificación de las muestras y los tiempos de tratamiento se detallan en la **Tabla 7.II**.

El material en estado de austemperizado correcto se refiere como ADI.

A partir de los cilindros así tratados, se mecanizaron probetas de tracción ASTM E8-57T de 6,25mm de diámetro.

Los espectros de difracción de RX fueron obtenidos en un difractómetro Philips, con radiación de Mo  $K\alpha$ , empleando filtro de Zr; 40KV, 20 mA y 50KV, 30 mA. Las probetas empleadas consistieron en planos mecanizados sobre los extremos de las probetas de tracción.

Tiempo de Mantenimiento Isotérmico	24 hs	48 hs	72 hs	120 hs	170 hs
Probetas Serie A	A1	A2	A3	A4	A5
Probetas Serie B	B1	B2	B3	B4	B5

Tabla 7.II: Identificación de las probetas empleadas.

### 7.1.2- Resultados obtenidos

#### 7.1.2.1- Identificación y balance de fases

La Figura 7.2 muestra el diagrama de difracción para una muestra en su estado inicial (ADI) para ángulos  $2\theta$  entre 17 y 42 grados. El diagrama es el típico para una muestra correctamente austemperizada, en el cual es posible apreciar picos de austenita junto a picos de ferrita. No se observa pico alguno de grafito, por cuanto no existe ninguna línea de intensidad significativa en el rango de espaciados interplanares investigado.

A partir del diagrama de difracción puede determinarse el parámetro de red de la austenita estabilizada. Esto fue llevado a cabo a través de la medición de la posición de los picos de difracción disponibles, convirtiendo los ángulos difractados en parámetros de red usando técnicas convencionales [54].

Considerando que:

$$\lambda = 2 d \operatorname{sen}\theta \quad [7.1]$$

y  $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0,711\text{A}$

se despeja

$$d = 0,711 / 2 \operatorname{sen}\theta \quad [7.2]$$



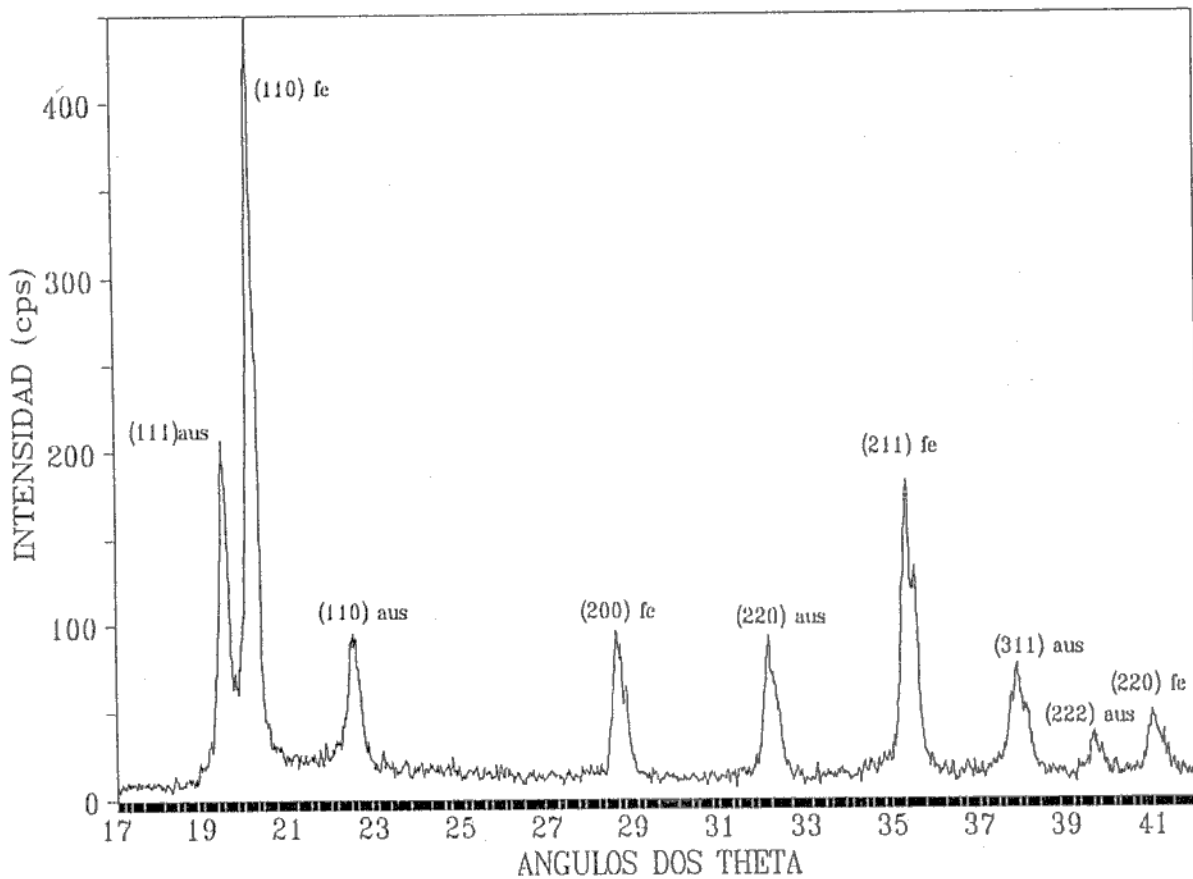


Figura 7.2: Diagrama de difracción de una muestra en su estado inicial (ADI) para ángulos  $2\theta$  entre 17 y 42 grados (50KV, 30mA).

El ángulo  $2\theta$  medido en el diagrama de difracción para el pico (111) de austenita es 19,49 grados, por lo tanto  $\theta$  es 9,745 grados, resultando:

$$d = 0,711 / 2\text{sen}(9,79) = 2,10$$

Para una red cúbica la distancia  $d$  entre los planos (111) es:

$$d = a/\sqrt{3} \tag{7.3}$$

donde  $a$  es el parámetro de red. Por lo tanto a una distancia  $d=2,10$  corresponde un parámetro de red  $a=3,638\text{\AA}$

El contenido de carbono de la austenita ( $C_\gamma$ ) puede determinarse a partir de la ecuación [54]:

$$a_\gamma = 3,548 + 0,044 * C_\gamma \quad [7.4]$$

Conociendo el parámetro de red,  $a= 3,638\text{\AA}$ , la ecuación [7.4] permite calcular el contenido de carbono de la austenita, que resulta igual a 2,04%. Este valor se encuentra dentro del rango habitual citado por la literatura [50,55].

La temperatura de comienzo de la transformación martensítica,  $M_s$ , depende de los contenidos de carbono, de silicio y de otros elementos presentes en el material. La siguiente expresión ha sido reportada en la literatura [50], para un acero con 2,5% de Si:

$$M_s = 400 - 260 * C_\gamma \quad [7.5]$$

Para una aleación semejante a la usada en este trabajo, con contenidos medios de aleación (Cu, Ni, Mo), además de C y Si se corrigió la expresión anterior para  $M_s$  [43] llegando a :

$$M_s = 400 - 260 * C_\gamma - 21 \quad [7.6]$$

donde el término 21 tiene en cuenta el efecto de los elementos de aleación.

Sustituyendo en esta aleación  $C_\gamma$  por el valor determinado anteriormente, 2,04%, se obtiene una temperatura para  $M_s$  de  $-151\text{C}$ . Este valor justifica la presencia de austenita retenida a temperatura ambiente luego de realizado el austemperizado de la FE.

La cantidad de fases presentes en la microestructura de una muestra de ADI puede calcularse en forma aproximada en base a un balance de masas. Bajo la suposición que no existe flujo de carbono entre nódulos y matriz a la temperatura de austemperizado, la austenita de contenido de carbono  $C_\gamma$ , se descompone en  $\alpha$  de contenido  $a$  de carbono y  $\gamma$  de

contenido b de carbono:

$$C_{\gamma} = a (\% \alpha) + b (\% \gamma_{hc}) \quad [7.7]$$

y

$$(\% \alpha) + (\% \gamma_{hc}) = 100 \quad [7.8]$$

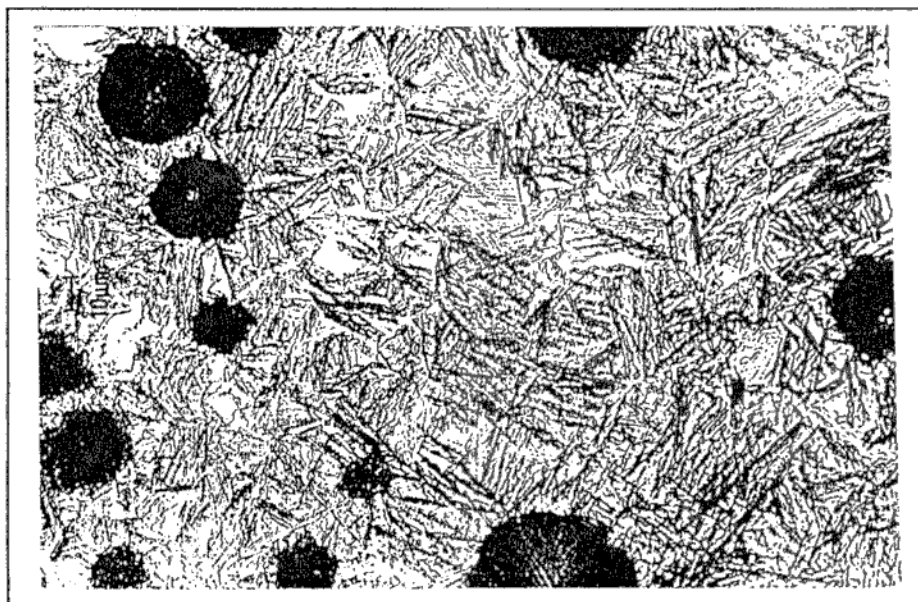
Para esto resulta necesario conocer el contenido de C presente en la matriz previo al enfriamiento hasta la temperatura de austemperizado. Elliot et al [44], publican la siguiente expresión para calcular el contenido de carbono de la austenita a la temperatura de austemperizado, en función de la temperatura de austemperizado y del contenido de silicio de la aleación:

$$C_{\gamma} = T_{\gamma}/420 - 0,17(\%Si) - 0,95 \quad [7.9]$$

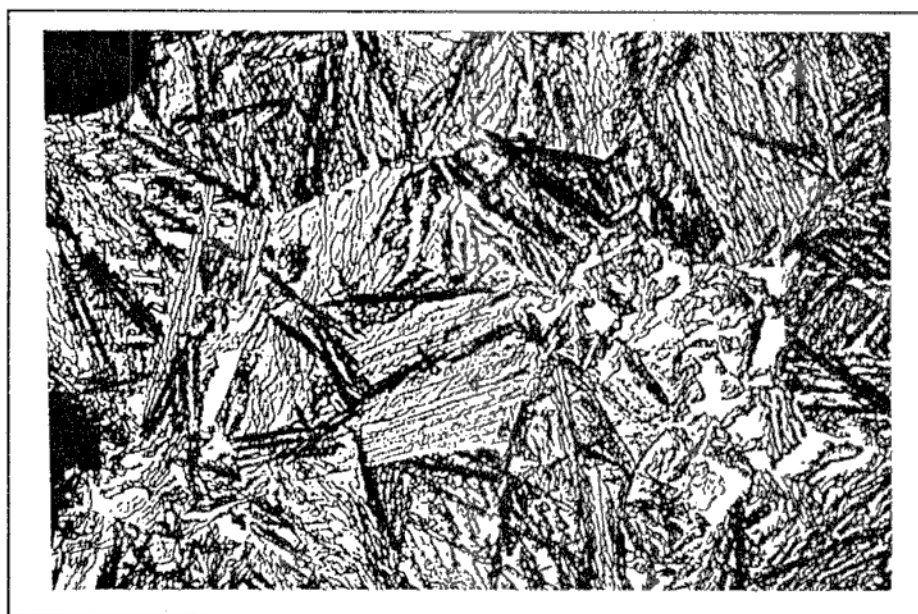
Para una temperatura de austemperizado ( $T_{\gamma}$ ) de 920C y un contenido de Si de 2,52%, como los empleados, se obtiene un contenido de carbono en austenita  $C_{\gamma} = 0,81\%$ .

Empleando el valor del contenido promedio de carbono en la austenita reactivada, calculado en base al parámetro de red, para una muestra austemperizada a 360C, y despreciando el contenido de carbono en la ferrita [55], se obtiene, despejando de la ecuación [7.7], un contenido de austenita aproximado de 39,2%. Este valor es del orden de los valores reportados en la literatura [27, 29] para tratamientos térmicos y composiciones químicas semejantes.

Las microestructuras de la muestra austemperizada a 920C por 90 minutos y luego austemperizada a 360C por 90 minutos, **Figura 7.3a-b**, muestran una estructura típica de ADI de alta temperatura compuesta esencialmente por agujas de ferrita con austenita retenida.



a)



b)

Figura 7.3a-b: Micrografías de ADI austemperizado a 360C.  
Magnificación indicada en la figura.

Los análisis realizados sobre las muestras ADI, tanto por difracción de RX (Figura 7.2), como por metalografía óptica (Figura 7.3), demuestran que se trata de una estructura de ADI convencional, con una morfología y proporción de fases correspondientes con la temperatura de tratamiento empleado y con la composición química del material base.

Los mecanismos de degradación de la estructura de ADI durante el sobreautemperizado fueron observados en muestras de la serie A, Tabla 7.I. En la Figura 7.4 se observan los diagramas de difracción de R-X para las muestras A1, A2, A3, A4 y A5, superpuestas. Se observa que los picos de austenita van desapareciendo gradualmente al prolongarse el tiempo de permanencia a temperatura, mientras que los picos de ferrita aumentan su intensidad. Puede apreciarse que luego de austemperizados de 120 horas las intensidades de los picos de austenita han caído por debajo de niveles detectables.

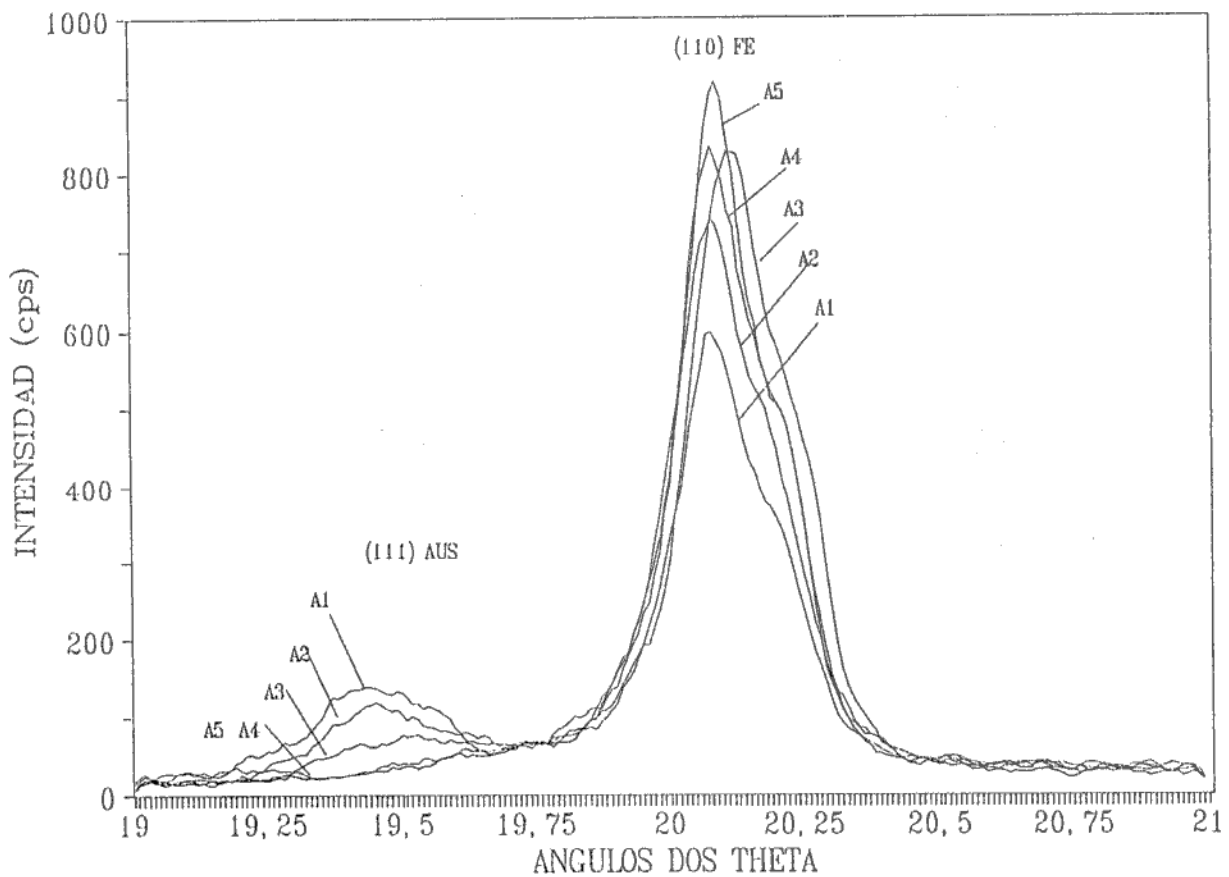
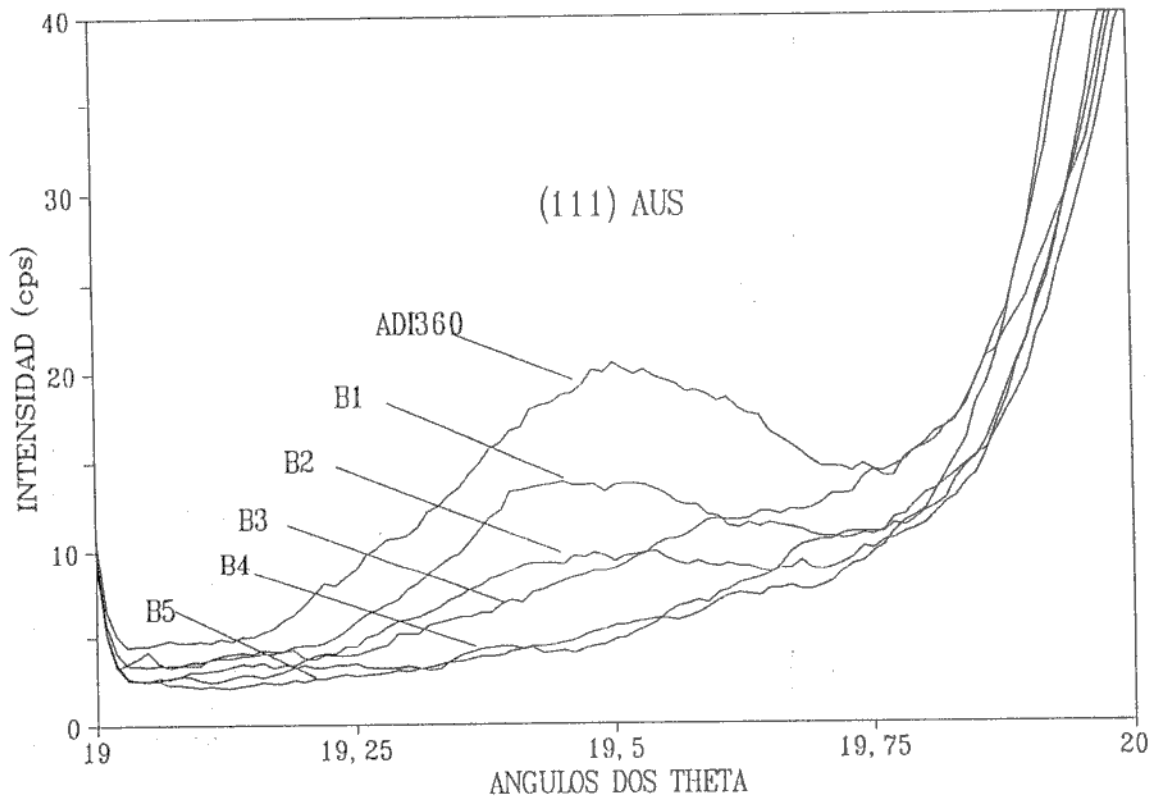


Figura 7.4: Diagramas de difracción de RX para las muestras de la serie A, para ángulos  $2\theta$  entre 19 y 21 grados (50KV, 30mA).



El efecto del envejecimiento fue observado sobre las muestras de la Serie B. La **Figura 7.5** muestra los diagramas de difracción para ángulos de  $2\theta$  comprendidos entre 19 y 20 grados, superpuestos con el diagrama de la muestra de ADI, correctamente austemperizada. Al igual que lo sucedido con la serie A es posible apreciar que luego de 120 horas (B4), los picos de austenita presentan intensidades no detectadas por el equipo utilizado. La evolución de la degradación de la estructura, analizada a partir de los diagramas de difracción de las **Figuras 7.4 y 7.5** para ambas series, es enteramente semejante.



**Figura 7.5:** Diagramas de difracción de RX para muestras de la serie B, para ángulos  $2\theta$  entre 19 y 20 grados (40KV, 20mA).

La intensidad relativa de los picos de austenita (111), mostradas en las Figuras 7.5 y 7.6, para las series B y A respectivamente, evidencia la progresiva disminución del contenido de austenita en las muestras a medida que avanza el proceso de degradación.

Como ya se ha discutido, la desaparición de austenita debería dar lugar a la precipitación de ferrita y carburos. En consecuencia, y procurando establecer la presencia efectiva de estos carburos, se realizaron barridos cuidadosos en el rango de  $2\theta$  entre 17 y 18 grados, donde se esperan picos correspondientes a los carburos de más probable aparición. Sin embargo no se logró detectar pico alguno, en coincidencia con las observaciones de otros autores [29-13]. La difracción de R-X es una técnica efectiva para identificar fases cuando hay una fracción en volumen suficiente de la fase deseada para dar una intensidad de picos medible.

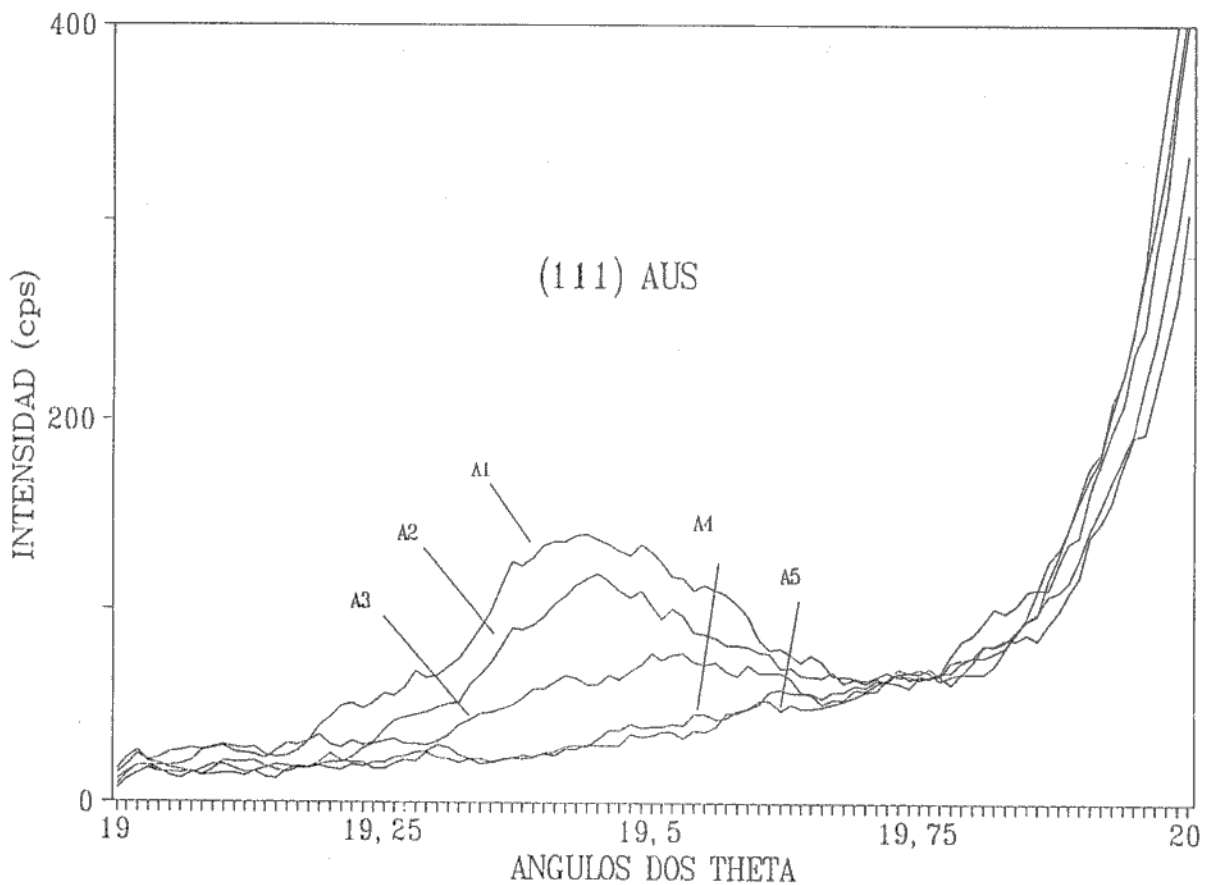


Figura 7.6: Diagrama de difracción de RX para muestras de la serie A, para ángulos de  $2\theta$  entre 19 y 20 grados (50KV, 30mA).

La fase carburo está presente en una fracción en volumen relativamente pequeña (menos del 15%), resultando en bajas intensidades de difracción, que se hacen aún menores debido al pequeño tamaño de las partículas, lo que contribuye al ensanchamiento de los picos, y a la relativamente baja simetría de la estructura cristalina de la fase carburo, que conduce a un gran número de picos de difracción de baja intensidad. Además, algunos de los picos más intensos de carburo son enmascarados por picos vecinos relativamente más intensos de ferrita y austenita. En resumen, estos factores hacen que la detección directa de carburos por difracción de R-X resulte sumamente difícil. Por lo tanto para poder seguir el proceso de degradación se utilizan técnicas indirectas, como el seguimiento de la desaparición de los picos de austenita en los diagramas de difracción.

La Figura 7.7 muestra los diagramas de difracción para las muestras A3 y B3, entre 19 y 23, en donde se observa la gran similitud de ambos.

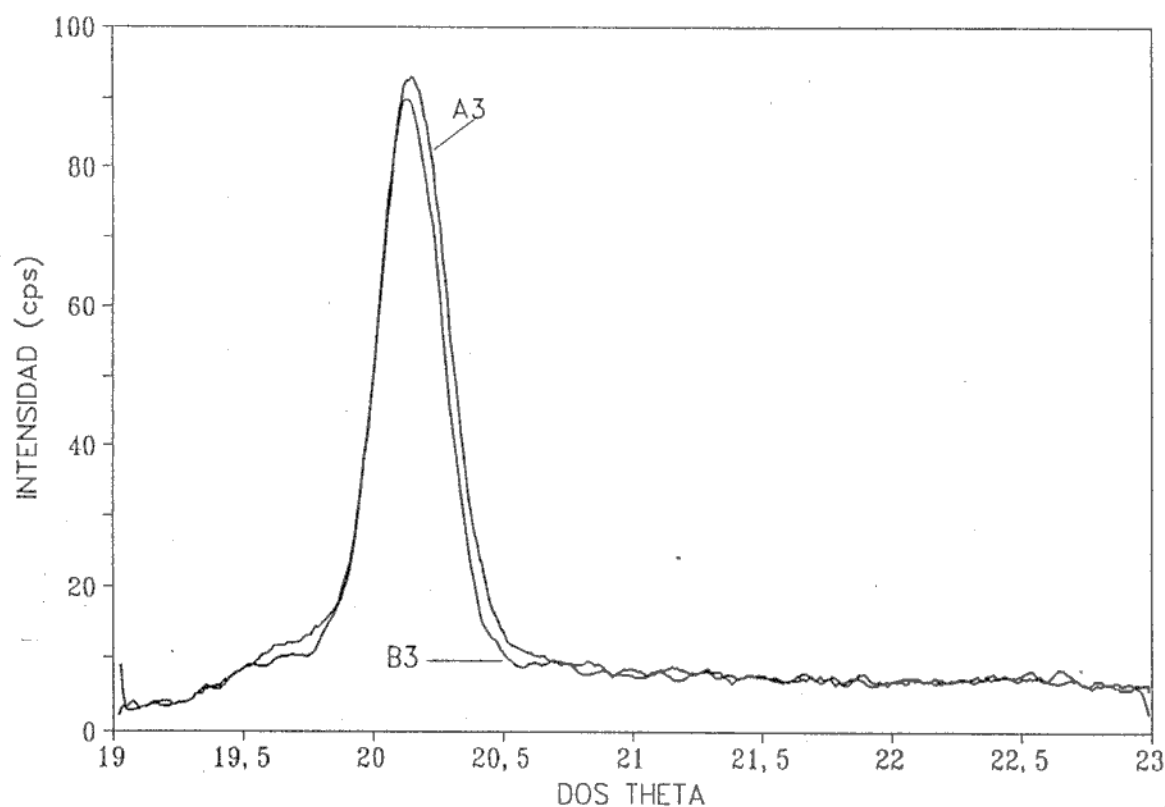


Figura 7.7: Diagramas de difracción de RX de las muestras A3 y B3 (40KV, 20mA).

7.1.2.2- Propiedades Mecánicas

La Figura 7.8 muestra las variaciones de la resistencia mecánica y el alargamiento a la rotura en función del tiempo a temperatura. Es posible observar que, para ambas series de probetas, la resistencia mecánica permanece aproximadamente constante, mientras que el alargamiento a la rotura cae marcadamente. En la Tabla 7.III puede observarse que la dureza, para ambas series se mantiene aproximadamente invariable. Los cambios observados son enteramente semejantes para ambas series.

TIEMPO DE MANTENIMIENTO A 360C (HS.)		12	24	48	72	120
DUREZA (HRC)	A	37	38	39	39	38
	B	36	38	39	39	39

Tabla 7.III: Evolución de la dureza de las series A y B.

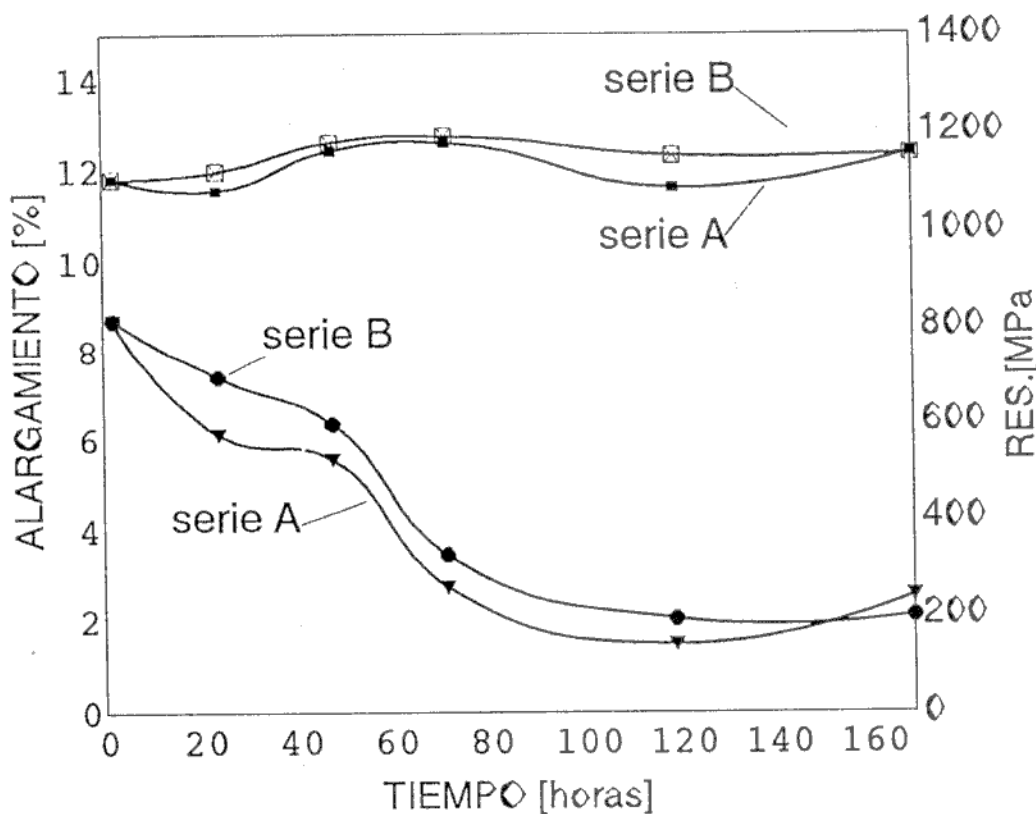
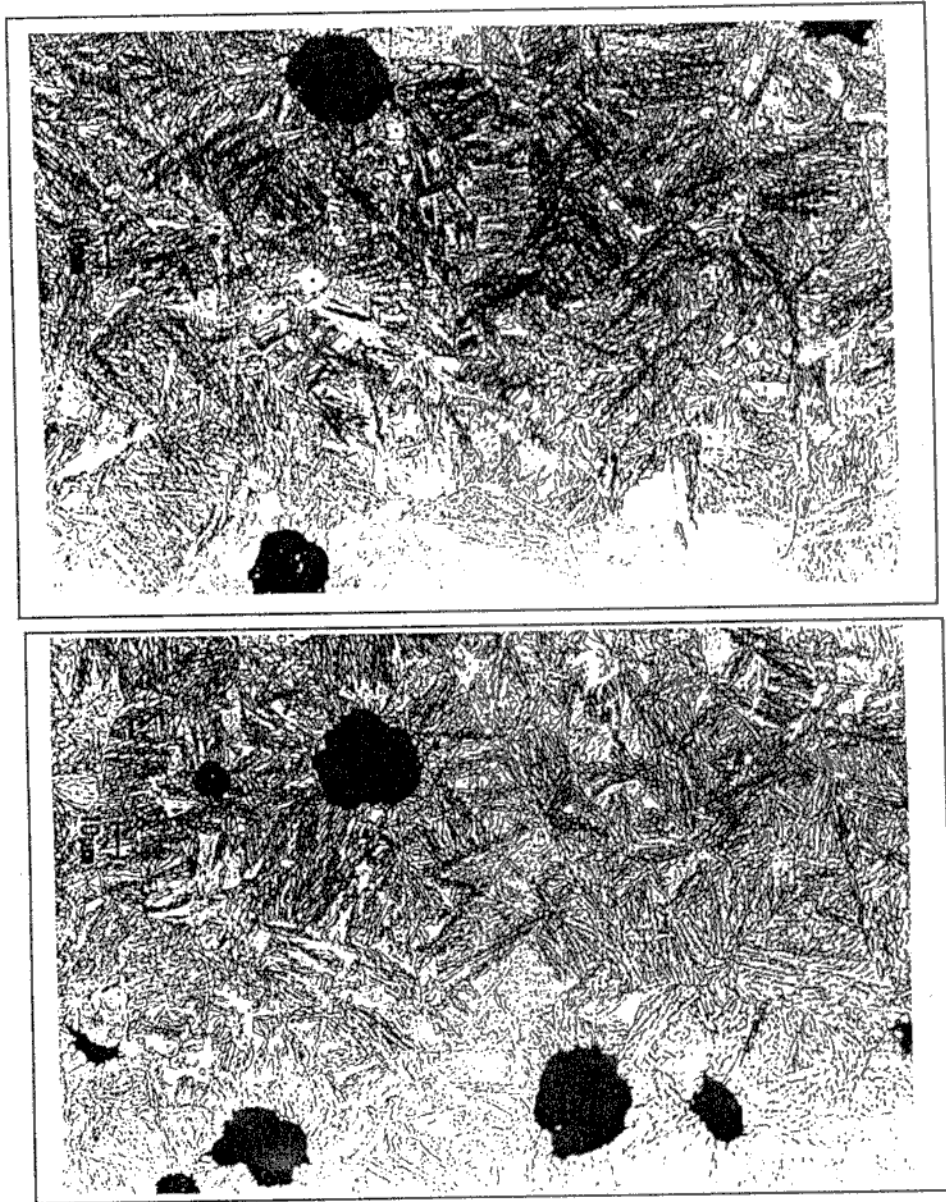


Figura 7.8: Evolución de la resistencia mecánica y el alargamiento de las series A y B.

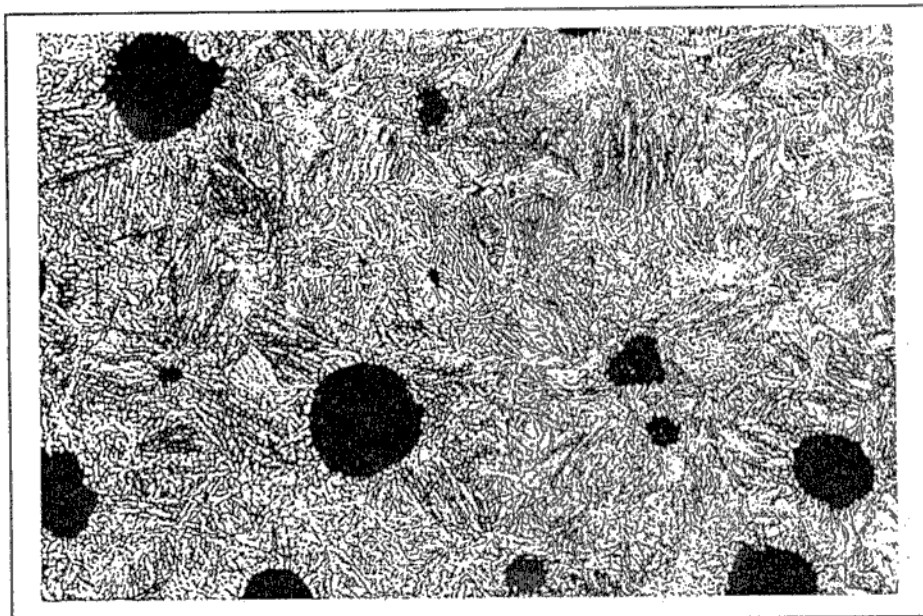
### 7.1.2.3- Evidencia metalográfica de la degradación

La Figura 7.9a muestra las micrografías de las muestras A2 y B2. La Figura 7.9b muestra las micrografías de las muestras A5 y B5. En ambos casos el aspecto metalográfico es similar. La metalografía óptica no permite identificar las fases presentes en las estructuras degradadas.

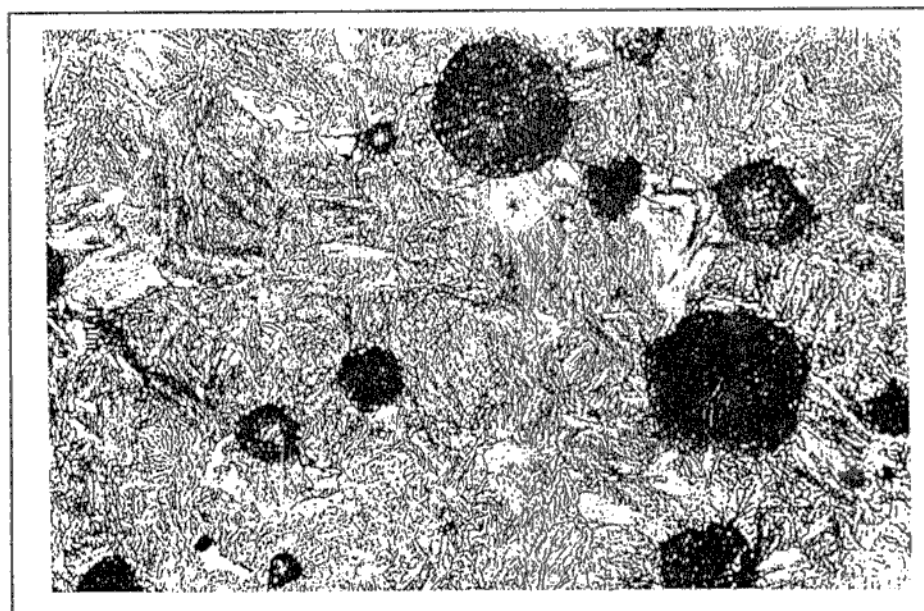


b)

Figura 7.9a: Micrografías de las muestras A2 a) y B2 b).



a)



b)

Figura 7.10: Micrografías de las muestras A5, a) y B5, b).

### 7.1.3- Sumario y Discusión

Todas las evidencias anteriores, tanto en lo referente a la identificación de fases por difracción de RX como en lo que respecta a las propiedades mecánicas, sugieren que los cambios estructurales producidos durante el sobreautemperizado son análogos a los que se producen en un envejecimiento. En consecuencia, esta investigación no observa ningún efecto de refractariedad de la austenita como consecuencia del enfriamiento a temperatura ambiente. Esto está en contra de lo propuesto muy recientemente en la literatura [56], donde se postula la existencia de barreras de nucleación para la precipitación de carburos mucho mayores para el caso de las muestras a envejecer, lo que les conferiría una mayor estabilidad.

Las mediciones por RX permiten verificar que, para la aleación y temperatura de mantenimiento estudiadas, la austenita desaparece en forma relativamente lenta. Las condiciones termodinámicas indican que la desaparición de la austenita debe dar origen a la precipitación de ferrita y carburos, sin embargo la presencia de esta última fase, aparente en las observaciones metalográficas, no pudo ser verificada por medio de RX.

## 7.2- Caracterización de la descomposición de la austenita de ADI por efecto de la temperatura

Habiendo comprobado, en la sección 7.1, la similitud entre las transformaciones sufridas en el ADI en la etapa dos de austemperizado y la degradación producida por la exposición posterior a temperatura, en la presente sección se evalúan los cambios en la microestructura de muestras de ADI expuestas a temperaturas en el rango de 200 a 580C, por períodos de hasta 456 horas, explicando lo observado en base a principios termocinéticos, y se realizan ensayos para medir los cambios que las propiedades mecánicas sufren en función de la temperatura y el tiempo de mantenimiento.

Se considera de suma importancia disponer de datos de variación de propiedades mecánicas en función del tiempo de permanencia a temperatura para poder predecir el comportamiento de piezas de ADI que por su condición de servicio, procesamiento o accidentalmente podrán verse sometidas a temperatura.

### 7.2.1- Metodología experimental.

Los ensayos fueron realizados sobre material suministrado en forma de bloques Y (ASTM A395) proveniente de una colada industrial que contiene 3,13% C, 2,52% Si, 0,68% Cu, 0,26% Mn, 0,52% Ni y 0,026% Mg. Se mecanizaron redondos de 11mm de diámetro, placas de 25x70x5mm y probetas para ensayo de impacto tipo Charpy no entalladas. Las muestras fueron divididas en dos grupos, procediendo posteriormente a su tratamiento térmico, consistente en austenizados a 920C durante 90 minutos, seguidos de un austemperizado a 280C durante 120 minutos, para el primer grupo, y de un austemperizado a 360°C durante 120 minutos para el segundo grupo. Las series así obtenidas serán llamados en adelante ADI280 y ADI360.

Las muestras fueron posteriormente sometidas a mantenimientos a temperaturas de 200, 300, 380, 450 y 580C, por períodos que alcanzaron las 456 horas, empleando baños de sales neutras fundidas.

Los redondos de 11mm mantenidos a temperatura durante tiempos preestablecidos fueron empleados para fabricar probetas de tracción de 6,25mm de diámetro (ASTM E8-57T). La observación de la microestructura fue llevada a cabo sobre muestras obtenidas de



las probetas de tracción, empleando técnicas ópticas convencionales y microscopía electrónica de barrido.

### 7.2.2- Resultados

#### 7.2.2.1- Cambios microestructurales

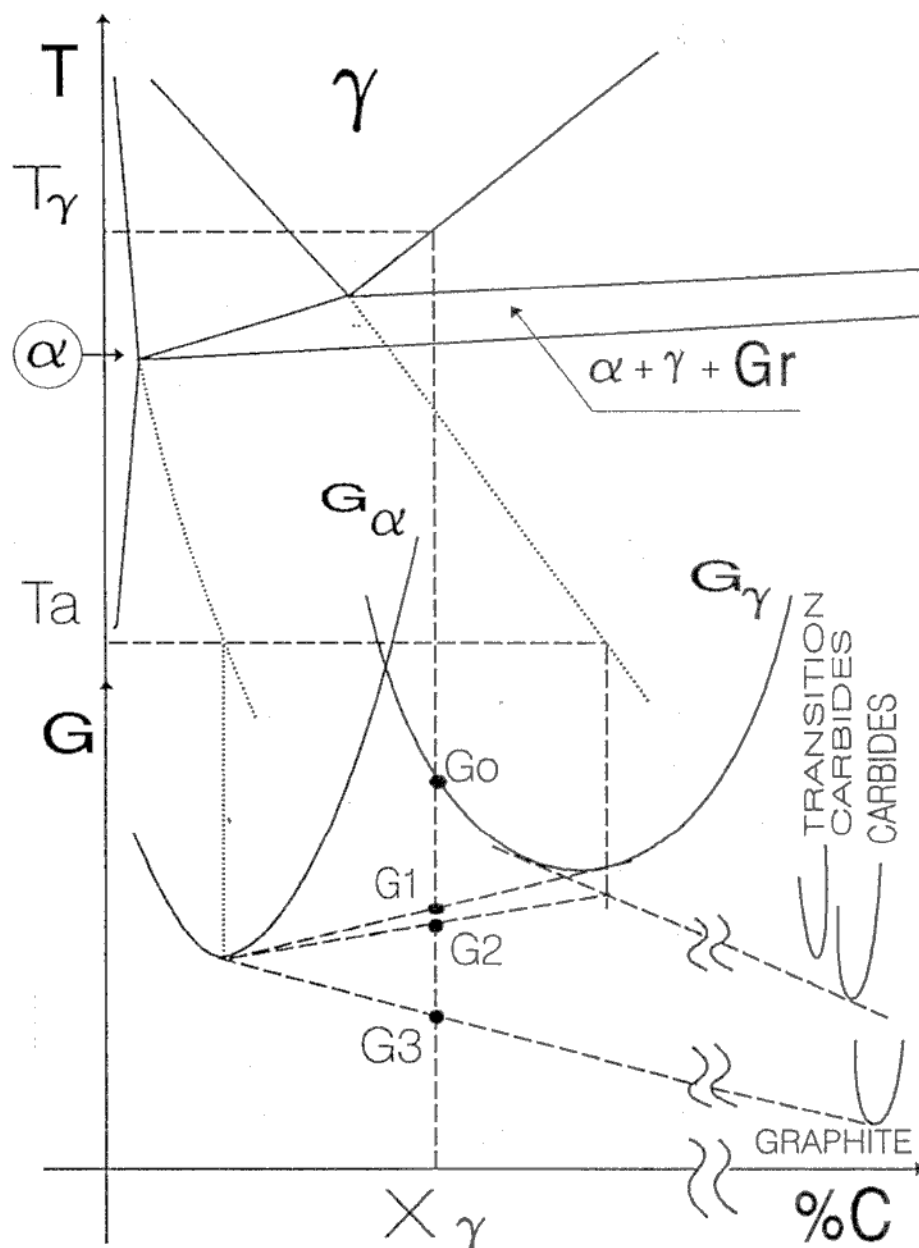


Figura 7.10: Representación esquemática de la energía libre de Gibbs vs. el contenido de carbono a la temperatura de austemperizado, y un corte binario del diagrama de equilibrio ternario Fe-C-Si.

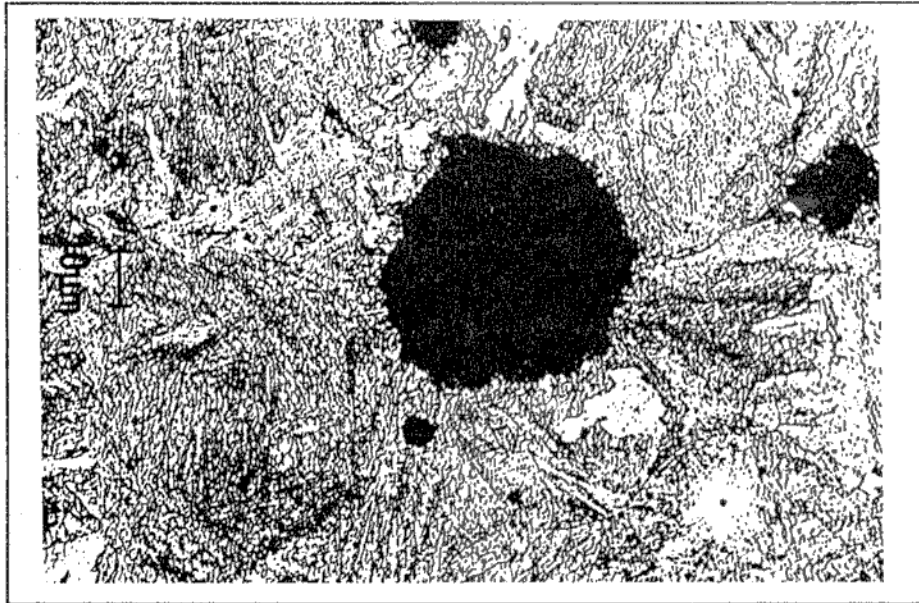
La evolución de la microestructura de ADI360 y ADI280 en función del tiempo de permanencia a temperatura, fue seguida para el mantenimiento a 580C. Se ha seleccionado la mayor temperatura de mantenimiento empleada ya que es en este caso donde las variaciones en la microestructura son más marcadas y ocurren con mayor rapidez. A menores temperaturas la evolución estructural, como se vió en 7.1 para muestras de ADI360, es muy lenta y difícil de resolver.

La microestructura inicial de ADI360, muestra la típica mezcla ausferrítica compuesta de ferrita acicular en una matriz de austenita, correspondiente al estado G1 de la Figura 7.10.

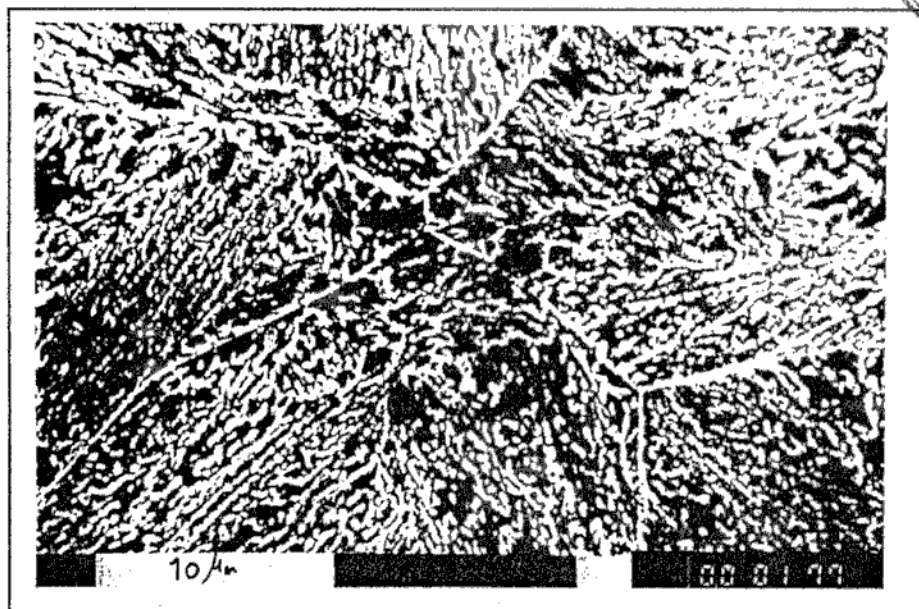
Al cabo de 30 minutos de permanencia a 580C, Figura 7.11a, la estructura acicular del ADI360 ha desaparecido en gran medida. Las agujas de ferrita parecen fragmentadas, y el aspecto general tiende a tornarse globular. Observando la estructura a mayores aumentos, Figura 7.11b, por medio de microscopía electrónica, se aprecia la presencia de precipitados muy finos, algunos de los cuales se encuentran alineados a lo largo de lo que aparenta ser la ubicación de los bordes de grano de austenita existente antes del austemperizado.

Para tiempos de permanencia mayores, Figura 7.12, se hace evidente la precipitación de carburos en bordes de célula y la presencia de ferrita en torno a los nódulos de grafito. Al aumentar los tiempos de permanencia, los carburos de hierro sufren simultáneamente procesos de coalescencia y disolución. A estas altas temperaturas de mantenimiento, la mezcla de ferrita y carburos tiende a ser reemplazada por la mezcla de ferrita y grafito, de menor energía libre. Es decir, se verifica un proceso de ferritización subcrítica de la matriz. En efecto, para los mayores tiempos de permanencia estudiados, Figura 7.13, el proceso de disolución de carburos ha avanzado en tal medida que la matriz se encuentra prácticamente libre de esta fase. Los últimos precipitados se encuentran en los contornos celulares. La ferrita, en tanto, aparenta haber sufrido una recristalización parcial, claramente observable en la Figura 7.14.

La estructura de las muestras de ADI280 se reporta en las Figuras 7.15 a 7.19. En general la evolución seguida es muy semejante a la observada para ADI360, aunque el patrón acicular parece algo más resistente a la desaparición.



a)



b)

Figura 7.11a-b: Micrografías de ADI360 mantenida 30 minutos a 580C. Magnificación indicada en la figura.

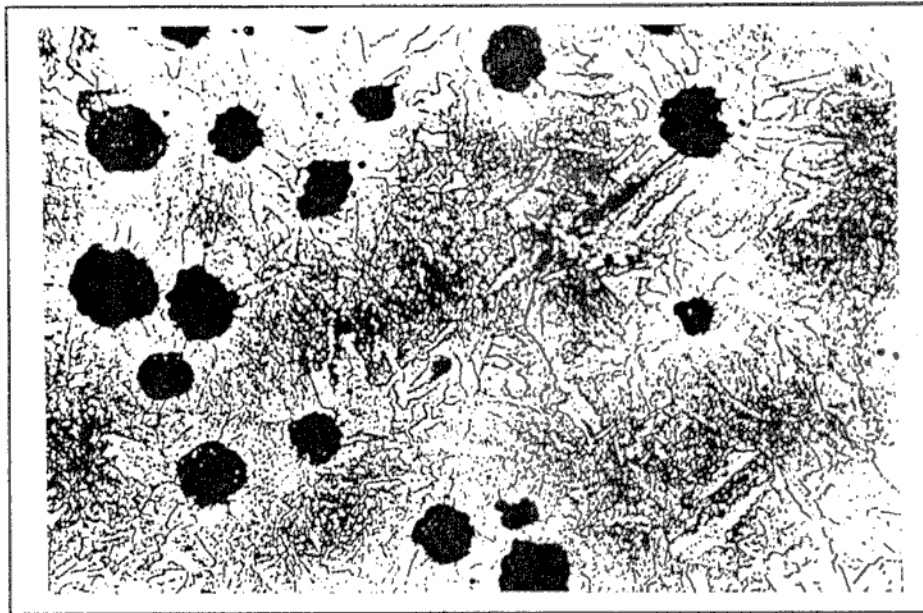


Figura 7.12: Micrografía de ADI360 mantenida dos horas a 580C.

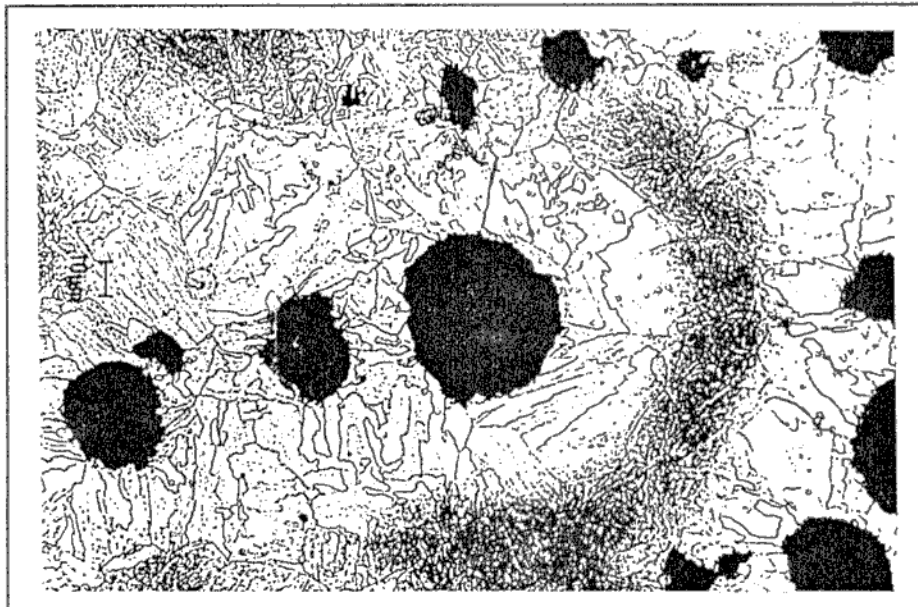


Figura 7.13: Micrografía de ADI360 mantenida 24 horas a 580C.

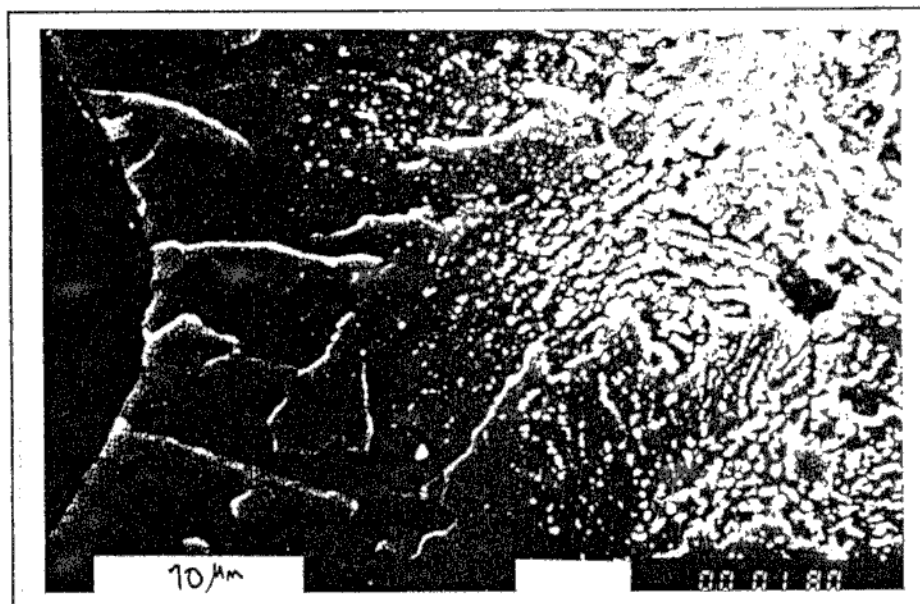


Figura 7.14: Micrografía de ADI360 mantenido 48 horas a 580C.

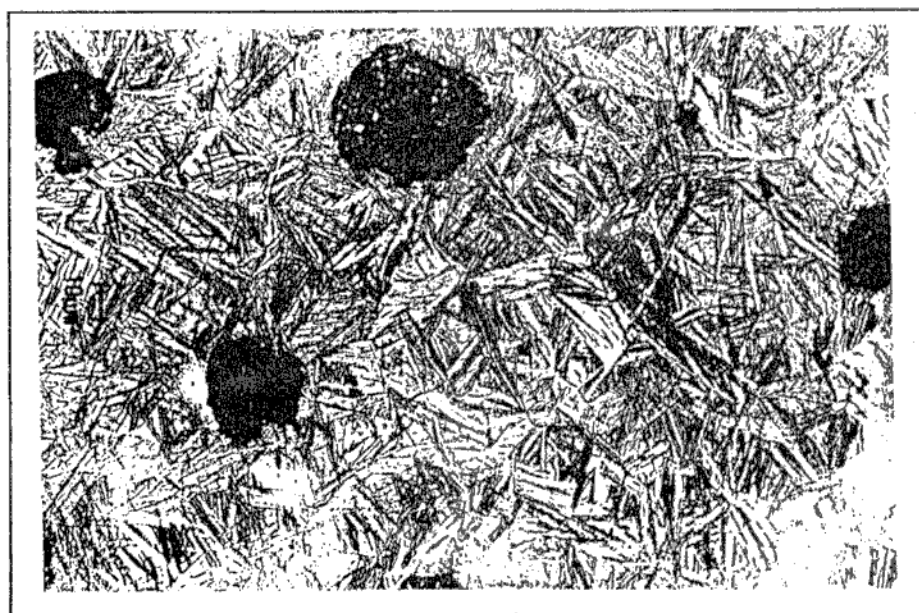


Figura 7.15: Micrografía de ADI austemperizado a 280C.

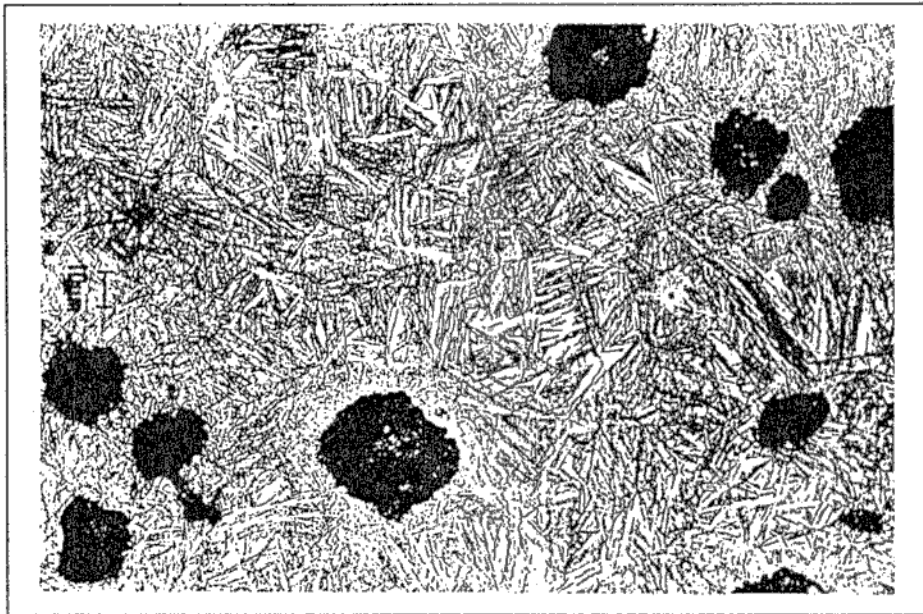


Figura 7.16: Micrografía de ADI280 mantenido 30 minutos a 580C.

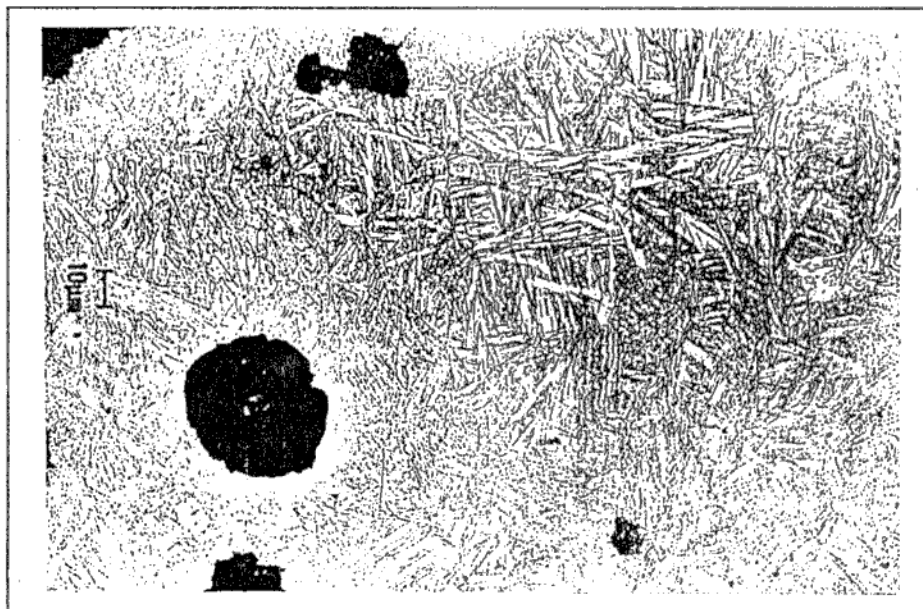


Figura 7.17: Micrografía de ADI280 mantenido 2 horas a 580C

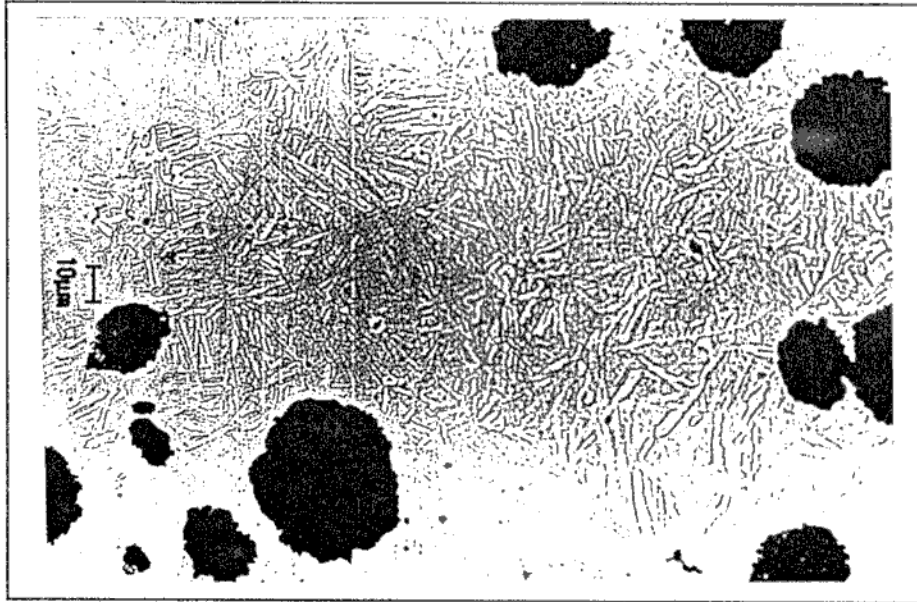


Figura 7.18: Micrografía de ADI280 mantenido 24 horas a 580C.

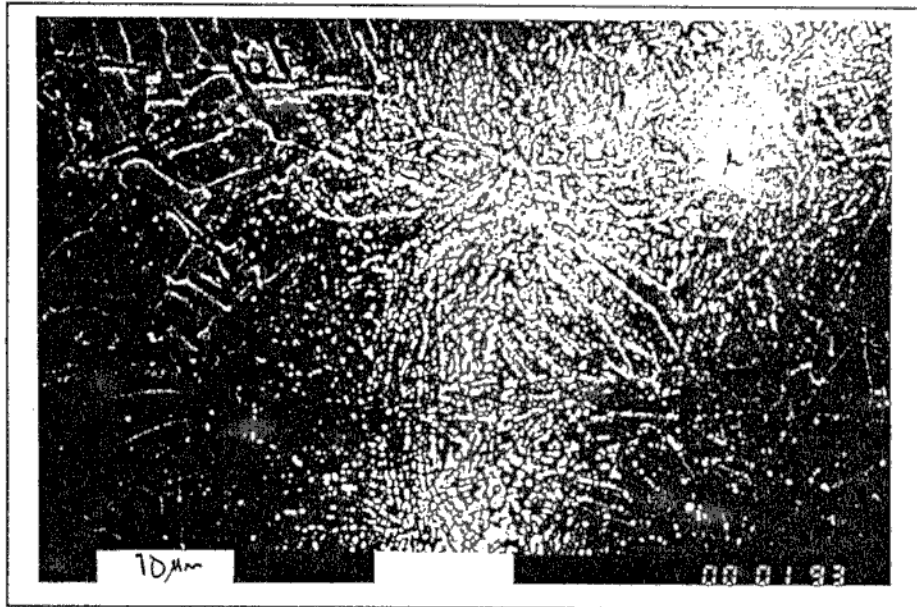


Figura 7.19: Micrografía de ADI280 mantenido 48 horas a 580C.

#### 7.2.2.2- Justificación de los cambios microestructurales.

Los cambios observados en la microestructura se pueden explicar sobre la base de la energía libre de Gibbs de los distintos estados. La **Figura 7.10** muestra esquemáticamente la energía libre de las fases en función del contenido de carbono para una temperatura del orden de las temperaturas de mantenimiento usadas en este estudio y para un corte binario del diagrama ternario Fe-C-Si. A la temperatura de austenizado  $T_\gamma$ , la matriz de austenita está saturada con un contenido  $X_\gamma$  de carbono. En el tratamiento térmico el material se enfría rápidamente a temperatura  $T_a$ , para la cual la energía libre de la austenita está dada por el punto  $G_o$ .

Durante el tiempo relativamente corto involucrado en el austemperizado, el estado de alta energía  $G_o$  se reduce por medio de la precipitación de ferrita acicular de energía libre  $G_\alpha$ , y el incremento en el contenido de carbono de la austenita remanente. Esto origina una mezcla de fases de energía  $G_1$ . Un tratamiento térmico de austemperizado normal retiene la condición  $G_1$ . A temperatura ambiente, la estructura ausferrítica es mecánicamente estable pero termodinámicamente metaestable y posee una energía libre mayor que el producto final de equilibrio. Se ve claramente en la **Figura 7.10** que el estado  $G_1$  no corresponde al de mínima energía, sino que es un estado metaestable que puede evolucionar hacia una mezcla más estable de ferrita y grafito si se dan las condiciones cinéticas necesarias.

Durante la evolución de la estructura ausferrítica hacia un estado más estable, pueden aparecer distintas fases, tales como carburos de transición o carburos de hierro aleado, disminuyendo la energía a valores tales como  $G_2$ . Finalmente, el mínimo absoluto de energía libre  $G_3$  se alcanza cuando los carburos se disuelven y todo el C precipita en forma de grafito, conduciendo a una matriz totalmente ferrítica.

Por simplicidad, el análisis anterior no tiene en cuenta los cambios en la energía libre asociados a la morfología de las fases, por ejemplo se usó la misma curva para representar la energía libre tanto de la ferrita acicular como la de la ferrita recristalizada y no se considera el efecto de los elementos de aleación ni de la microsegregación.

#### 7.2.2.3- Cambio en las propiedades mecánicas

La evolución de la dureza con el tiempo de envejecimiento se ilustra en la **Figura 7.20** para ambas series de probetas. La dureza sólo sufre cambios menores para temperaturas

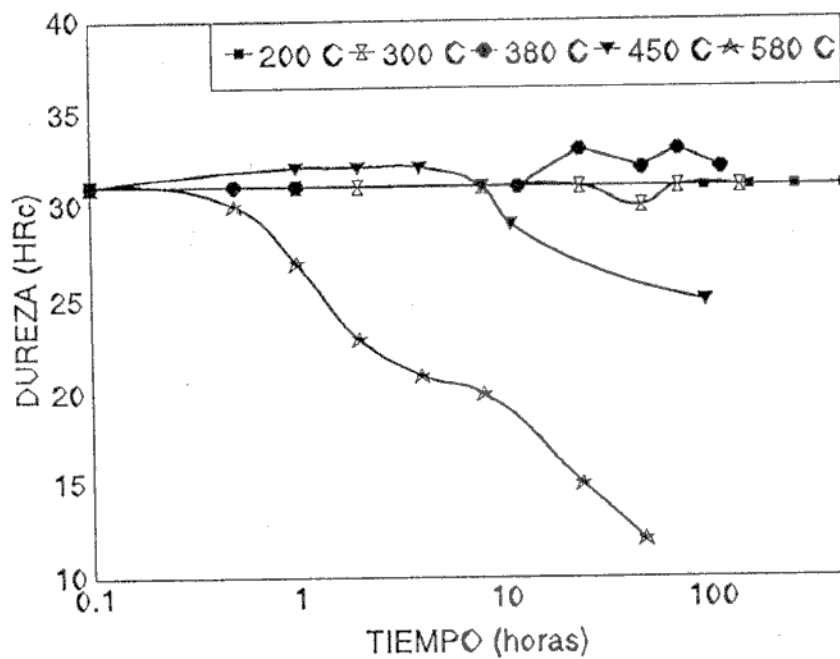


de hasta 380C, para ambos tipos de ADI, dentro de los tiempos de permanencia estudiados. A temperaturas más altas se observa una progresiva disminución de la dureza, que en el caso de la exposición a 580C alcanza un valor mínimo de aproximadamente 10 HRc para ambos ADI280 y ADI360.

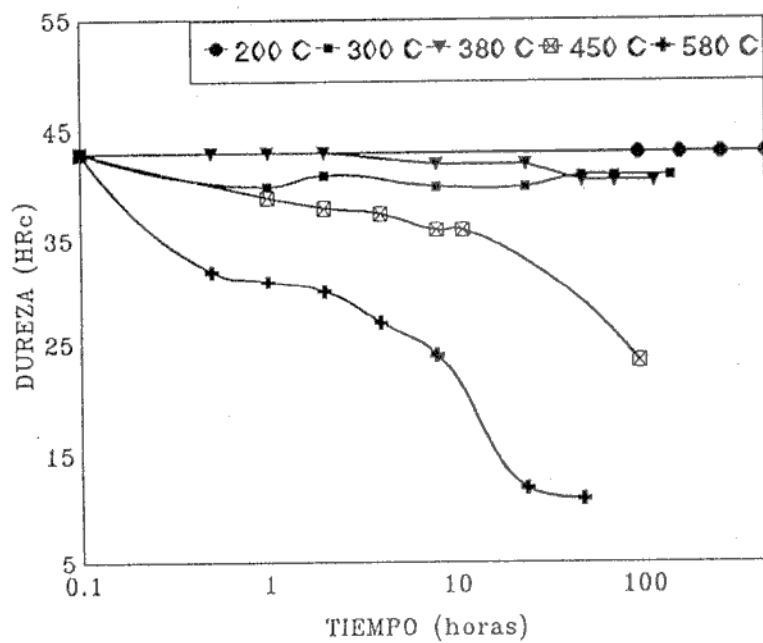
Para ADI280, la dureza experimenta cambios menores para temperaturas de hasta 380C. A los 450C comienza a sufrir un ablandamiento progresivo, que se hace muy marcado a 580C.

La resistencia a la rotura, **Figura 7.21**, permanece aproximadamente constante cuando se expone a ambos tipos de ADI a 200C durante 456 hs. Si se incrementa la temperatura a valores entre 300C y 380C durante aproximadamente 140 hs, sólo se registran cambios menores. En cambio, para temperaturas del orden de 450C, la resistencia disminuye en forma más marcada, llegando a presentar reducciones muy rápidas a 580C. Para la serie ADI280, la reducción de la resistencia a la rotura, a igual temperatura de mantenimiento, es más marcada, y es sensible desde los mantenimientos a 380C.

A diferencia de lo observado para la dureza y la resistencia, el alargamiento a la rotura, **Figura 7.22**, es sumamente sensible a la exposición a temperatura. A 300C ya se observa una notable caída del alargamiento a la rotura, especialmente para el ADI360, que posee una ductilidad inicial significativa. La disminución del alargamiento a la rotura ocurre rápidamente a temperaturas por encima de 300C. Permanencias de solo 20 horas a 380C reducen la ductilidad desde un 9% inicial a valores próximos al 2% para ADI360. Esta drástica caída en la deformación está acompañada por una marcada disminución de la resistencia al impacto, como se muestra en la **Figura 7.23**, donde después de mantenimientos a 380C durante 24 horas la resistencia al impacto del grupo ADI360 se reduce a aproximadamente un 35% de su valor inicial.

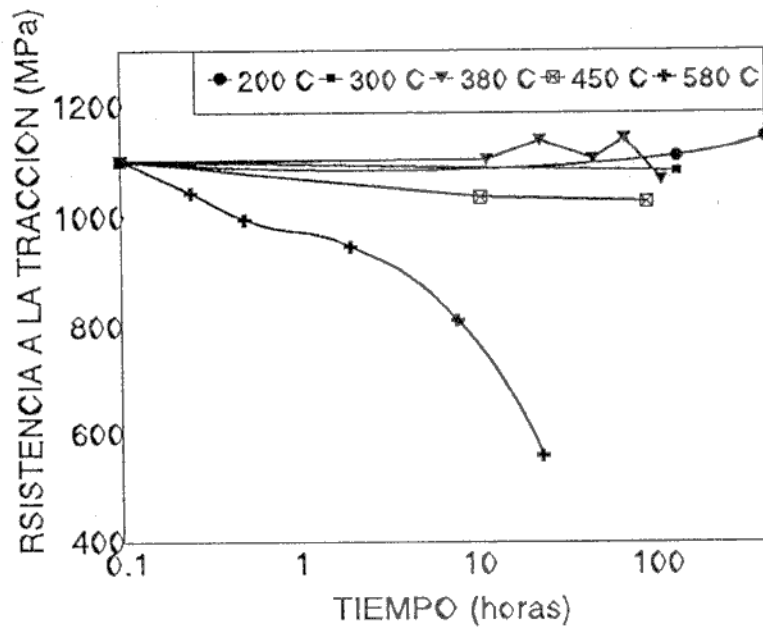


a)

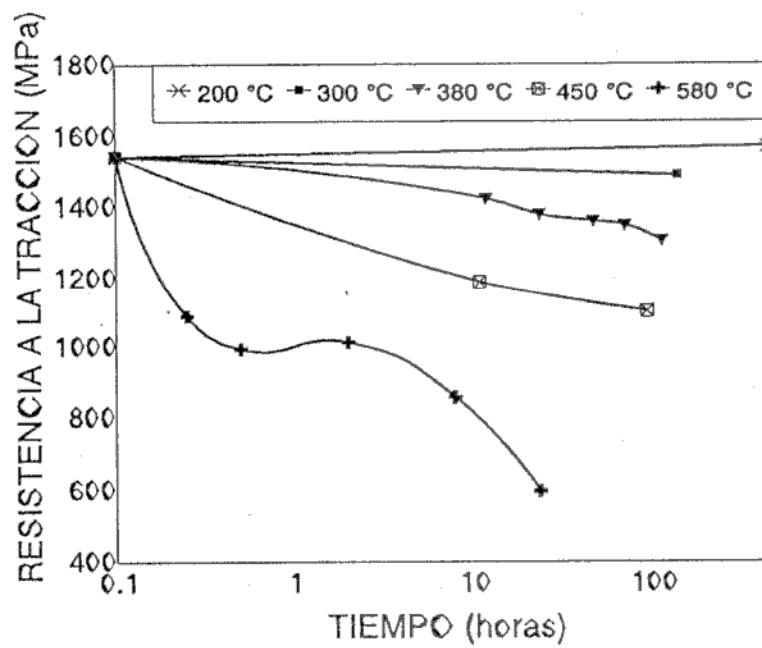


b)

Figura 7.20: Cambios en la dureza en función del tiempo a temperatura. a) ADI360, b) ADI280.

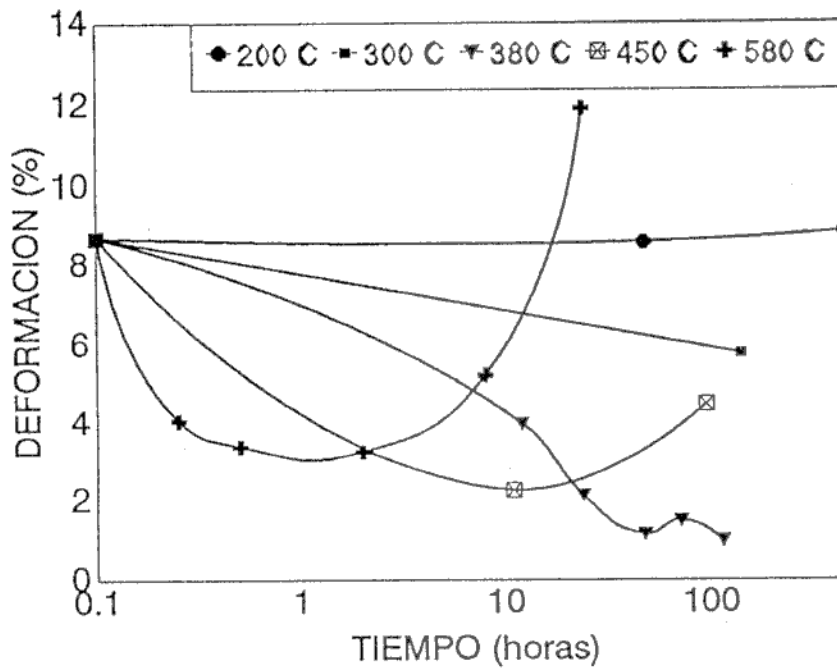


a)

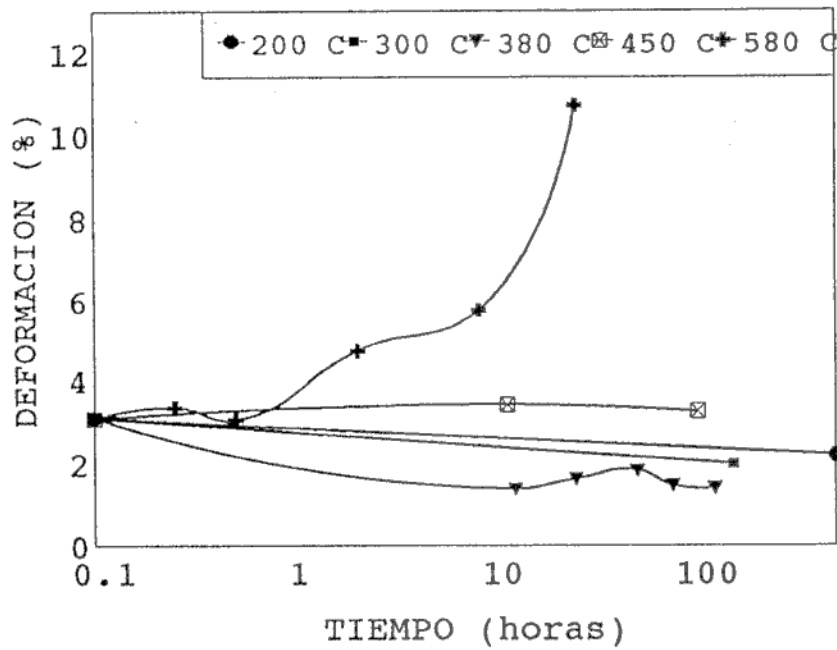


b)

Figura 7.21: Variación de la resistencia en función del tiempo a temperatura. a) ADI360, b) ADI280.

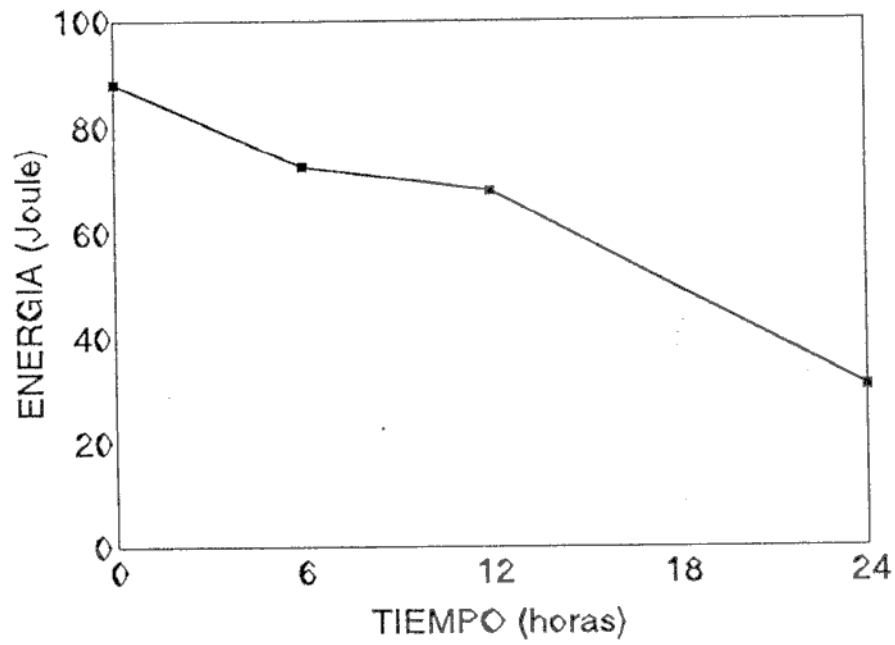


a)

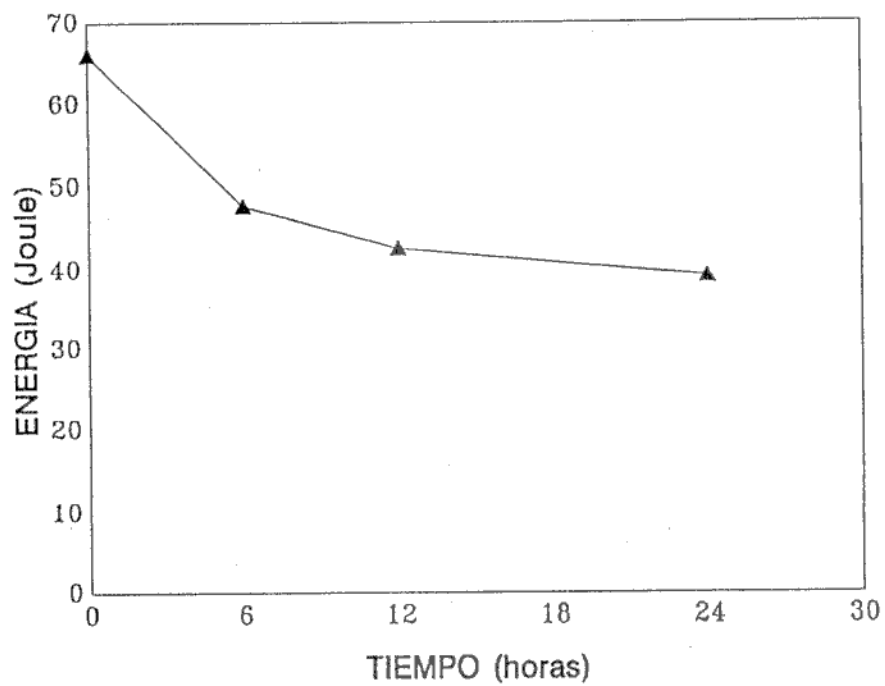


b)

Figura 7.22: Variación de la deformación a la rotura en función del tiempo a temperatura. a) ADI360, b) ADI280



a)



b)

Figura 7.23: Variación de la resistencia al impacto en función del tiempo a temperatura. a) ADI360, b) ADI280.

### 7.2.3- Discusión y Conclusiones.

Los resultados muestran que, para la aleación estudiada, el efecto más relevante de la exposición a altas temperatura de estructuras de ADI, sobre las propiedades mecánicas, es la disminución en la deformación a la rotura y la resistencia al impacto. Este efecto puede ser causado por la formación de precipitados muy pequeños en los bordes de grano de austenita primaria detectados por metalografía óptica y electrónica. Desafortunadamente la dureza, que podría emplearse para identificar el deterioro de la estructura, no presenta un cambio marcado y no puede relacionarse con los cambios en la deformación y en la resistencia.

La exposición a temperatura ocasiona inicialmente la desaparición de la austenita, que da lugar a la formación de precipitados. Estos precipitados no han podido ser identificados por difracción de RX. En la siguiente sección se discutirá sobre la naturaleza de las fases precipitadas en mayor detalle. Los períodos de mantenimiento más prolongados, o las mayores temperaturas, ocasionan la progresiva ferritización de la estructura, en un proceso que combina el engrosamiento de los carburos con su progresiva disolución.

Los cambios observados en las microestructuras y en las propiedades mecánicas de la serie ADI280 son cualitativamente similares a los que se presentan para la serie ADI360. Sin embargo los primeros tienden a hacerse notables a menores temperaturas, o para menores tiempos. Esto es razonable si se piensa que la estructura formada a menor temperatura de tratamiento de austemperizado, se encontrará, a una dada temperatura de envejecimiento, más "sobrecalentada" que otra estructura de ADI producida a mayor temperatura.

Los cambios observados en la microestructura se explicaron sobre la base de la estabilidad relativa de las fases a la temperatura de mantenimiento.

Conforme los resultados obtenidos, debe prestarse particular atención, cuando se utilizan piezas de ADI, que en funcionamiento, se vean sometidas a temperaturas superiores a los 300C, en forma particular, cuando la tenacidad sea una propiedad crítica del componente. No se recomienda el uso de tratamientos superficiales, como la nitruración convencional (realizada a temperaturas superiores a los 500C), sobre piezas previamente austemperizadas.

### 7.3- Mecanismo de Descomposición de la Austenita

En la presente sección se propondrá, en base a las observaciones de las secciones anteriores, un modelo del proceso de descomposición de la austenita. Como ya se ha discutido en secciones anteriores, la mezcla austenita/ferrita es metaestable, según se indica en la representación esquemática de la Figura 7.24. La ausferrita presenta una energía  $G_1$  para una dada composición  $X$ . La austenita  $\gamma_1$  está en condiciones termodinámicas de transformarse en una mezcla de austenita ( $\gamma_2$ ) y carburos, llevando a la matriz al estado energético representado por el punto  $G_2$ . Alternativamente, podría originarse, a partir de la austenita, directamente ferrita y carburos, arribando a un estado  $G_3$ . El estado de menor energía,  $G_4$ , consiste en una mezcla de ferrita y grafito.

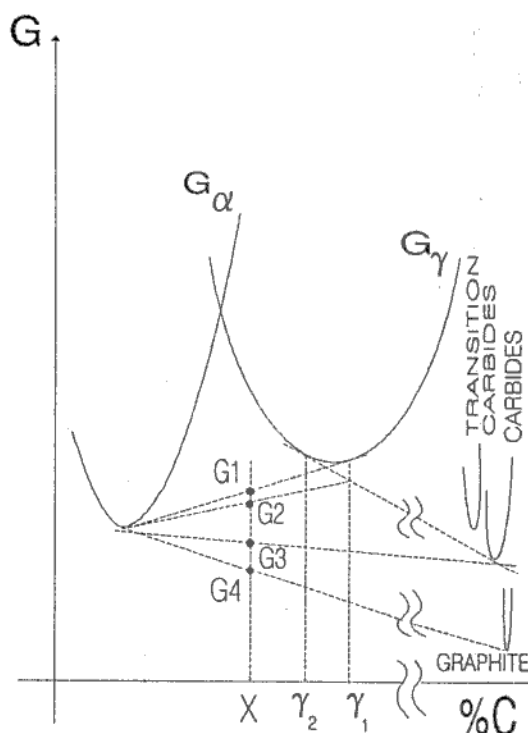
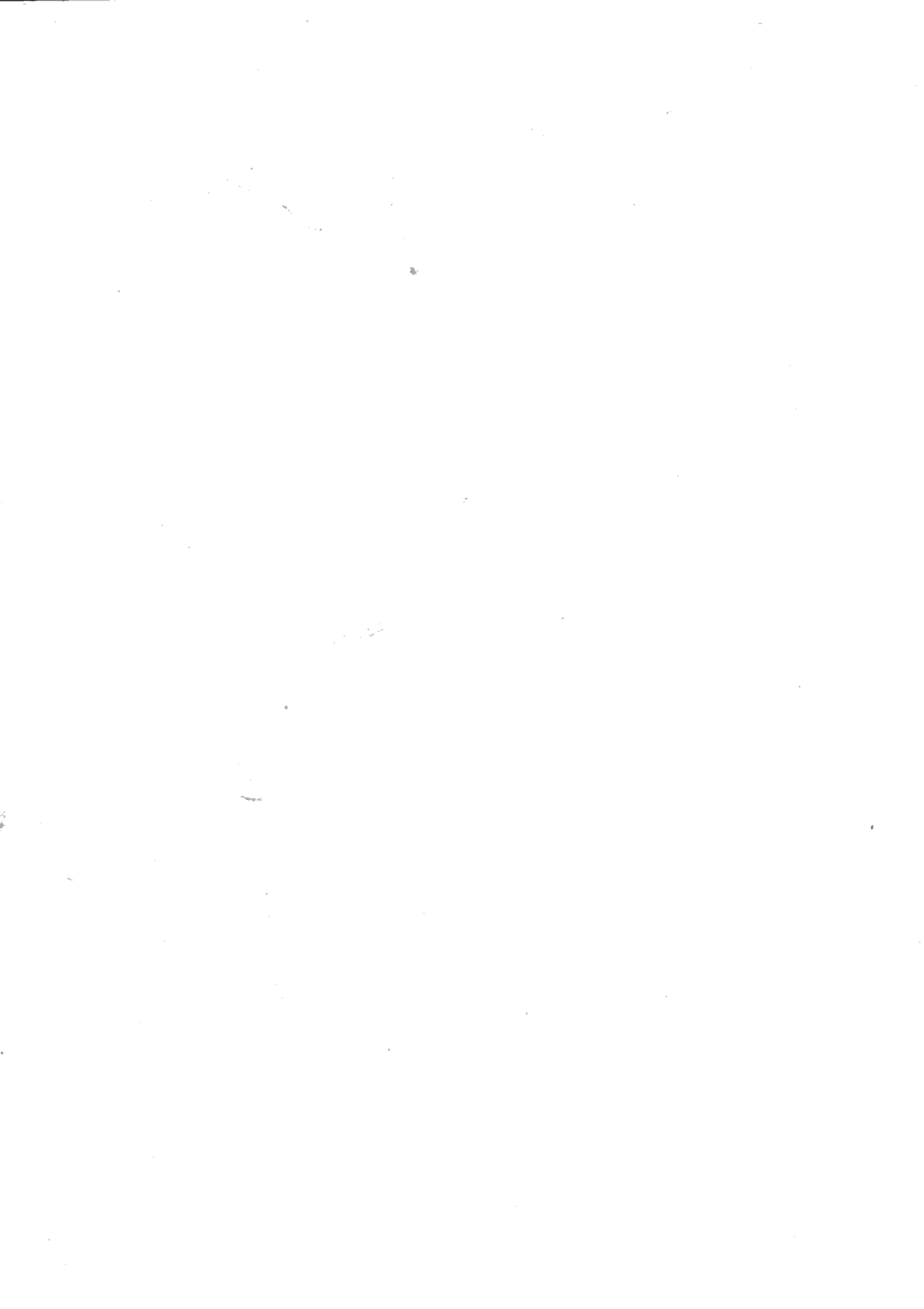


Figura 7.24: Representación cualitativa del estado termodinámico durante el proceso de degradación.

Los estudios metalográficos de la sección anterior muestran que se verifica, por efecto del envejecimiento, la precipitación de partículas finas. Estas partículas son presumiblemente carburos, de algún tipo. La naturaleza de las fases precipitadas ha sido investigada en la





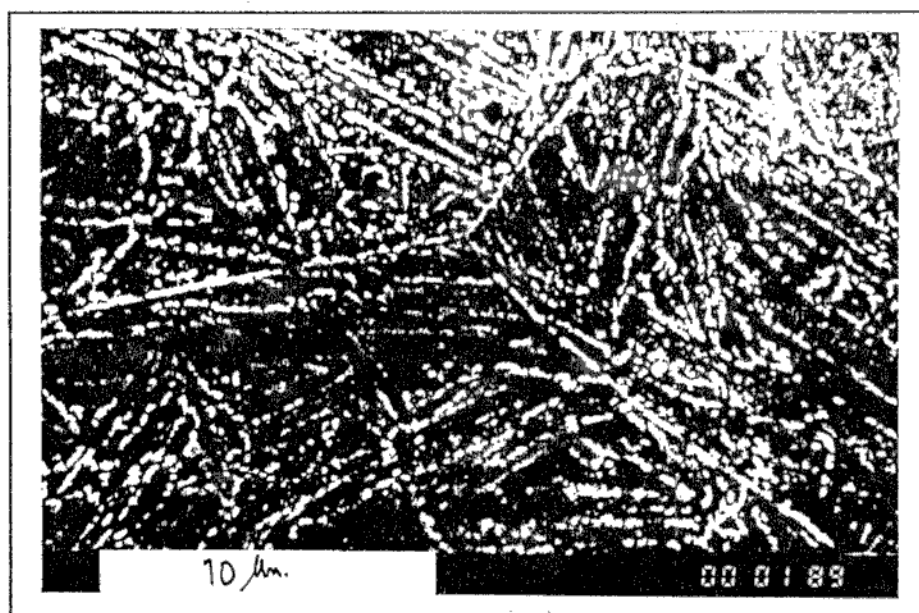
literatura [43]. Aun cuando los reportes no son unánimes, la mayoría de los estudios consignan la presencia de carburos épsilon o silicocarburos de muy pequeñas dimensiones. Sin embargo, el proceso por el cual la austenita da lugar a una mezcla de carburos y ferrita no ha sido claramente explicado. Se ha propuesto en la literatura que la precipitación de carburos ocurre en el seno de la austenita, dando lugar a una disminución en el contenido local de C en su seno, y favoreciendo su transformación en ferrita. Esta última situación puede describirse en base al equilibrio de fases a las temperaturas involucradas, representado esquemáticamente en la **Figura 7.24**.

Como puede observarse, la descomposición de  $\gamma(\text{hc})$  en  $\gamma$ +carburos, punto G2, implicaría una importante reducción del contenido de C de la austenita, lo que produciría su desestabilización al incrementarse su temperatura de comienzo de transformación martensítica,  $M_s$ . En consecuencia, esta austenita muy probablemente transformaría en martensita durante el enfriamiento hasta temperatura ambiente posterior al envejecimiento. Llamaremos al proceso descrito anteriormente "**primer mecanismo**". Alternativamente, la austenita enriquecida en C,  $\gamma(\text{hc})$ , podría dar lugar a la precipitación de  $\alpha$ +carburos, arribando a un estado más estable que en el caso anterior, de energía G3. Este "**segundo mecanismo**" de descomposición requerirá que se produzca la nucleación y crecimiento de carburos de algún tipo, del crecimiento de la ferrita preexistente, o de la nucleación de nueva ferrita. La discusión siguiente procurará dilucidar cuál de los mecanismos anteriores es más probable.

El primer mecanismo requeriría que la precipitación de carburos se lleve a cabo progresivamente en distintas zonas de la austenita. Los diagramas de difracción de las **Figuras 7.4 y 7.5** muestran la evolución del pico de austenita (111) luego de mantenimientos a 360C durante tiempos de hasta 170 horas. Resulta claro que el proceso de descomposición es muy lento a esta temperatura, y que el contenido medio de C de la austenita permanece relativamente constante, dado que la posición del pico no experimenta variaciones detectables. Si el proceso de descomposición involucrase una precipitación lenta y progresiva de carburos, debería observarse una gradual disminución del contenido de C de la austenita, hecho que no se verifica. Podría argumentarse que aquella austenita en la que han precipitado carburos se transforma en martensita durante su enfriamiento, como consecuencia de la reducción en su  $M_s$ . Sin embargo, esto debería ocasionar un incremento de dureza, hecho que no se verifica, como se observa en las **Tabla 7.III**. En consecuencia,

el sustento experimental para el primer mecanismo no es significativo. La micrografía de la **Figura 7.25**, muestra la estructura de una muestra austemperizada a 280C descompuesta por mantenimiento a 580C durante 8 hs. A esta relativamente alta temperatura de descomposición, los carburos precipitados son visibles y se ubican en los bordes de las agujas de ferrita, y en los bordes del grano austenítico previo. La nucleación localizada de carburos en la interfase  $\alpha/\gamma$  podría inducir el crecimiento de la ferrita más allá de sus bordes iniciales, manteniendo el alto contenido de C de la austenita no desestabilizada. Esto es coincidente con lo observado en el estudio de difracción de RX, y brinda sustento al segundo mecanismo.

En conclusión, basándose en observaciones por RX y por microscopía electrónica, es aparente que la descomposición de la austenita se verifica por la nucleación de carburos o silicocarburos en la interfase  $\alpha/\gamma$  y en los bordes del grano austenítico previo, y por el crecimiento de la ferrita preexistente más allá de sus límites originales.



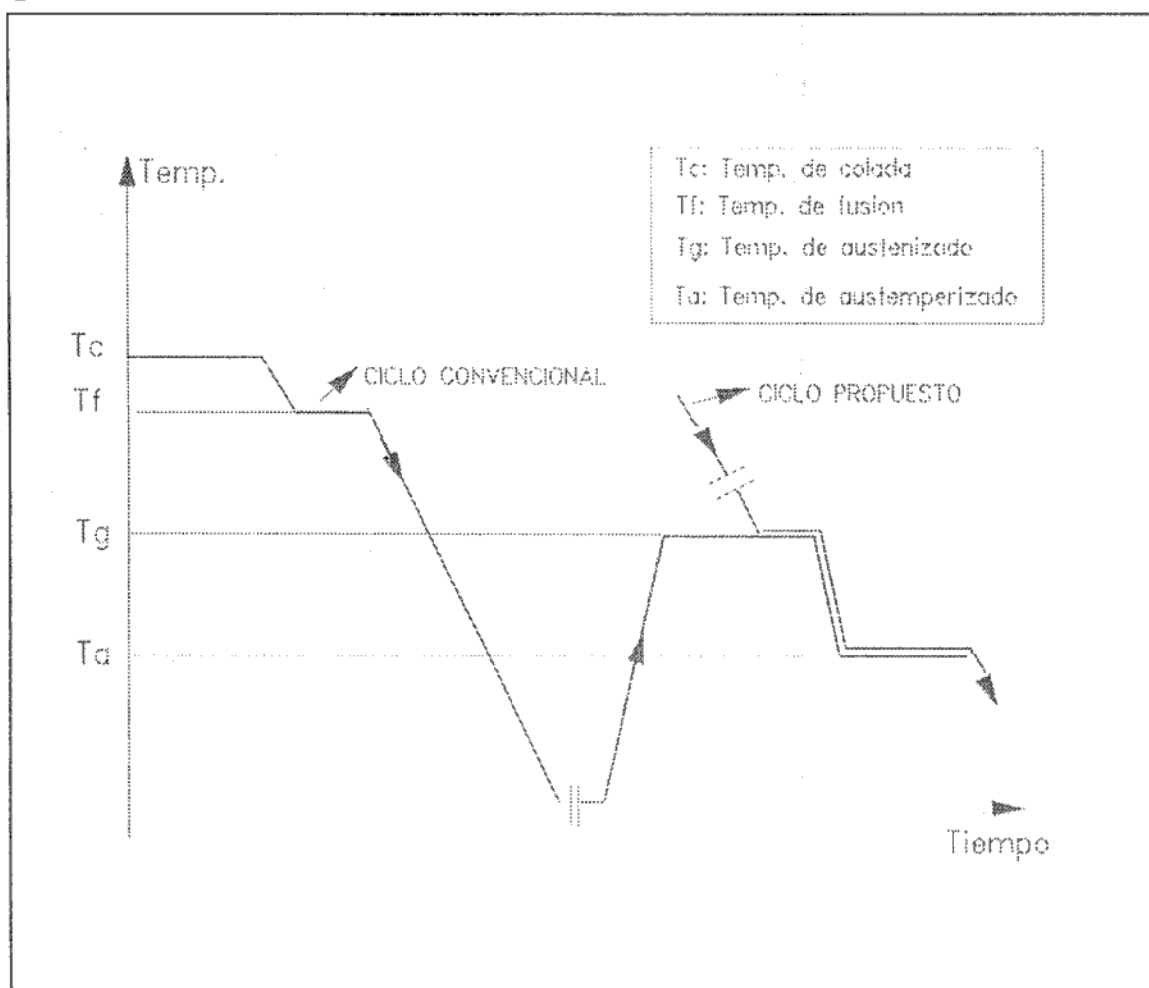
**Figura 7.25:** Microestructura de una muestra de ADI280 envejecida a 580C durante 8 horas.

## CAPITULO VIII

### FUNDICIONES ESFEROIDALES AUSTEMPERIZADAS A PARTIR DE AUSTENITA NO RECRISTALIZADA.

Una alternativa, aun no explorada, para abordar la producción de Fundiciones Esferoidales Austemperizadas, esta dada por la obtención de la estructura ausferrítica a partir de austenita no recristalizada, es decir, austenita no regenerada por el recalentamiento hasta la temperatura de austenización luego del enfriamiento hasta temperatura ambiente producido durante el proceso de colada de la pieza, como sucede en los ciclos convencionales. La austenita obtenida en estas condiciones es diferente a la que se presenta luego de la austenización post-solidificación, previa a los tratamientos habituales de austemperizado. Las estructuras recristalizadas presentan gran cantidad de bordes de grano austenítico, muchos de los cuales están en contacto con los nódulos de grafito, y actúan como caminos preferenciales para la difusión de carbono desde o hacia los nódulos. La estructura obtenida directamente luego de la solidificación, muestra una menor presencia de bordes de grano de austenita, o su práctica inexistencia. Este hecho se basa en la naturaleza de las unidades de solidificación, compuestas por células eutécticas multinodulares [57], en las que la estructura interna de la austenita es de tipo dendrítico, no presentándose en su interior más que bordes de bajo ángulo. Esta austenita original, o no recristalizada, podría presentar una menor velocidad de transformación dada la reducida presencia de zonas de alta energía que actúen como centros de nucleación heterogénea, y, consecuentemente, estructuras transformadas más bastas.

La materialización de la transformación de la austenita en las condiciones anteriormente descriptas, requiere que la etapa de mantenimiento isotérmico sea efectuada directamente durante el enfriamiento pos-solidificación, como se esquematiza en la **Figura 8.1**. Una forma de efectuar un ciclo de enfriamiento como el descrito es realizando el desmoldeo de la pieza recién colada "en caliente", es decir en algún instante anterior a que alcance temperaturas inferiores a las de tratamiento isotérmico.



**Figura 8.1:** Representación esquemática de los ciclos térmicos conducentes a estructuras ausferríticas.

El ciclo térmico anterior parece ser, con mayor o menor medida de complejidad, realizable si se desarrollan procesos de colado y enfriamiento adecuados. Sin embargo, se desconoce, a nuestro mejor saber y entender, si las transformaciones ausferríticas llevadas a cabo sobre austenita no recristalizada, conducen a una microestructura de altas propiedades mecánicas equivalentes a los grados convencionales de ADI.

El objetivo de este capítulo es abordar el estudio de las transformaciones isotérmicas producidas en austenita primaria, cuando se austemperiza una FE directamente desmoldeándose en caliente, caracterizando las microestructuras resultantes y sus propiedades mecánicas. Este estudio requiere, en una primera instancia, de la puesta a punto de un molde permanente,

descrito en la sección 8.1

## 8.1- DISEÑO Y PUESTA A PUNTO DEL PROCESO DE DESMOLDEO EN CALIENTE - MOLDEO PERMANENTE

Se ha optado por realizar el ciclo térmico de austemperizado directo luego de la solidificación empleando el desmoldeo en caliente, por aparecer esta como la alternativa más viable. La realización del desmoldeo en caliente es ciertamente complicada cuando se emplean técnicas de moldeo convencionales, es decir moldes de arena ligada, ya que para extraer las piezas coladas debe realizarse el desterronado del molde, operación relativamente lenta y que suele imponer tensiones mecánicas medianamente intensas sobre la pieza. En cambio, el moldeo en moldes permanentes correctamente diseñados permite el desmoldeo sencillo de la pieza en cualquier momento, luego de que la misma alcance suficiente rigidez o resistencia mecánica. Adicionalmente, si el molde es equipado con termocuplas, puede tenerse un excelente monitoreo de las condiciones térmicas de la pieza, definiendo a voluntad el momento de apertura. Como quedó claramente expuesto en el Capítulo II, si se vislumbra la posibilidad de aplicación del método a la producción, puede destacarse que este presenta marcadas ventajas para altos volúmenes de producción de piezas con espesores de pared uniforme y, comparado con los procesos de moldeo en arena, permite coladas más uniformes, de mejor terminación superficial, y que satisfacen tolerancias dimensionales más estrechas[58]. Adicionalmente, el desmoldeo en caliente elimina los costos de energía y procesamiento requeridos para el calentamiento hasta temperatura de austenización empleado en el ciclo térmico clásico, permitiendo economías significativas, especialmente en la producción en grandes series.

La bibliografía existente, revisada en el Capítulo II, muestra muy escasa información respecto de la producción de fundición esferoidal en moldes permanentes; al igual que muy pocos [38] son los reportes sobre la producción de ADI por desmoldeo en caliente.

En esta sección se analiza la posibilidad de obtener FE con estructura de solidificación satisfactoria, a partir de moldes metálicos, y la factibilidad de realizar austemperizados directos.

### 8.1.1- Metodología experimental

Las experiencias fueron realizadas en un molde metálico, especialmente construido, esquematizado en la Figura 8.2.

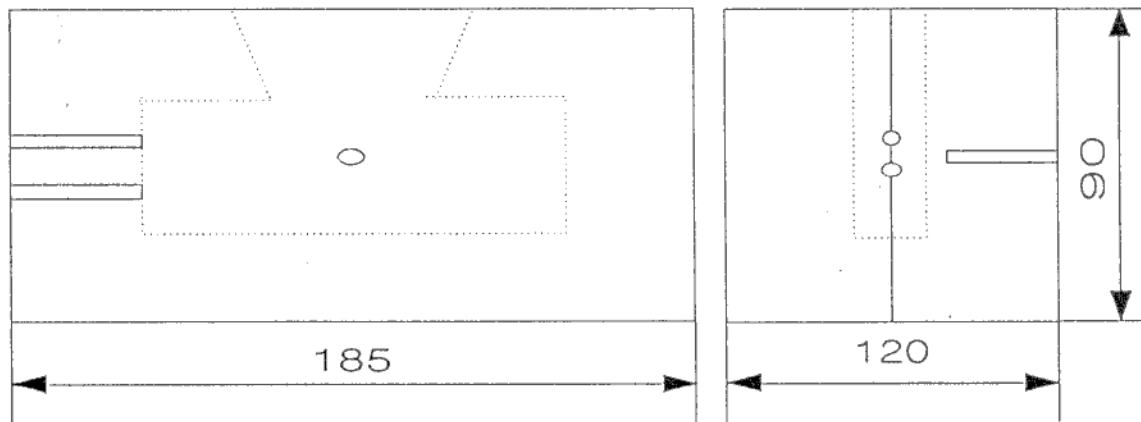


Figura 8.2: Esquema del molde metálico construido.

El molde permanente es de fundición gris eutéctica con grafito laminar tipo A, ya que este es habitualmente considerado el material que reúne la mejor combinación de conductividad térmica y resistencia a la fatiga térmica[37]. El molde se instrumentó con una termocupla ubicada a 5mm de la superficie de la pieza colada, en la cara lateral del molde, mientras que otras dos termocuplas fueron colocadas dentro de la cavidad del molde para sentir la temperatura del centro y de la superficie de la pieza colada. Las primeras experiencias se realizaron en dos series. Mediante la realización de la serie I se procuró

establecer la influencia de la temperatura de precalentamiento del molde sobre las curvas de enfriamiento y sobre la microestructura. Se emplearon temperaturas de precalentamiento de molde de 200C, 300C, 400C, 500C y 600C. En todos los casos se utilizó una pintura refractaria base Zircon con alcohol como diluyente, con un espesor de capa de aproximadamente 1,5mm aplicada con pincel[36]. Luego de extraídas del molde, las muestras fueron enfriadas al aire.

La Serie 2 se realizó empleando precalentamientos de 500 y 600C, y dos tipos de enfriamientos. En un caso se retiraron las piezas del molde en el instante en que la periferia de las mismas se encontraba a 800C, y se las colocó en un horno de austenización a 890C, donde fueron mantenidas durante 30 minutos, transfiriéndolas luego a un baño de sales de austemperizado a 370C donde permanecieron durante 120 minutos. En el otro caso se desmoldeó, también cuando la periferia de las piezas se encontraba a 800C, pero se transfirió directamente al baño de austemperizado a 370C.

Las coladas fueron preparadas en planta piloto, empleando un horno de inducción de media frecuencia. Como material de carga se utilizó arrabio y chatarra de acero; se agregó grafito para elevar el contenido de carbono. La fundición esferoidal fue aleada con 1,5% de Ni y 0,8% de Cu. El metal base fue trasvasado a un crisol de 0,950 dm<sup>3</sup> de capacidad, nodulizándose con sistema "plunger". Luego de completada la reacción se procedió directamente al colado en el molde permanente. Para estas primeras experiencias no se utilizó postinoculación, a fin de evitar pérdidas de temperatura excesivas.

Las muestras obtenidas de esta manera fueron seccionadas, observando la microestructura empleando técnicas de pulido y ataque convencionales.

#### 8.1.2- Resultados obtenidos.

Las curvas de enfriamiento típicas de la primer serie se ilustran en la **Figura 8.3**. Es posible notar una diferencia de aproximadamente 200C entre el centro de las piezas y su periferia. Las observaciones microestructurales fueron realizadas en las posiciones identificadas en el esquema de la **Figura 8.4**. La microestructura de las muestras de la primer serie con precalentamiento de molde a 200C, **Figura 8.5**, muestra una presencia marcada de carburos de tipo ledeburítico, formados como consecuencia de la elevada velocidad de solidificación verificada sobre la muestra. Esta tendencia es más marcada hacia los vértices

y la periferia de la pieza, como es esperable porque estas porciones son las que sufren una mayor tasa de extracción de calor.

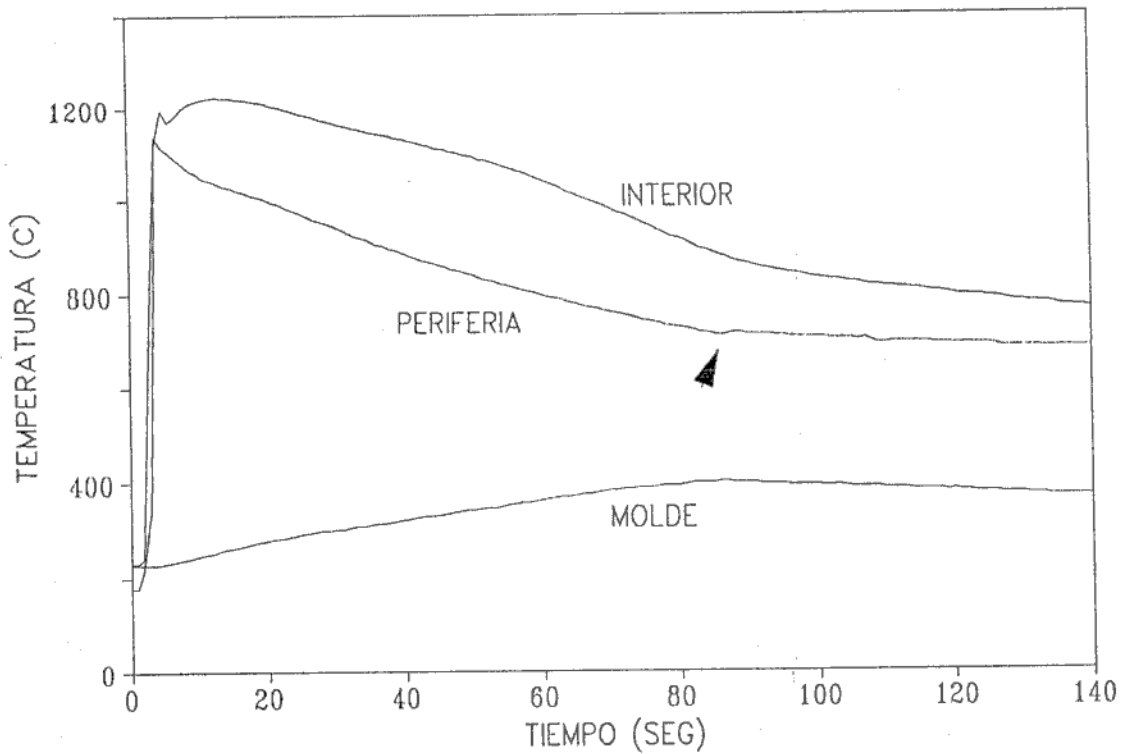


Figura 8.3: Curvas de enfriamiento para la primera serie. La flecha indica el instante de apertura del molde.

Contrariamente a lo previsible, el aumento en la temperatura de precalentamiento del molde no produjo una disminución importante en la velocidad de enfriamiento, y en consecuencia no se verificaron cantidades sensiblemente menores de carburos, como se muestra en la Figura 8.6, correspondiente a la muestra de la serie I, colada con el molde precalentado a 400°C. Probablemente, este comportamiento no previsto esté asociado al no empleo de postinoculación, que produce una relativamente baja tasa de nucleación de la fase sólida.

Durante la segunda serie de ensayos se procuró evitar la precipitación de carburos



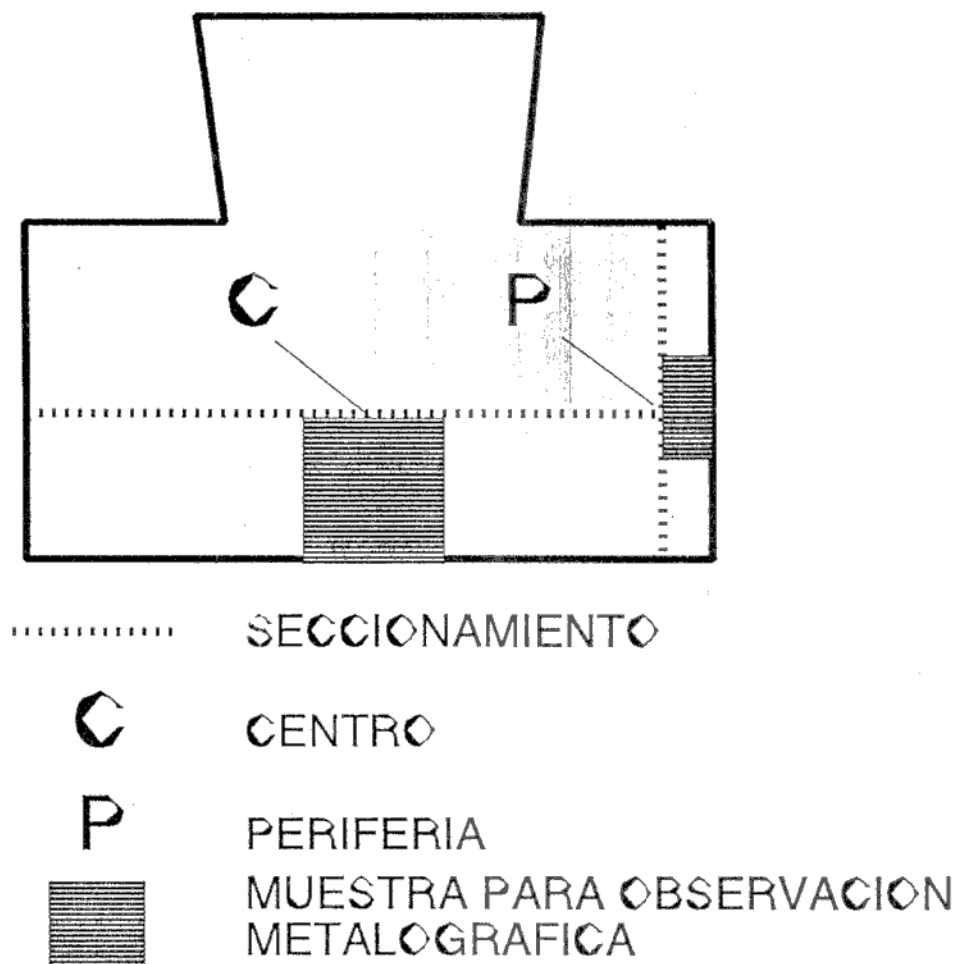
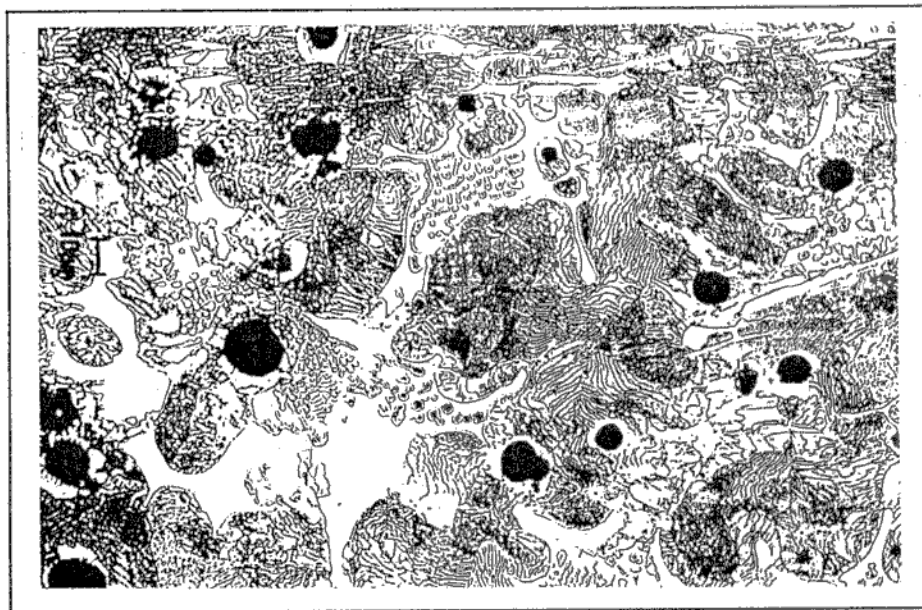


Figura 8.4: Esquema indicativo de las posiciones correspondientes a las metalografías

ledeburíticos, lo que resulta indispensable para producir ADI. Con este objetivo se emplearon las mayores temperaturas de precalentamiento del molde, con el fin de disminuir la velocidad de enfriamiento de la pieza en el rango de temperaturas de solidificación, aun cuando las experiencias de la serie I mostraban una influencia poco marcada en este respecto. Paralelamente se incrementó el contenido de Si del material base, a fin de aumentar el potencial de grafitización.

Las microestructuras de la periferia y del centro de las piezas coladas en la segunda serie, con coquilla a 600C y homogenización a 900C, presentan cantidades de carburos significativamente menores que en la Serie I, y una matriz efectivamente ausferrítica, como

se ilustra en la **Figura 8.7a-b**. Es claro que las medidas adoptadas con el fin de disminuir la cantidad de carburos han sido efectivas, aun cuando estos no han podido ser completamente eliminados. La microestructura de la periferia y el centro de una muestra transferida directamente al baño de sales, **Figura 8.8a-b**, presenta, en la periferia, matriz ausferrítica con algunos carburos. En el centro, en cambio, la estructura de la matriz presenta ausferrita y perlita muy fina, observándose además un importante contenido de carburos ledeburíticos. La mayor formación de carburos en el centro de la pieza, zona en la que se verifica una menor velocidad de enfriamiento, es ciertamente inesperada. Se ha interpretado que este efecto se debe a que la pieza ha sido transferida al baño de sales cuando su centro se encontraba aún en estado líquido, produciéndose un marcado aumento en la velocidad de extracción de calor en ese instante, que incrementó la velocidad de solidificación de aquellas zonas de la pieza que permanecían en estado líquido.



**Figura 8.5:** Microestructura de la periferia de una muestra de la serie I, colada con precalentamiento de molde a 200C.

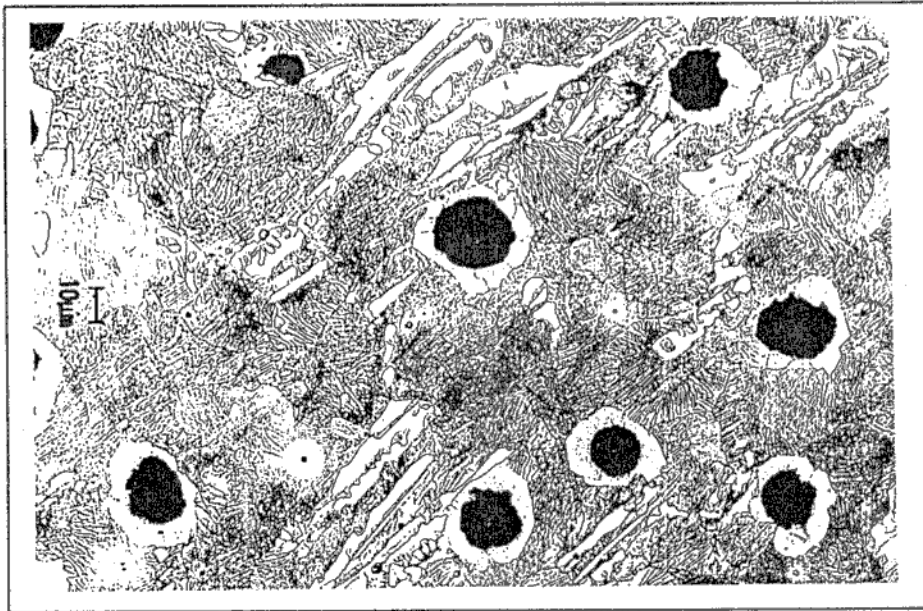
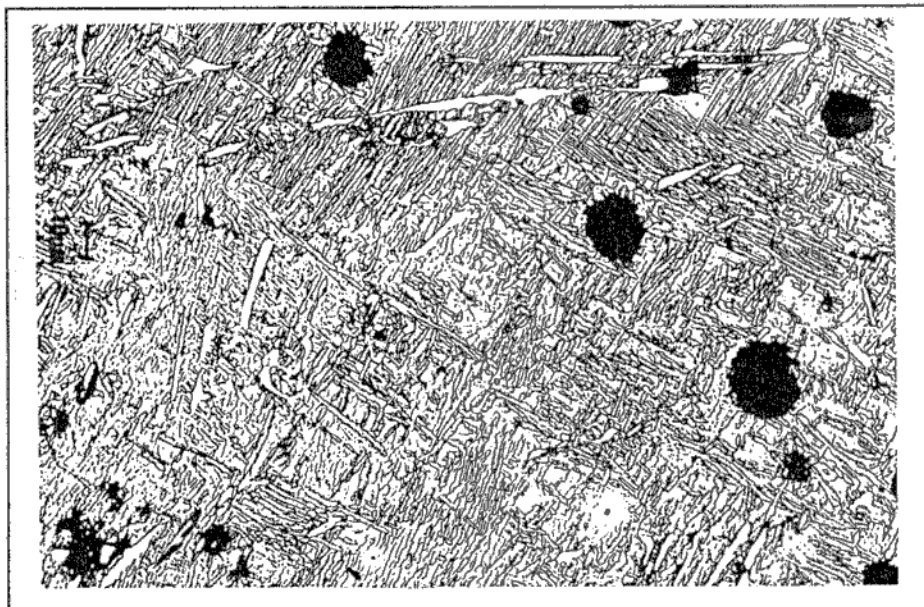
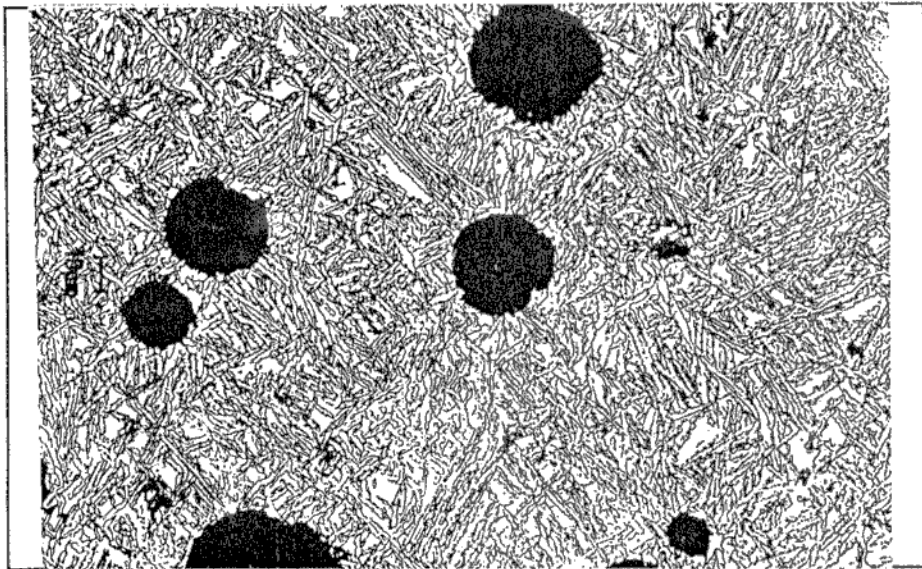


Figura 8.6: Microestructura de la periferia de una muestra de la serie I, colada con molde precalentado a 400C

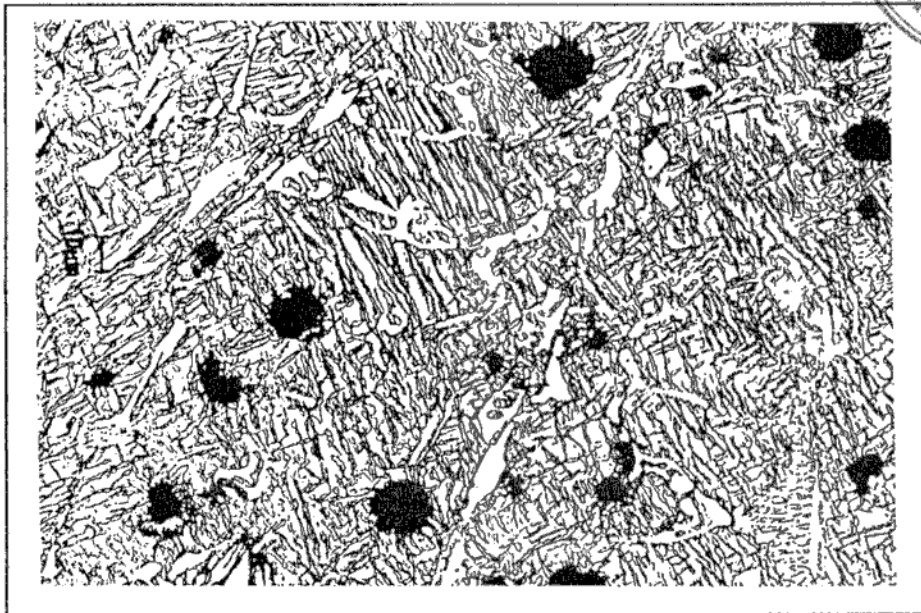


8.7a)

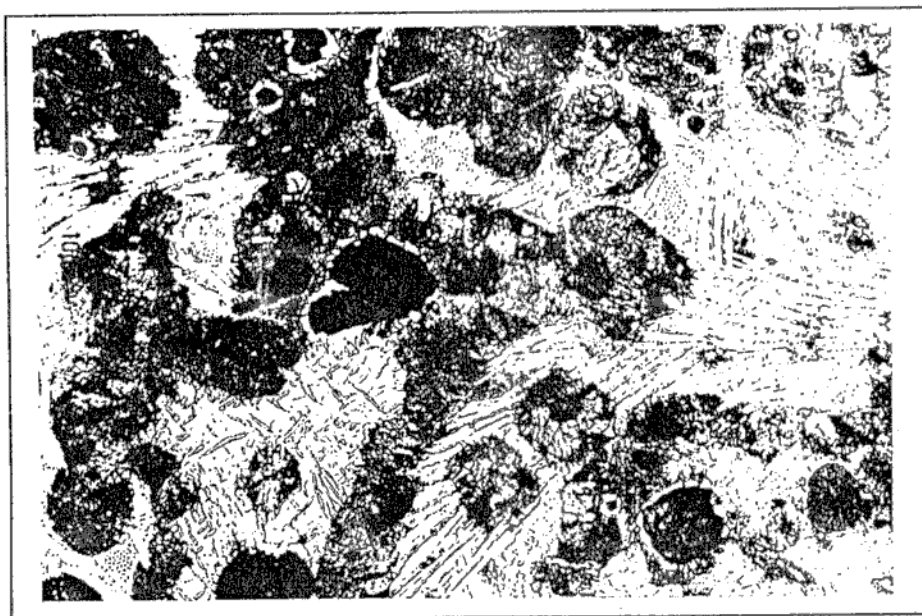


8.7b)

Figura 8.7: Microestructuras de la periferia a) y del centro b) de las piezas coladas en la serie II, con coquilla a 600C, homogenizada a 900C.



8.8a)



8.8b)

Figura 8.8: Microestructuras de la periferia a) y del centro b) de las piezas coladas en la serie II, con coquilla a 600C, austemperizadas directamente.

## 8.2- CARACTERIZACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA Y DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE ADI PRODUCIDO A PARTIR DE AUSTENITA NO RECRISTALIZADA

Habiéndose comprobado, según lo detallado en la sección 8.1, la factibilidad técnica de la obtención de ADI a partir de austenita no recristalizada por medio de desmoldeo en caliente, se procedió a determinar las propiedades mecánicas obtenibles, comparándolas con las medidas sobre muestras provenientes de bloques Y de coladas de igual composición química, austemperizadas convencionalmente. Se analiza además la microestructura obtenida en cada caso. Para la realización de esta etapa del estudio se llevaron a cabo nuevas coladas experimentales.

### 8.2.1- Metodología experimental

Las coladas empleadas en esta sección fueron producidas mediante el mismo equipamiento de fusión y moldeo utilizado en la etapa previa. Se utilizó una sola termocupla, para seguir el enfriamiento de la pieza, ubicada en el centro de la misma. Los resultados de las experiencias anteriores indicaron la necesidad de elevar aun más la tendencia grafitizante del metal líquido, por lo que se consideró conveniente la utilización de postinoculación, y el empleo de una composición química ligeramente hipereutéctica, en forma análoga a lo habitual en el colado de FE en secciones delgadas. La postinoculación fue realizada en la cuchara luego de la nodulización, con ferrosilicio 70% de granulometría fina para asegurar su completa disolución en el menor tiempo, agitando manualmente.

La composición química del material empleado se lista en la **Tabla 8.I**. Se ha recurrido al empleo de un contenido medio de elementos de aleación, Cu y Ni, para incrementar la austemperabilidad del material y disponer de un lapso mayor para la transferencia de la pieza desde el molde al baño de sales.

Las experiencias se realizaron en tres series. En todos los casos se precalentó el molde a 500C.

La apertura del molde se realizó cuando la termocupla del centro indicaba 1050C. Esta temperatura se seleccionó lo suficientemente alta como para asegurar que en toda la pieza la temperatura fuese superior a la crítica de transformación de la austenita.

Elemento	C	Mn	Cu	Ni	Mg	P	S	Si
Concentración	3,4	0,16	1,1	1,01	0,05	0,01	0,01	2,3

**Tabla 8.I:** Composición química de la fundición esferoidal.

En la **Serie A** se relevaron las curvas de enfriamiento completas dentro del molde, sin realizar desmoldeo en caliente, observando posteriormente la microestructura de solidificación. En las dos series siguientes, **B** y **C**, las piezas coladas fueron extraídas del molde en el momento en que la solidificación se encontraba completa, de acuerdo al criterio de apertura descripto.

En la **Serie B**, luego de la extracción del molde, se realizó una etapa de homogeneización, mediante la transferencia de las piezas a una mufla mantenida a 900C

durante 30 minutos. Concluído este período de homogeneización, se transfirió rápidamente las piezas al baño de sales mantenido a 355C, donde permanecieron por 90 minutos.

En la Serie C, en cambio, las piezas fueron, luego de su extracción del molde, transferidas rápidamente a un baño de sales mantenido a una temperatura constante de 355C, permaneciendo en el mismo por 90 minutos.

Las piezas obtenidas fueron seccionadas en forma longitudinal en tres segmentos, como se indica en la Figura 8.9, de los cuales se obtuvieron probetas de tracción ASTM E8-57T.

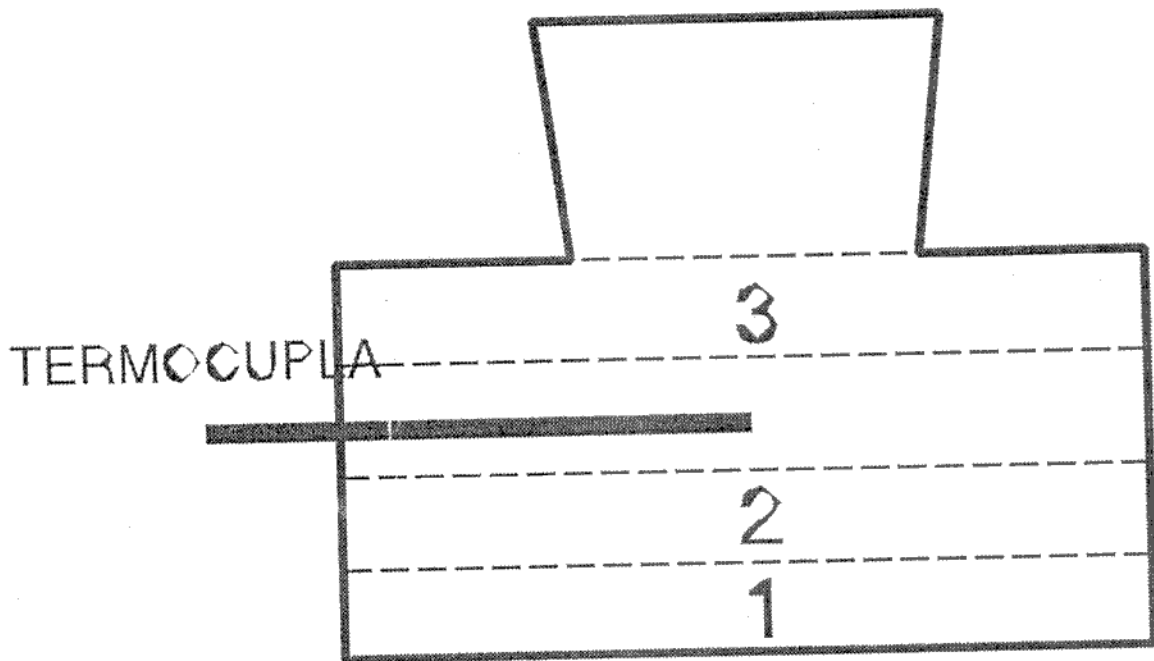


Figura 8.9: Esquema del seccionamiento de las piezas obtenidas en molde permanente.

Las probetas de las series B y C fueron sometidas a ensayos mecánicos directamente,

mientras que las probetas de la serie A fueron austemperizadas con anterioridad a su ensayo, empleando un ciclo térmico consistente en una austenización a 900C durante 90 minutos, seguida de un austemperizado a 355C durante 90 minutos.

A los efectos de comparar las propiedades mecánicas obtenibles luego de la solidificación en molde permanente con las correspondientes al mismo material colado en un molde de arena convencional, se colaron adicionalmente bloques Y (ASTM A 395) a partir del mismo metal fundido. Con estos bloques se procedió a mecanizar probetas de tracción, realizando un tratamiento de austemperizado previo a su ensayo, enteramente similar al efectuado sobre las muestras de la Serie A. Esta última serie es denominada BY.

Las muestras para metalografía fueron obtenidas de las secciones remanentes de las piezas coladas en molde permanente, y de los remanentes de las probetas de tracción luego de ensayadas. Las observaciones microestructurales se realizaron empleando técnicas convencionales de pulido, y ataque químico con Nital al 2%.

#### 8.2.2- Resultados obtenidos.

La Tabla 8.II lista los resultados de los ensayos de tracción realizados sobre probetas austemperizadas provenientes de las tres series y de los bloques Y. Los valores indicados son promedio de tres ensayos.

Tabla 8.II: Propiedades mecánicas medidas en las cuatro series.

Serie	Tensión de Rotura [MPa]	Límite de proporcionalidad 0,2% [MPa]	Alargamiento a la Rotura (%)	Dureza HRc
A	1053	620	12.8	29
B	1111	648	15.8	32
C	970	641	12.2	32
BY	1123	684	13.4	31

Las propiedades mecánicas medidas satisfacen holgadamente los requisitos de la norma



ASTM 897-90 grado 1. Entre las muestras obtenidas en molde permanente, las probetas de la Serie B, homogeneizada previo al austemperizado, presenta tensión de fluencia, tensión de rotura y alargamiento a la rotura algo superiores a los valores de las Series A y C. Las muestras de serie BY, que presentan una estructura de solidificación marcadamente diferente, muestran valores de tensión de fluencia algo superiores.

La Tabla 8.III lista las características de la estructura gráfica de las distintas Series. Se observa que, como es esperable, la mayor velocidad de solidificación registrada en las muestras solidificadas en el molde metálico conduce a una estructura gráfica más fina, con un aumento del conteo nodular. El grado de nodularidad, mientras tanto, permanece elevado en ambas muestras.

Tabla 8.III: Caracterización de la estructura gráfica.

Serie	Nodularidad [%]	Tamaño Nodular	Conteo Nodular [nod/mm <sup>2</sup> ]
A,B y C	100	6-7	250-300
BY	100	5-6	200

La estructura de la muestra correspondiente a la Serie A, Figura 8.10, presenta una estructura ausferrítica con agujas de ferrita de 10 a 15 micrones de longitud, con variadas orientaciones de crecimiento que denotan la acción de múltiples centros de nucleación. La estructura de las muestras B y C, Figura 8.11 y 8.12, permiten observar la morfología de la ferrita bainítica nucleada y crecida en austenita no recrystalizada. Debido a la ausencia de bordes de grano, y al menor número de centros de nucleación, las agujas de ferrita encuentran menos barreras en su crecimiento, alcanzando longitudes mayores a 30 micrones. Esta característica, sumada a la presencia de grandes cristales de austenita, da como resultado una microestructura compuesta por agujas de ferrita de tamaño considerable, con direcciones preferenciales de crecimiento. No se observan diferencias microestructurales marcadas entre la muestra austemperizada directamente y la homogeneizada previo al austemperizado.

Las microestructuras de la Serie BY, Figura 8.13, muestran una estructura acicular bien desarrollada, con buena homogeneidad y un muy buen grado de avance de la transformación.

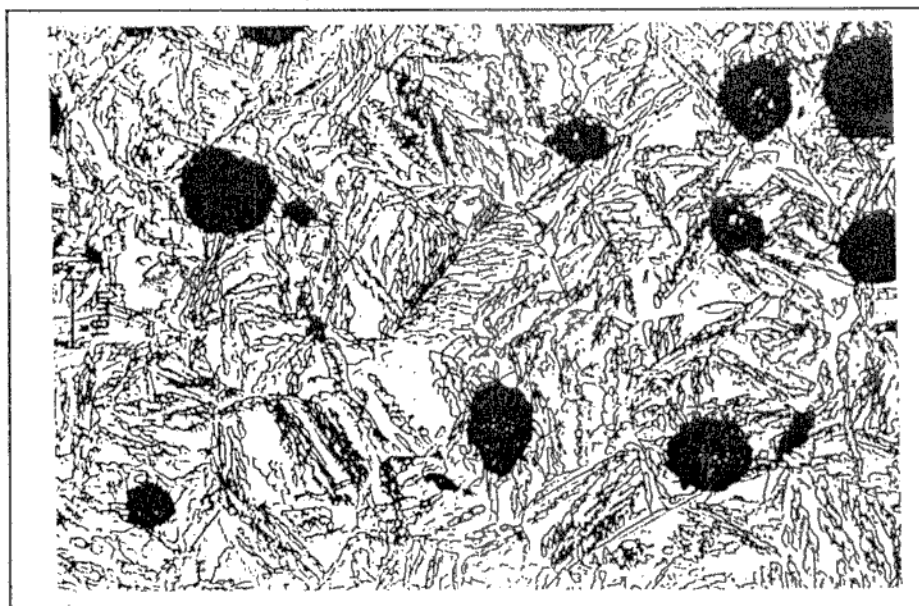


Figura 8.10: Microestructura de la serie A

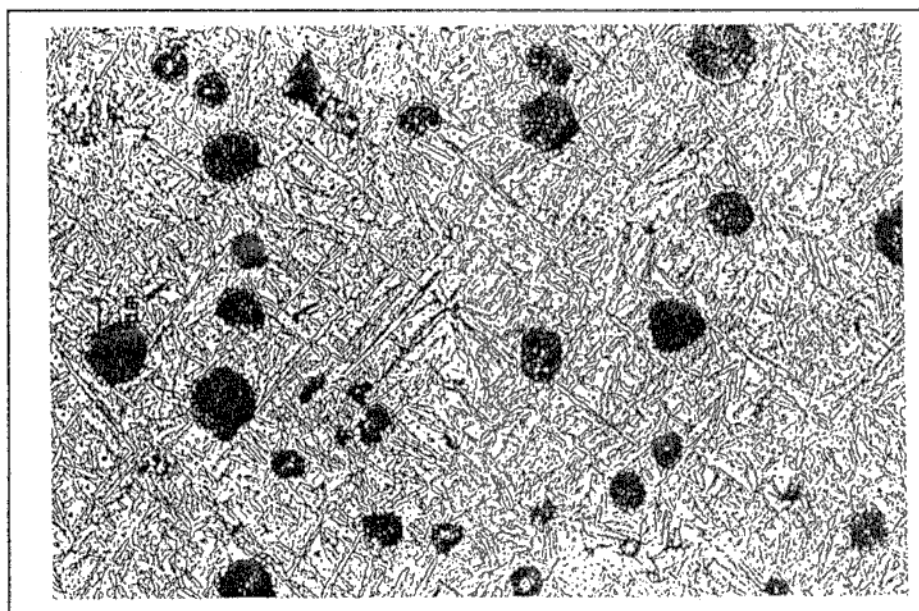


Figura 8.11: Microestructura de la serie B

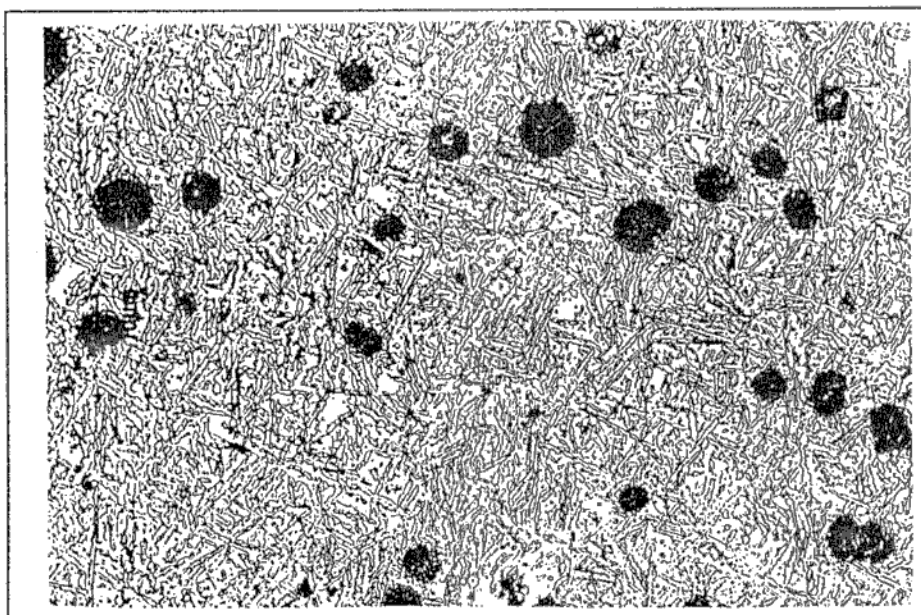


Figura 8.12: Microestructura de la serie C.

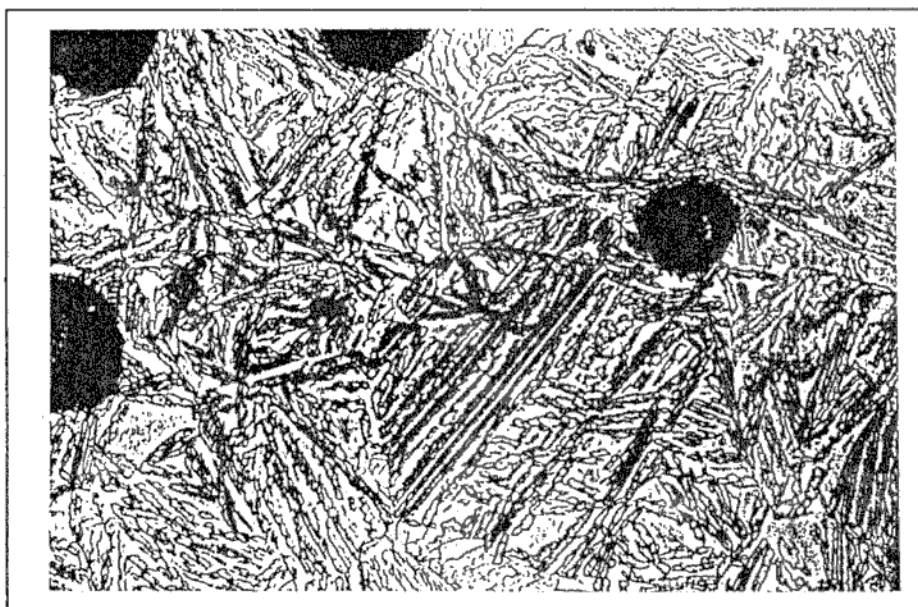


Figura 8.13: Microestructura de la serie BY.

### 8.3- SUMARIO Y CONCLUSIONES

Luego de una serie de experimentos simples, detallados en la sección 8.1, ha sido posible definir, para una aleación y geometría de molde, condiciones del proceso que hacen factible la producción, por desmoldeo en caliente en moldes permanentes, de muestras de fundición esferoidal con estructura de solidificación prácticamente libre de carburos primarios, de calidad adecuada para ser tratada isotérmicamente para producir ADI.

Se han observado diferencias significativas entre la estructura ausferrítica de las muestras obtenidas por desmoldeo en caliente, y aquella producto de tratamientos de austemperizado convencionales. La estructura ausferrítica producida a partir de austenita no recristalizada, muestra agujas de ferrita de mayor longitud que presentan direcciones de crecimiento preferenciales semejantes, en volúmenes relativamente importantes de la matriz. Estas diferencias son directamente atribuibles a la mucho menor presencia de bordes de grano austenítico en las muestras no recristalizadas.

En materia de propiedades mecánicas, los resultados indican que, aún cuando las estructuras ausferríticas presentan diferencias marcadas, las propiedades mecánicas obtenibles sobre muestras austemperizadas directamente luego de la solidificación son altamente satisfactorias y enteramente comparables con las obtenibles sobre muestras solidificadas y tratadas térmicamente en forma convencional.

La totalidad de las experiencias llevadas a cabo indican que, tanto desde el punto de vista microestructural como de las propiedades mecánicas resultantes, es enteramente factible abordar la producción de piezas de ADI a partir de matrices conformadas por austenita no recristalizada, por medio del desmoldeo en caliente, empleando moldes permanentes. No se ha observado en el presente estudio, ningún efecto perjudicial sobre las propiedades mecánicas, más aún, en algún caso se observaron mejoras en el alargamiento a la rotura.

Debe notarse que sólo se ha estudiado un grado de ADI, una dada composición química y una geometría de pieza, siguiendo un ciclo térmico diseñado en base a experiencias previas sobre piezas moldeadas en arena. No se han estudiado aún las posibilidades de optimización de propiedades a través de modificaciones en el ciclo de austemperizado. Es probable que un ajuste en las variables operativas, tales como tiempo de apertura del molde, temperatura de precalentamiento del molde y tiempo de austemperizado, entre otras, permitan optimizar las propiedades mecánicas.

Como aplicación tecnológica, el desmoldeo en caliente presenta excelentes perspectivas, restando aún realizar minuciosos estudios, tendientes a definir, para cada pieza específica, los rangos de composición química y variables del proceso que deberán seguirse para obtener una producción confiable. De igual manera, el molde de cada pieza en particular debe ser diseñado específicamente, teniendo especial cuidado en el balance de la extracción térmica en cada sección, y deberán estudiarse criterios de apertura del molde que no requieran de la inserción de una termocupla en el interior de la pieza colada. Asimismo, y a fin de definir los costos de operación, deberá establecerse la vida de los moldes, y evaluarse la utilización de otros materiales para su construcción y recubrimiento.

## CAPITULO IX

### CONCLUSIONES SOBRE LAS TRANSFORMACIONES DE FASE, PRODUCIDAS EN FUNDICIONES ESFEROIDALES, EN EL RANGO DE TEMPERATURAS DE AUSTEMPERIZADO.

En base a las observaciones y conclusiones de los Capítulos V a VIII, se planteará en esta sección una interpretación de las transformaciones que tienen lugar durante el enfriamiento de fundiciones esferoidales desde el estado austenítico.

Se propone interpretar las transformaciones a partir de la descripción cualitativa representada en el diagrama IT de la Figura 9.1. A las temperaturas de transformación más altas, donde existen bajos subenfriamientos, puede verificarse la precipitación de ferrita proeutectoide, que crece en borde de grano en forma alotriomórfica. A mayores subenfriamientos se verifica el crecimiento cooperativo de ferrita y carburos, produciéndose estructuras laminares de tipo perlítico. Hasta aquí, lo propuesto es prácticamente coincidente con las transformaciones en aceros. Sin embargo, en base a las observaciones de esta tesis, es posible postular que, por debajo de una dada temperatura, el comienzo de la precipitación de ferrita, indicado por la línea punteada, tiene lugar antes que la precipitación de ferrita y carburos, indicada por la línea llena. Este comportamiento, no habitual en aceros, es atribuible a la presencia de importantes cantidades de Si en la composición de las fundiciones esferoidales. Este proceso puede interpretarse considerando la existencia de un eutectoide extendido asimétrico, en el cual, para bajos subenfriamientos es posible el crecimiento cooperativo de ferrita y carburos, pero para mayores subenfriamientos se verifica el crecimiento inicial de una de las fases que intervienen en el eutectoide. Dada la relativamente baja temperatura de precipitación, la ferrita no puede crecer en forma alotriomórfica, y, en cambio, encuentra condiciones favorables para desarrollarse en forma acicular, resultando en la ferrita característica del ADI.

La cinética de precipitación de carburos sufre un progresivo retardo a medida que disminuye la temperatura de mantenimiento isotérmico. Sin embargo, al disminuir la temperatura a valores en los que la difusión de carbono comienza a ser muy baja, ambas líneas de transformación, la de ferrita y la de carburos, vuelven a producirse a tiempos

semejantes. Sobre esta última porción del diagrama volveremos más adelante. Para menores temperaturas, se produce directamente la transformación martensítica.

En base a un diagrama como el postulado puede interpretarse la transformación durante un tratamiento de austemperizado de la manera ilustrada en la **Figura 9.2**. Al avanzar el tiempo a una temperatura  $T_a$ , como la indicada por la línea horizontal rayada, al cabo de un tiempo  $f$ , comenzará la precipitación de ferrita. Esta precipitación produce, como ya se ha discutido, el enriquecimiento de la austenita en carbono. Consecuentemente, su temperatura de comienzo de transformación en martensita,  $M_s$ , descenderá progresivamente, a partir del punto  $c$ . Al continuar el avance de la transformación, hasta un por ciento tal como el indicado por la línea  $E$ , punto  $b$ , la concentración de carbono de la austenita reactivada habrá alcanzado un valor tal que su temperatura  $M_s$  coincidirá con la temperatura ambiente, y no sufrirá transformación alguna durante el enfriamiento hasta temperatura ambiente luego del mantenimiento isotérmico. A partir de estos tiempos de mantenimiento isotérmico, el tratamiento entrará en la ventana, y podrán obtenerse estructuras de ADI satisfactorias, con matriz conformada por ferrita y austenita (ausferrita). Al avanzar el tiempo, el contenido de carbono de la austenita se eleva aún más, y la transformación en ferrita cesa su avance. Eventualmente, al alcanzarse el tiempo indicado por la línea  $B$ , comenzará la descomposición de la austenita de alto carbono en ferrita más carburos, comenzando la degradación del ADI, marcando el tiempo final de la ventana de tratamiento. A temperaturas de austemperizado extremas, tanto bajas como altas, la extensión de la ventana tiende a reducirse. Esto está en coincidencia con lo reportado muy recientemente por Elliot y colaboradores [59], como se ilustra en la **Figura 9.3**. Las experimentaciones de Elliott confirman la tendencia al acercamiento de las líneas de comienzo de precipitación de ferrita y de carburos a medida que la temperatura desciende, tal como se postulara en el diagrama cualitativo de la **Figura 9.1**.

Las transformaciones de la austenita durante los tratamientos térmicos a muy baja temperatura de austemperizado, como los efectuados en el Capítulo V, pueden interpretarse en base a lo representado en el diagrama de la **Figura 9.4**. El ciclo de enfriamiento, indicado por las flechas, produce el comienzo de la precipitación de ferrita acicular al cabo de un tiempo  $c$ . Sin embargo, en los tiempos de tratamiento relativamente cortos investigados, la transformación no alcanza a avanzar suficientemente como para estabilizar la austenita reactivada. Es así que el punto  $M_s$  de esta última fase, representada por el punto  $p$ , no cae por

debajo de la temperatura ambiente. En consecuencia, y tal como se observara en el Capítulo V, el tratamiento térmico conduce a una mezcla de ferrita y martensita.

Las transformaciones incompletas son también fácilmente explicables mediante el diagrama de la Figura 9.1. Su interpretación no presenta ningún aspecto novedoso y no requiere de mayores discusiones.

El diagrama propuesto sugiere que el empleo de temperaturas de austemperizado relativamente altas conducirá a la aparición temprana de carburos. Esto coincide con las observaciones de Urcola et al [27], quienes informaran sobre la existencia de una microestructura compleja, que presenta carburos y martensita, en el tratamiento de muestras a 410C.

Tanto la cinética de precipitación de ferrita como la de carburos, estará sujeta a variaciones dependientes de la composición química global, y de las diferencias locales producto de la microsegregación de aleantes durante el proceso de solidificación.

El sector del diagrama correspondiente a las temperaturas más bajas merece continuar la investigación. En particular no esta claro hasta que punto la transformación comienza con la precipitación de ferrita acicular, o se ha alcanzado el punto en el cual se produce la precipitación simultánea de ferrita y carburos, produciéndose precipitados del tipo de la bainita de los aceros. Es probable que distintas aleaciones presenten uno u otro comportamiento. Para clarificar estos aspectos es necesario detectar la precipitación de carburos muy finamente dispersos, lo cual demanda el empleo de equipamiento no disponible al tiempo de la realización del presente trabajo de tesis y escapa a los alcances de la misma.

En conclusión, el presente trabajo de tesis ha permitido el avance en la comprensión de los aspectos específicos tratados en los capítulos V a VIII, y ha posibilitado el planteo de un diagrama cualitativo, que, a juicio del autor, constituye un avance en la comprensión de los procesos involucrados en la transformación de las fundiciones esferoidales durante enfriamientos desde temperaturas de austenización.



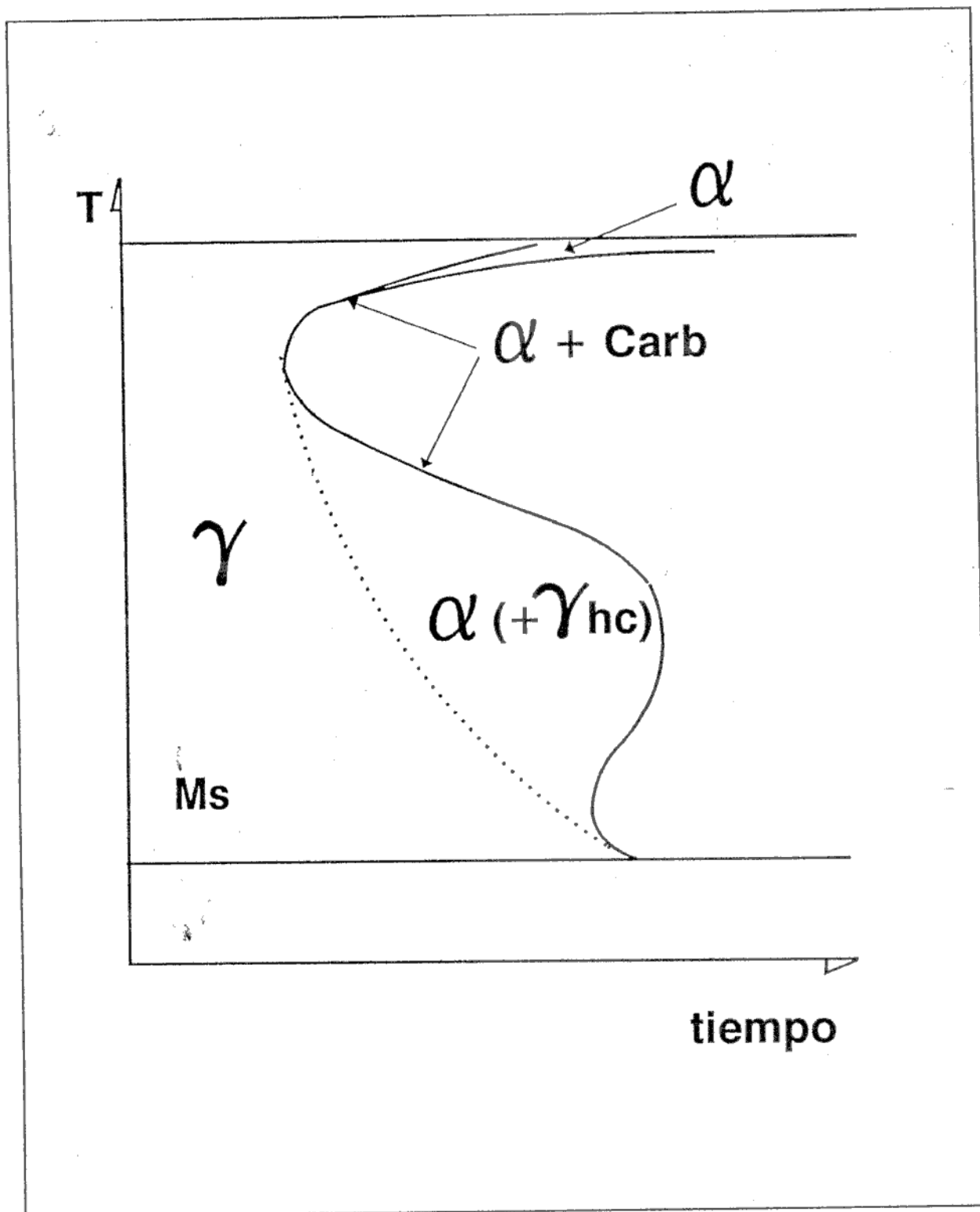


Figura 9.1: Diagrama de transformación isotérmica de la austenita

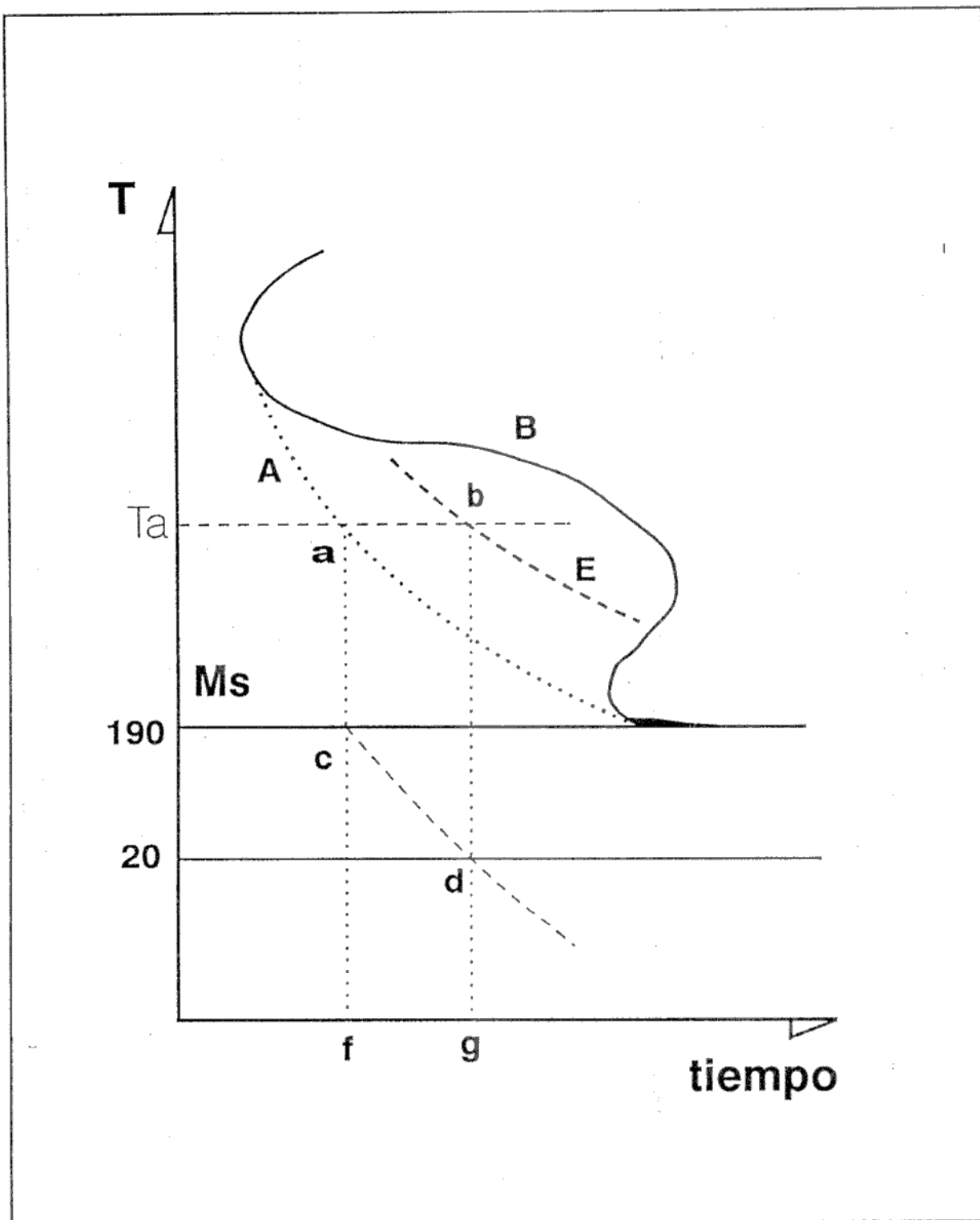


Figura 9.2: Esquema de transformación de la austenita durante un austemperizado.

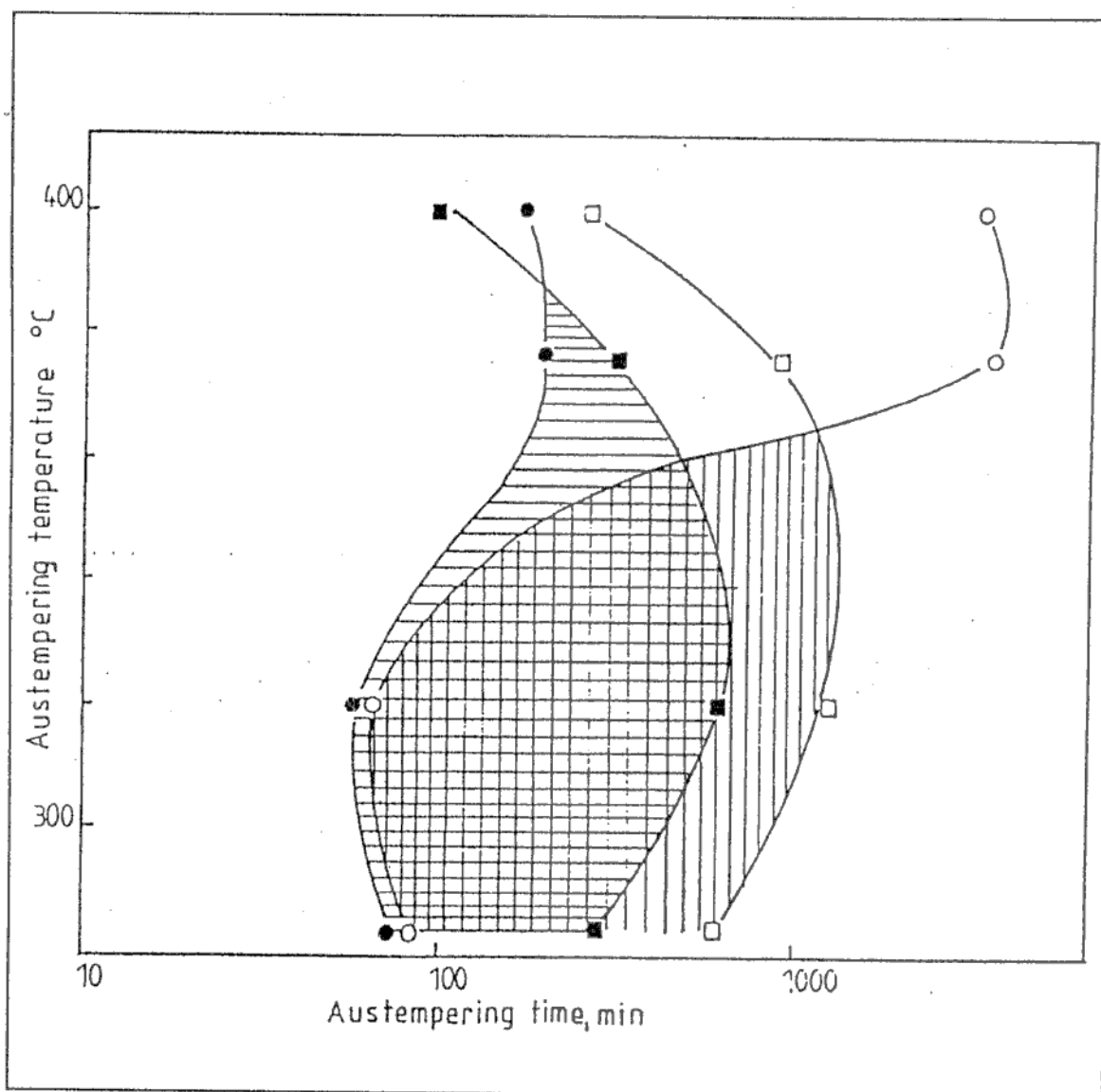


Figura 9.3: Variación de los tiempos  $t_1$ (•) y  $t_2$ (■) de comienzo y fin de la ventana de transformación, para FE sin alear (•■) y aleada (◦□), según el trabajo de Nazarboland y Elliott [61].

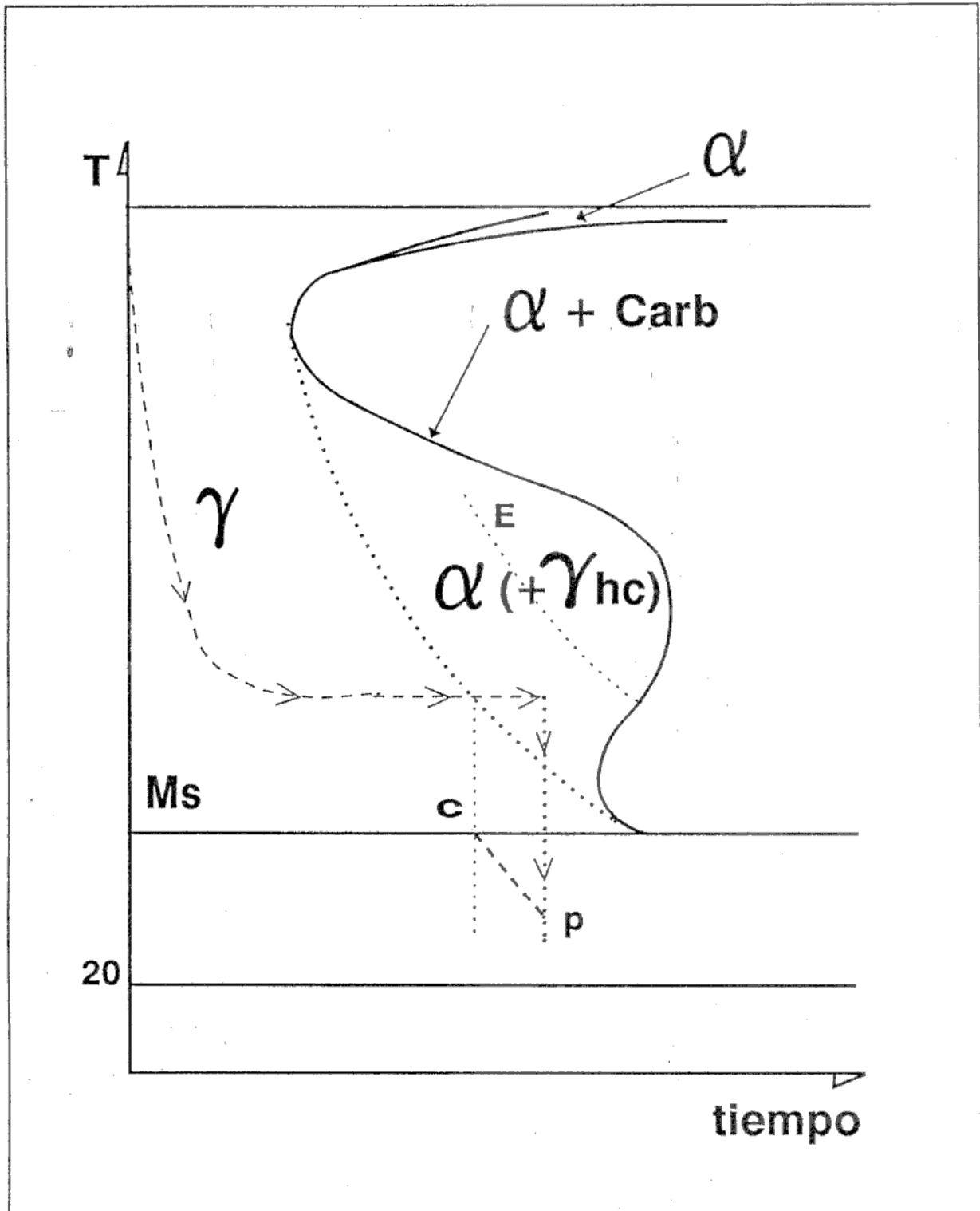


Figura 9.4: Diagrama de transformación de la austenita, superpuesta una curva de enfriamiento típica de un austemperizado de baja temperatura

REFERENCIAS.

- [1] T. Bex. **Ductile Iron: one of the century's metallurgical triumphs.** Modern Casting, AFS, Feb. 1991, pp. 45-48.
- [2] A. M. Arzt. **Ductile iron finds new application in rapid transit industry.** Modern Casting, AFS, April 1987.
- [3] R. Elliot. **Cast Iron Technology.** Butterworths & Co. Ltd. London (1988).
- [4] Kenneth H. Kirgin, Modern Casting. AFS, January 1993, pp. 26-28.
- [5] "El Fundidor". Octubre 1995, pp. 57-59.
- [6] B. V. Kovacs. **Austempered Ductile Iron: Fact and Fictions.** Modern Casting, Mar. 1990, pp. 38-41.
- [7] R.A. Harding. **Opening up the market for ADI.** The Foundryman, June 1993, 197-207.
- [8] R. Gundlach, J. Janowak. **A review austempered ductile iron metallurgy.** Proceedings of the World Conference on ADI, pp1-12 (1994).
- [9] J.F. Janowak, R.B. Gundlach, **Development of a Ductile Iron for commercial austempering;** Transactions of the American Foundrymen's Society, Vol.91, p377-388, (1983).
- [10] R. Keough. **The development, processing and application of ADI.** Proceedings of the Third World Conference on ADI, Vol 2, Pag 638-658; USA (1991).
- [11] N. Darwish, R. Elliott. **Austempering of low manganese ductile iron. Part 3. Variaton of mechanical propierties with heat treatment condition.** Materials Science and Technology, October 1993, Vol. 9, pp. 882-889.
- [12] T.N. Rouns, K.B. Rundman; **Constitution of Austempered Ductile Iron and kinetics of austempering,** Transactions of the American Foundrymen's Society, Vol.95, p851-874, (1987).
- [13] N. Darwish, Elliot. **Austempering of low manganese ductile irons. Part1 Processing window.** Materials Science and Technology July 1993. Vol9
- [14] N. Darwish, R. Elliott. **Austempering of low manganese ductile iron. Part 2. Influence of austenitising temperature .** Materials Science and Technology, July 1993, Vol. 9, pp. 586-602.

- [15] R. C. Voigt, C. R. Loper. **Austempered Ductile Iron - Process control and quality assurance.** 1st International Conference on ADI, 1984, pp. 84-103.
- [16] A. Hamid Ali, K. Uglov, N. Darwish, R. Elliott. **Austempering of low manganese ductile iron. Part 4. Relationship between mechanical properties and microstructure.** Materials Science and technology, January 1994, Vol.10, pp. 35-40.
- [17] K. L. Hayrynen, D. Moore, K. Rundman. **Tensile properties and microstructure of a clean austempered ductile iron.** AFS Transaction, 1990, Vol. 98, pp. 471-476.
- [18] E. Dorazil, E. Munsterova, Z. Kaopisek, B. Barta. **Examination of the hardenability of ductile cast iron in austempering.** Metallic Materials, 1989, número 1, pp. 57-63.
- [19] Y. Lee, R. Voigt. **The hardenability of ductile irons.** Transactions of the American Foundrymen's Society, Vol.97, pp915-936, (1989).
- [20] D. Moore, B. Shugart, K. Hayrynen, K. Rundman. **A microstructural determination of isothermal transformation diagrams in a low-alloy ductile iron.** Transactions of the American Foundrymen's Society, Vol.98, pp519-526, (1990).
- [21] R. Voigt, Y. Lee, Chen Hui Tu. **Use of hardenability data to determine alloy requirements for austempered ductile iron.** Proceedings of the World Conference on ADI, Vol 2, pp479-514, USA (1991).
- [22] J. Shi, S. Zou, M. Too, R. Smith. **On the quenchability of austempered ductile iron.** Cast Metals Vol 5, Num.2, (1992)
- [23] Y. Park, P. Morton, M. Gagné, R. Goller. **Continuous cooling transformation and austempering behavior of Cu-Mo ductile irons.** Transactions of the American Foundrymen's Society, Vol.92, pp395-400, (1984)
- [24] J. Janowak, P. Morton. **A guide to mechanical properties possible by austempering 1,5% Ni 0,3% Mo Ductile iron.** Transactions of the American Foundrymen's Society, Vol.92, pp489-498, (1984)
- [25] K. Hayrynen, G. Fubert, D. Moore, K. Rundman. **Heavy section ADI: microsegregation, microstructure, and tensile properties.** Transactions of the American Foundrymen's Society, Vol.97, p747-756, (1989).
- [26] D. Moore, G. Fubert, K. Rundman. **Isothermal transformation diagrams in a heavy - section, high-alloy ductile cast iron.** Transactions of the American Foundrymen's Society,

- [27] I. Gutierrez, J. Aranzabal, F. Castro, J.J. Urcola; **Homogeneous formation of Epsilon Carbides within the austenite during the isothermal transformation of a Ductile Iron at 410 C**, *Metalurgical and Materials Transactions A*, Vol 26A, p1045-1060, (May 1995).
- [28] J.P. Chobaut, P.Brenot, J.M.Schissler. **Secondary Martensite Formation During the Tempering of Bainitic S.G. Cast Iron**. *Transaction of the American Foundrymen's Society*, April 1988, Vol.96, 475-480.
- [29] W. Dubensky, K. Rundman; **An electron microscope study of carbide formation in Austempered Ductile Iron**, *Transactions of the American Foundrymen's Society*, Vol.93, p389-394, (1985).
- [30] K. Rundman, R. Klug; **An X-Ray and metallographic study of an Austempered Ductile Cast Iron**, *Transactions of the American Foundrymen's Society*, Vol.90, p499-504, (1982).
- [31] A. Basak, R.H. Juneja, B.N. De. **A study on Austempered Ductile Iron Alloyed with Copper**. *Indian Foundry Journal*, August 1992, 34-38.
- [32] S. Korichi, R. Priestner. **High temperature decomposition of austempered microstructures in spheroidal graphite cast iron**. *Materials Science and Technology*, September 1995, Vol. 11, pp. 901-907.
- [33] Yury S. Lerner. **Approach to iron casting: the permanent mold process**. *Modern Casting*, November 1996, pp. 48-51.
- [34] M. Rao and M. Srinivasan. **Effect of inoculation on shrinkage and mechanical behavior of permanent mold Ductile Iron Casting**. *AFS Transactions* Vol.96; pp551-554.
- [35] M. Rao and M. Srinivasan. **Feeding Permanent Mold Ductile Iron Casting**. *AFS Transactions*, Vol.96, pp 599-602.
- [36] K. Nyamekye, S. Wei, R. Voigt, C. Ramsay. **A review of permanent mold coating and their effect on on heat transfer in the mold**. *AFS Transactions*. Vol. 102; pp 869-876.
- [37] K. Davis, D. Brown, J. Magny, D. Hui. **Choice of permanent mould materials for iron casting**. *AFS Transactions*. Vol.97; pp 85-104.
- [38] J. Schissler, J. Saverna, R. Bellocci, C. Bak. **SG Cast Iron - Influence of hot shakeout on the microstructure obtained through varying heat treatments**. *Materials Research Society. The Physical Metallurgy of cast iron*. Vol.94; pp335-344.

- [39] R. Foreman. **New developments in salt bath quenching**. Industrial Heating. March 1993.
- [40] R. Pehlke, A. Jeyarajan, H. Wada. **Summary of thermal properties for casting alloys and mold materials**. December 1982.
- [41] D. Moore, G. Faubert, E. McCarty, D. Ellerbrock, K. Rundman. **Isothermal Transformation diagrams in a heavy-section, high-alloy Ductile Cast Iron**. Transactions of the American Foundrymen's Society, Vol.98, p p449-457, (1990).
- [42] H.A. Dall'O, J.A. Sikora, S.A. Allende, C. Moline. **Fontes a graphite spheroidal: influence d'un faible pourcentage d'element d'alliage**. Traitement Thermique N°175 P.39-43. Francia. 1983.
- [43] J. Aranzabal, I. Gutiérrez, J. J. Urcola. **Materials Science and technology**, 1994, Vol 10, pp. 728-737.
- [44] H. Bayati, R. Elliott, G. Lorimer. **Influence of austenitising temperature on austempering kinetics of high manganese alloyed ductile cast iron**. Materials Science and Technology, August 1995, Vol II.
- [45] H. Dall'O, H. Ortiz, R. Dommarco. **Resistencia al desgaste de Fundiciones Esferoidales tratadas isotérmicamente. Análisis comparativo**. Tribos '91. Bs. As. 1991.
- [46] R. Dommarco, H. Dall'O, H. Ortiz. **Estudio de algunas variables operativas en un ensayo de erosión-abrasión de metales**. Jornadas Metalúrgicas SAM, Córdoba 1990.
- [47] H. Dallo'O, R. Ortiz, R. Dommarco. **Resistencia a la abrasión-erosión de fundiciones esferoidales austemperizadas a bajas temperaturas**. Jornadas Metalúrgicas de la Sociedad Argentina de Materiales (SAM), 1992.
- [48] J.Sikora, H.Dall'O, G.Uriburu. **ADI in Argentina, development and applications**. 1991 World Conference on ADI, March 1991, Vol I, 75-89.
- [49] J.Panasiewicz, C.Grupke and J.Huth. **Crysler's experience with ADI crankshafts**. 1991 World Conference on ADI, March 1991, Vol I, 176-194.
- [50] T. Rouns, K. Rundman. **Constitution of Austempered Ductile Iron and Kinetics of Austempering**. Transactions of the American Foundrymen's Society, Vol.95, pp851-874, (1987)
- [51] M. Grech. **Effect of Tempering and Step Austempering on the Tensile Properties of an Unalloyed S.G. Iron**. 1991 World Conference on Austempered Ductile Iron, March 1991, Vol II, 600-621.



- [52] Chenigjia, J.Vourinen. **Study on the thermal stability of ADI.** 1991 World conference on ADI, March 1991, Vol I, 319-337.
- [53] J.M. Schissler, U.C. Liu, J.P. Chobaut, H.Vetters. **Study of the Austempered Ductile Iron (ADI) Behavior During Aging (Tempering).** 9th International Congress on Heat Treatment and Surface Engineering and 5th French Open International Conference on Heat Treatment, Sept. 1994.
- [54] B. D. Cullity. **Elements of X-Ray Diffraction.** Segunda edición 1978.
- [55] T. Takahashi, T. Abe, S. Tada. **Effect of bainite transformation and retained aistenite on mechanical propiedades of austempered spheroidal graphite cast steel.** Metallurgical and Materials Transactions, Vol. 27A, June 1996, pp. 1589-1598.
- [56] G. Nadkarni, S. Gokhale, J. D. Boyd. **Elevated temperature microstructural stability of austempered ductile iron.** AFS Transaction, April 1996, 96-136.
- [57] G. Rivera, R. Boeri, J. Sikora. **Revealing the solidification of nodular iron.** International Journal Cast Metals, V. 8, num. 1, pp. 1-5.
- [58] **Metals Handbook.** Ninth Edition. Volume 15, pp 275-285
- [59] A. Nazarboland, R. Elliott. **The relationship between austempering parameters, microestructure and mechanical propiedades in a Mn-Mo-Cu alloyed ductile iron.** International Journal Cast Metals, 1997, 9, pp. 295-308

ANEXO I

AUSTEMPERED DUCTILE IRON. STUDY OF ITS  
METALLURGICAL TRANSFORMATIONS

ABSTRACT

## ABSTRACT

The objective of this investigation is to study the metallurgical transformations taking place during heat treatment of ductile iron in the austempering temperature range.

The influence of several factors on the transformations are studied, including the austenitizing and austempering temperatures, and the austempering time.

The heat extraction capability of a molten salt bath has been characterized, and different factors affecting the maximum austemperable diameter identified. The microstructure and mechanical properties of partially austempered ductile iron, obtained as a result of insufficient rate of cooling, is also characterized. The microstructure shows different amounts of lamellar constituents, mixed with ausferrite, depending on the rate of cooling. The presence of lamellar microconstituents cause a noticeable decrease in the ductility of ADI, and a marked decrease in the strength of low temperature ADI.

The influence of the austempering temperature on the austempering transformations in the lower temperature range, from 280 to 220C, is studied. The results show that, as the austempering temperature decreases, the ferrite needles become thinner, the rate of transformation decreases, and martensite is increasingly present in the structure. Maximum UTS values were obtained for austempering at 260C during 120 minutes. Lowering austempering temperature below 260C causes a decrease in UTS, elongation and fracture toughness.

The stability of the microstructure of ADI is studied. The decomposition of high carbon austenite due to overaustempering and ageing is characterized, and changes in mechanical properties are evaluated. The study indicates that transformations taking place during overaustempering and ageing are entirely similar. Time at temperature promotes a marked decrease in elongation and impact strength, caused by the formation of small precipitates at the former austenite grain boundaries.

A decomposition mechanism, based on the nucleation and growth of precipitates at the

## CHAPTER I

### INTRODUCTION

Ductile iron is one of the most significant metallurgical developments of last 30 years. Ductile iron can be used in a large number of applications, and has lower cost of manufacture than alternative materials[1]. Use of ductile iron worldwide experienced continuous growth. An average growth of 1.5% per year has been verified during last decade in the United States, and this rate of growth is expected to continue up to year 2002 [2,3,4].

Production of ductile iron in Argentina is expanding. The production grew from 20,000 metric tons in 1990 to 30,800 metric tons in 1994. Ductile iron is increasingly replacing cast steels. Cast steel production dropped from 21,500 metric tons in 1990 to 13,500 metric tons in 1994 [5].

A new variety of heat treated ductile iron, the austempered ductile iron (ADI), has been developed in recent years. Careful heat treatment applied to good quality ductile iron of controlled chemical composition, can lead to different grades of ADI that cover a wide range of mechanical properties. Ultimate tensile strength can double that of pearlitic ductile iron, maintaining the same levels of ductility and impact strength [6]. ASTM 897-90 standard defines five grades of ADI, having UTS values ranging from 850 to 1600 MPa, and elongation ranging from 10 to 1% respectively. With these very good mechanical properties, ADI has an excellent perspective to be used with economic advantages, in applications normally satisfied by using either forged, wrought or cast quench and tempered steels[7].

The good mechanical properties of ADI are directly related to its unique microstructure. The bainitic transformation of ductile iron is different from that of steels. In steels, austenite transforms into a fine mixture of needle like ferrite and carbides. In ductile iron, the austenite originates a mixture of ferrite and carbon rich austenite.

Austempering transformation of ductile iron takes place in two stages [8]. At the austempering temperature, the bainitic ferrite nucleates and grows in the austenite. As ferrite growth proceeds, carbon rejected accumulates in the surrounding austenitic matrix. The high silicon content of ductile iron prevents the precipitation of carbides, what in turns allows the

ferrite/austenite interphase, is proposed.

A temperature-time-transformation diagram for austenite of ductile iron is proposed, and used to explain the austempering process.

The austempering of primary, non-recrystallized, austenite, obtained after hot shaking out of permanent molded ductile iron, is also studied. The results indicate that, even though there are some differences in the transformation, the mechanical properties obtained are entirely satisfactory, and that the production of ADI during the cooling stage after solidification appears to be possible.

**Note:** This extended abstract, prepared in english, is included as an appendix. It does not show figures and tables. The reader should refer to figures included in the main body.

austenite to reach very high carbon levels. This austenite is then stabilized. Normal heat treatment aims to interrupt the transformation at this first stage, obtaining, at room temperature, a structure composed by ferrite and carbon rich austenite, of excellent strength and toughness. During the second stage of transformation, high carbon austenite decomposes into ferrite and carbides, causing a marked decline in the mechanical properties.

The metallurgy of ADI is complex and is still not thoroughly studied. The objective of this research is to advance in the understanding of the transformation of austenite during ADI heat treatment.

## CHAPTER II

### LITERATURE REVIEW

The abstract of this chapter, prepared in english, is very short, an only summarizes the main conclusions of the review of literature

#### 2.1. Austempered Ductile Iron

In this section, most aspects of the metallurgy of ADI are revised, including a detailed analysis of the formation of the microstructure and the identification of the stages of transformation and the operating window. The influence of different heat treatment variables on the structure and properties of ADI is also reviewed. The published articles about mechanical properties of ADI and its correlation with the microstructure are summarized.

The principal conclusions of this section are:

- There is generalized agreement about the nature of the microstructure of ADI, and its correlation with the microstructure, in particular for austempering temperatures above 300C.
- The stages of the transformation at the austempering temperature are well described. Heat treatment processing to obtain the best mechanical properties has been defined for a number of ductile iron alloys, and austempering temperatures.
- The carbon content of the austenite is mainly controlled by the austenitizing temperature. The influence of the alloying elements is secondary.
- The rate of transformation at stage 2 is sensitive to the alloy composition.
- The operating window closes as the austempering temperature increases.

#### 2.2. Hardenability of Ductile Iron

The hardenability of ductile iron depends on a larger number of factors than that of steels. In particular, different levels of carbon dissolved in the autenite can be obtained as a function of the austenitizing temperature, what affects markedly the hardenability.

Additionally, the microsegregation present in ductile iron after solidification causes noticeable changes of hardenability at the microscale.

The literature shows that Jominy tests can be successfully used to define the hardenability of DI. The individual effect of alloying elements has been identified. Mo, Mn and C have strong effects. Multiple additions are particularly beneficial to hardenability, in particular the combination of Cu and Ni.

Empirical correlations relating chemical composition and hardenability have been developed for DI. A very good fit between experimental and calculated values has been obtained.

### 2.3. Austemperability of Ductile Iron

Only recently the austemperability of ductile iron received some attention of the researchers. Its study is necessary to carry out successful austempering treatments, particularly when parts of large or complex sections are produced.

This section reviews articles dealing with the prediction of austemperability on the basis of hardenability data, and on the basis of thermal analysis. The influence of the chemical composition is also reviewed, together with the influence of the section size and the quenching severity of the austempering bath.

The principal conclusions are:

- Austemperability depends on the chemical composition and the cooling rate from austenitizing temperature.
- CCT and IT diagrams have been published for different chemical compositions and austenitizing temperatures.
- Cooling rate from austenitizing temperature is affected by the section size and the quenching severity of the isothermal bath.
- The actual quenching severity of salt baths is not clearly defined, and must be studied for each experimental condition.
- Austemperability can be calculated as a function of the hardenability, provided the quenching severity of the austempering quench medium is known.



#### 2.4. Stability of the microstructure of ADI

The importance of the study of the decomposition of the structure of ADI has been recognized in the literature [29-32]. The literature review shows that:

- The decomposition of ADI on ageing or reheating has received little attention.
- All articles reviewed focus on the study of ausferritic structures austempered above 300C. The stability of low temperature ADI has not been studied.
- The articles reviewed use only three ageing temperatures, of 400, 410 and 570C.
- Carbides of different types have been identified in the microstructure as a result of the decomposition of austenite. Different authors report carbides of different nature. The identification of carbides is difficult.
- The change in properties of ADI as a function of ageing time and temperature has not been systematically studied.
- The transformations taking place in stage two of austempering have not been compared to the transformations during ageing.

#### 2.5. Permanent Molding

Permanent molding is relevant to this thesis work because it is applied in the experimentation of Chapter VIII. Information about materials and coatings was reviewed. Profuse literature was found for permanent molding of nonferrous alloys. On the other hand, information regarding ductile iron is very scarce.

#### 2.6. Hot Shakeout

Literature regarding the use of hot shakeout of ductile iron as a method to produce controlled metallurgical transformations during cooling from the solidification temperature, is reviewed. The scarce information available suggests that the production of ADI by controlled cooling is possible. Nevertheless, no analysis is made to identify the influence of sample size and geometry, alloy composition, and casting procedure on the austempering transformation.

## CHAPTER III

### GENERAL AND SPECIFIC OBJECTIVES

This investigation focuses on the study of the transformation of austenite during ADI heat treatment. This study is not only of academic interest, but also of great importance for the effective application of ADI.

The thermal cycle applied to produce ADI consists in an austenitizing at approximately 900C, followed by a fast cooling to the austempering temperature, usually between 200 and 400C. This cycle is represented in the temperature-time-transformation diagram of **Figure 3.1**. A thorough knowledge of the basic processes taking place at all stages of the austempering treatment is necessary to control and to understand the metallurgy of ADI.

**Figure 3.1** shows possible variations in the cooling stage from the austenitizing temperature. Changes in cooling rate can be caused by changes in section size, or by modifications in the rate of heat extraction of the cooling agent.

A cooling rate such as that represented by line (1), causes initially the precipitation of phases at temperatures above the austempering temperature, indicated by an **A**, and then the continuation of the transformation at the austempering temperature. The resulting microstructure is studied in Chapter V.

The normal transformations at the austempering temperature, such as those corresponding to cooling 2 at point **C**, have been carefully studied and the reports in the literature are very complete. Nevertheless, lower austempering temperature transformations, such as those resulting from cooling 3, point **E**, are different from those of higher temperature, and have not been thoroughly studied. The microstructure and mechanical properties resulting from low temperature austempering of ductile iron are studied in Chapter VI.

The holding time at austempering temperature strongly affects the resulting microstructure. The effects of this variable have been studied carefully in the literature. If holding time at austempering temperature is maintained long enough, the high C austenite decomposes, and the mechanical properties decrease markedly. This transformation,

represented by points D or F, is not thoroughly studied, to the best of our knowledge. This topic is covered in Chapter VII.

The thermal cycle necessary to produce ADI could be carried out directly during the cooling stage post solidification, as illustrated by cycles 4 and 5 of Figure 3.1. This alternative has certain chances to produce a significant economy. Nevertheless, the austempering treatment could be substantially different, because the austenite will not be recrystallized at the time of transformation. Chapter VIII covers the study of the austempering of non-recrystallized austenite obtained through the use of permanent molding and hot shakeout.

## CHAPTER IV

### EXPERIMENTAL APPARATUS

#### **4.1. Design and construction of a Molten Salt Bath**

The design of construction of a molten salt bath was necessary to carry out the austempering heat treatment cycles. The bath contains 450kg of a mixture of 56% potassium nitrate and 44% sodium nitrite. Electrical heating was used. Six heating units are located at the bottom of the bath, in direct contact with the salt. Total power is 12 KW. The bath temperature is controlled and maintained within 2C of the preset value.

The system is equipped with specific protection devices to reduce risk of electrical shock during operation.

This salt bath has been in operation during more than 900 days. The operation has been very satisfactory, and only normal maintenance procedures were required.

#### **4.1. Design and construction of an austenitizing furnace**

An electrical furnace of 12KW power was built, using Kanthal A1 coils as heating elements, and ceramic fiber as insulation.

## CHAPTER V

### RATE OF COOLING AFTER AUSTENITIZATION. EFFECT OF SECTION SIZE

#### 5.1. Introduction

The production of ADI parts requires a complete characterization of the austemperability of any given part. Austemperability will be considered as "the ability of the ductile iron to be cooled from the austenitizing to the austempering temperature, avoiding the precipitation of any higher temperature component"[22].

Variables affecting austemperability can be grouped into two classes, those related to the material, and those intrinsic to the heat treatment process. Variables related to the material are chemical composition, cell size and nodule count. The influence of these variables on the austemperability is well known and was detailed in section 2.2. Among those variables intrinsic to the heat treatment process, the following can be pointed out:

- Carbon content of the austenite before cooling, which depends mainly on the austenitizing temperature.
- Section size.
- Austempering temperature.
- Cooling medium.

The influence of the first two variables has been treated in the literature in some detail. The later two are not clearly studied. The severity of the quenching medium depends, for the case of molten salts, on the amount of water dissolved in the salt, the degree of stirring, and the temperature of the salt.

The large number of factors affecting austemperability makes difficult to choose a

chemical composition and a heat treatment process, suitable to produce ADI parts of the required quality.

The aim of the work carried out in the present Chapter is to study the effect of the change in the cooling rate on the transformation of austenite in the austempering temperature range. A simple mathematical model is developed, and used to calculate the influence of the section size and the austenitizing temperature on the cooling rate. The heat extraction of the salt bath used is measured. Additionally, generated microstructures in those cases in which austemperability has been insufficient will be characterized.

## 5.2. Heat extraction of the molten salt bath

The heat extraction of the molten salt bath affects largely the rate of cooling of a part submerged in the bath. Since available information in this regard is scarce, the heat extraction of the bath has been measured.

### 5.2.1. Experimental Methods

The cooling curve of the center of a ductile iron sphere has been recorded by using a thermocouple attached to a data acquisition board. The samples were austenitized at 890C, and cooled into the molten salt bath held at 230, 320 and 370C. Unless specified, the salt bath was "dried" before quenching by holding it at a temperature approximately 100C above austempering temperature, for one hour. The surface heat transfer coefficient [h] was calculated on the basis of the temperature recordings. To do this, the inverse transient heat transfer problem was solved for a sphere.

### 5.2.2. Results and Discussion

Figure 5.1 shows the cooling curves of the center of a 69mm diameter sphere, cooled in salts held at different temperatures, as indicated. The increase in quench rate is noticeable, in particular below 600C. Figure 5.2 shows temperature recordings measured on a 78mm sphere treated in a moist and a dry salt bath. Calculated values of h, corresponding to the following expression:

$$h = a + b T_s^c$$

where a, b and c are constants, are listed in Table V.I. Figures 5.3 and 5.4 show the very good fit reached, for two different values of sphere diameter.

### 5.3. Maximum austemperable diameter

Maximum austemperable diameters (MAD) were calculated using the simple mathematical model developed, and information on transformation kinetics reported in the literature [41-42]. A given section has been considered to fully austemper when the cooling curve "saves" the pearlitic knee. The location of the pearlitic knee was defined on the basis of values reported by Moore et al. for alloyed and unalloyed ductile irons. Unalloyed knee is located at 625C and 3.5 seconds. Alloyed knee is located at 475C and 33 seconds. These values were used as examples only. Table V.II lists values of MAD for the alloyed and unalloyed iron taken as examples, for dry and moist salt, and different austenitizing temperatures. Maximum ideal diameters, considering very large surface heat transfer coefficients, have been also calculated.

Listed values indicate that:

- Moisture in the salt bath has an important effect on MAD. Alloyed ductile iron MAD values can grow from 54mm for dry salt, to 68mm for moist salt.
- Austempering temperature affects austemperability. Calculated MAD values for alloyed ductile iron austempered at 300C reached 54mm, to drop to 36mm as the austempering temperature raised to 400C.
- Austenitizing temperature also plays a very important role in defining MAD. Changing austenitizing temperature from 871C to 927C, increases MAD value of an alloyed iron from 54mm to 105mm, thanks to a combination of larger C content and faster cooling rate.
- Ideal MAD values are not very different from MAD values calculated using moist salt. For example, ideal MAD for an alloyed iron austempered at 300C is 76mm,

while calculated value in moist salt is 68mm.

#### 5.4. Partially Austempered Ductile Iron

Maximum mechanical properties of ADI are most commonly obtained on unalloyed ductile irons. Nevertheless, to obtain the desired level of austemperability, alloying elements must be added to the base ductile iron. In the case of insufficient austemperability, the first effect expected to take place on the microstructure is the precipitation of higher temperature lamellar microconstituents, such as very fine pearlite. This process has not been thoroughly studied, to the best of our knowledge. The objective of this section is to identify the appearance of microstructures combining lamellar and acicular precipitates, and to measure the corresponding mechanical properties.

##### 5.4.1. Experimental Methods

Partially austempered ADI samples were obtained by austempering 100mm diameter rods of 350mm length, in a dry molten salt bath, held at temperatures of 280 and 360C. The chemical composition of the iron is 3.5% C, 2.4%Si, 0.31%Mn, 0.98%Cu, 0.47%Ni, and 0.19%Mo. Austemperability of this section is clearly insufficient to reach fully austempered structures. Tension test samples were machined from the periphery, center and mid-radius of the round bar. The microstructure was observed and characterized at the same locations.

A second set of tension test samples was machined from other bars in as cast conditions, and then heat treated following the same thermal cycles. These samples should give a very good approximation of the properties expected at the periphery, center and mid-radius of the bars if MAD value had been larger than the actual bar diameter.

Tension samples were also obtained from Y blocks (ASTM A395) cast from the same melt, and heat treated following identical thermal cycles. These were used to identify the quality of the base ductile iron.

##### 5.4.2. Results and Discussion

Table V.III lists the results of tension tests and the characterization of the microstructure. Bottom line lists values for the higher strength quench and tempered grade of ductile iron normalized by ASTM, which will be used as a reference.



Figure 5.5 shows typical ADI structures obtained on samples obtained from Y-blocks austempered at 360 and 280C. Figure 5.6 shows the microstructure of samples taken from the center, mid-radius and periphery of the 100mm round bar austempered at 360C. Center sample microstructure, Figure 5.6.(a), shows a great amount of very fine lamellar microconstituents, and areas of ausferrite located at the cell boundaries. Some free ferrite can be seen in the lamellar regions, precipitated along the grain boundaries of prior austenite. The structure of the mid-radius, Figure 5.6.(b), shows dark lamellar regions, mainly associated to the position of the graphite nodules. In the periphery, Figure 5.6.(c), the amount of lamellar phases is clearly smaller, and the location of the colonies does not seem to be related to the graphite nodules.

Figure 5.7 shows the microstructure observed on samples of the 100mm round bar austempered at 280C. Bar center microstructure, shown in Figure 5.7.(a), shows a large amount of lamellar phases, and some fine ausferrite located at the cell boundaries. The microstructure of the periphery, Figure 5.7.(b), shows little amount (20%) of lamellar phases, which location appears to be independent from the position of the graphite nodules.

### 5.5. Conclusions

It has been shown that the strong influence of a large number of variables on the MAD, makes it very difficult to manage the heat treatment operation safely. MAD values reported in the literature can be used for orientation purposes only, and should not be regarded as a material property. Precise determinations of MAD, for a given alloy composition, should be carried out following a standard procedure. Only in this manner, values for different alloys could be compared.

Insufficient austemperability causes the formation of lamellar constituents in the microstructure. The amount of lamellar constituents depends on the rate of cooling. For the slower rates of cooling, when the amount of lamellar phases is considerable, they are located in the vicinity of the graphite nodules, while remaining areas of ausferrite lie on the cell boundaries. In cases in which the cooling rate is relatively faster, small amounts of lamellar phases are seen in the microstructure. Its location does not appear to be related to the position of the graphite nodules. This indicates that while nucleation of pearlite colonies is not directly related to the graphite nodules, growth of such colonies occurs preferentially at the bulk of

the cells. In consequence, last remaining austenite regions, which are in coincidence with cell boundaries, remain untransformed while temperature drops to the austempering temperature, and will transform to ausferrite.

Tensile strength of the samples partially austempered at 280C is significantly lower than that for samples fully austempered at the same temperature. The differences observed in strength change very little as the fraction of lamellar constituents changes. The elongation decreases as the fraction of pearlite increases. Samples austempered at 360C show minor changes in strength, but a large decrease in elongation as the fraction of pearlite increases.



## CHAPTER VI

### LOW TEMPERATURE AUSTEMPERED DUCTILE IRON

#### 6.1. Introduction

It has been shown that the strength of austempered ductile iron increases as the austempering temperatures decreases. Nevertheless, the increase in strength should eventually lead to a maximum value, from which, further decreases in temperature induce a decline in strength.

Fine acicular microstructures of the type obtained in low temperature ADI, usually have very good wear resistance. This opens the possibility of using low temperature ADI in the fabrication of highly stressed parts requiring high wear resistance.

The aim of the present chapter is to study the transformation of austenite during austempering at low temperatures. The resulting microstructure will be identified, and mechanical properties measured. Holding time at  $T_a$  will be limited to two hours, to be compatible with industrial practice.

#### 6.2. Experimental methods

The ductile iron used was obtained from Y-blocks of an industrial melt of the following chemical composition: 3.10% C, 2.98% Si, 1.11% Cu, 0.64% Ni, 0.26% Mn and 0.20% Mo. Samples were austenitized at 910C for 90 minutes, and then austempered in a molten salt bath for 60 and 120 minutes. Austempering temperatures were 360, 280, 260, 240 and 220C. High temperature ADI, treated at 360C, was used as an indicator of the quality of the base material.

Martensite start temperature ( $M_s$ ) was calculated, using expressions published in the literature [43-44], as 194C.

As cast base material showed a pearlitic-ferritic matrix, with 200 nodules per square millimeter and 100% nodularity (ASTM A 247-67).

Tension tests were carried out on ASTM E8-57T samples of 6.2mm diameter. Impact tests were carried out on unnotched Charpy specimens, 10mm side by 55mm length,

according with ASTM 897-90.

X ray diffraction was carried out using Mo Ka radiation, monochromated by a Zr filter, at 50KV and 30mA.

### 6.3. Results

#### 6.3.1. Microstructure

The microstructure of the samples is shown in Figures 6.1 to 6.5. Figure 6.1. shows the typical structure of ADI austempered at 360C. Figure 6.2 shows the structure of ADI treated at 280C for 60 minutes. Compared to ADI of 360C, the needles became thinner and lost the rugged aspect of their sides. Figures 6.3 to 6.5 show the microstructure of ADI austempered at 260, 240 and 220C for 60 minutes. At the lowest  $T_a$ , Figure 6.5, the needles are very fine, and the advance of the transformation is small, as indicated by the modest amount of acicular structure. The background matrix structure, presumably martensite, could not be resolved clearly by optical microscopy.

The microstructure of samples austempered by 120 minutes is shown in Figures 6.6 to 6.9. The structure of the higher temperature samples is very similar to that shown for samples treated for 60 minutes. Nevertheless, the lower temperature samples show a more pronounced advance of the austempering transformation. This is clearly evident comparing Figures 6.4 and 6.8, and Figures 6.5 and 5.9.

Phases present in the microstructure can be identified by X ray diffraction. Figure 6.10 shows the diffraction diagram of a sample austempered at 360C for 60 minutes. Peaks for austenite and ferrite are clearly noticed. Figure 6.11 shows diagrams obtained for samples austempered at low temperature for 60 minutes. It is clear that, as  $T_a$  decreases, the amount of retained austenite diminishes, as indicated by the decrease in the intensity of the (111) austenite peak. The ferrite peak widens and shifts to the lower angles as  $T_a$  decreases, this suggests an increase in the amount of martensite. This fact is confirmed by the diagram shown in Figure 6.12, where peaks for ferrite (200) of the samples austempered at 360C are compared to that of the sample austempered at 220C.

The observations on samples austempered for 120 minutes, shown in Figure 6.13, is, in general, similar to that described for samples treated for 60 minutes. Nevertheless, it

is interesting note the changes in the diagrams obtained for the lower  $T_a$  samples, as  $t_a$  varies from 60 to 120 minutes. Figures 6.14 and 6.15 show diagrams for  $2\theta$  angles ranging from 19 to 21 degrees, for samples austempered at 220 and 240C. It is clear that samples of the shorter  $t_a$  exhibit a larger amount of martensite.

### 6.3.2. Tensile Strength and Elongation

Figure 6.16 shows the change in UTS as a function of  $T_a$ . The strength reaches a maximum value for 260C. The elongation, Figure 6.17, decreases as  $T_a$  diminishes, reaching values smaller than 2% for temperatures below 260C. Samples austempered at 260C show values of strength and elongation which largely satisfy ASTM 879-90, grade 5 standard. For the lower  $T_a$ , values of UTS tend to differ for different  $t_a$ . Longer holding times always show the better values.

### 6.3.3. Hardness and Impact Strength

The hardness, Figure 6.18, increases as  $T_a$  decreases. Impact strength, Figure 6.19, drops as  $T_a$  decreases. Using shorter  $t_a$  originates harder and more brittle structures than the longer  $t_a$ , particularly for  $T_a$  of 240 and 260C,

### 6.3.4. Wear Resistance

The wear resistance, shown in Figure 6.20, reaches a maximum for  $T_a$  of 240C. Values are similar for both  $t_a$  tested. It is interesting to note that the evolution of the wear resistance does not change linearly with hardness, suggesting that there is a change in the nature of the microstructure.

## 6.4. Discussion and conclusions

The observation of the samples by microscopy and X ray diffraction indicate that the advance of the transformation becomes slower as  $T_a$  decreases. Micrographies and diffraction diagrams of samples austempered at 360 and 280C show no noticeable change as  $t_a$  goes from 60 to 120 minutes. This is confirmed by the similarity observed in the mechanical properties. On the other hand, lower  $T_a$  samples show significant differences in the microstructure for different  $t_a$ . The slower rate of advance of the isothermal transformation

at low temperature, shown schematically in Figure 6.21, indicates that, for the values of  $t_a$  investigated, the precipitation of ferrite has advanced very little before cooling to room temperature. Therefore, reacted austenite has not increased its C content to the level necessary to depress its  $M_s$  below room temperature, and tends to transform into martensite. Unfortunately, the experimental techniques available for this study did not allow to differentiate ferrite from martensite.

The present study indicates that, for the alloy studied, maximum strength is obtained at a  $T_a$  of 260C. Further decrease in  $T_a$  does not seem reasonable, since it causes improvements in hardness and wear resistance, but decreases significantly other mechanical properties.

Better mechanical properties might have been achieved for the lower values of  $T_a$  used, if longer  $t_a$  had been investigated. Nevertheless, in this research, it was decided to keep  $t_a$  values within times compatible with the industrial practice.

The values of some mechanical properties measured in this study are listed in Table VI.I, together with standard values of ADI, and values for several types of steels. It is clear that UTS of ADI equals or surpasses values of several high strength steels, even though elongation values are lower. The combination of high UTS and good wear resistance [45-46-47], clearly suggests the feasibility of using low temperature ADI in the construction of highly stressed parts requiring good wear resistance.

## CHAPTER VII

### STABILITY OF THE MICROSTRUCTURE OF AUSTEMPERED DUCTILE IRON

The microstructure of ADI matrix is unique in the metallurgy of iron alloys. The unusual combination of phases present, confers excellent properties, opening a broad field of applications.

The use of ADI has not grown at the rate expected, considering its technical and economic advantages over other alternative materials. A number of reasons have been given to explain this delay. Probably, regarding technical reasons, the most relevant is the lack of precise and complete information about ADI properties available to the design engineer. In particular, information regarding the mechanical and microstructural stability of the material is needed.

The origin of the instability of the ausferrite will be based on the thermodynamic stability of the microstructure. The following sources of instability can be pointed out for phases conforming ADI microstructure:

**Ferrite:** it is precipitated in the form of small needle like crystals. Its C content is higher than the equilibrium value. In consequence ferrite may, provided enough atom mobility, reject carbon, grow its grain size, or eventually recrystallize.

**Austenite:** reacted austenite will transform into ferrite and carbides in case holding time at the austempering temperature is sufficiently long. This indicates an instability of the structure, and remarks that the mixture of austenite and ferrite does not constitute a minimum energy state. Reacted austenite retained at room temperature could transform to martensite on sub-zero cooling, or due to mechanical stressing or straining. Additionally, austenite could be induced to transform by exposing it to temperatures higher than room temperature.

The instability of ferrite seems initially not very significant, since it does not transform to other phases. The transformation of austenite due to sub-zero cooling is not very feasible to take place under normal circumstances, particularly taking into account the very low  $M_s$  temperature of the reacted austenite. On the other hand, the heating of an ADI part above room temperature can take place under processing or service circumstances, such as machining operations, surface modification, or accidental overheating of mechanical components due to lack of lubrication or refrigeration.

The process of degradation of the microstructure of ADI has received little attention, as pointed out on Chapter II.

The objective of this chapter is to identify the mechanisms governing the decomposition of  $\gamma(hc)$ , induced both by excessive holding time at austempering temperatures and by reheating of ADI after normal austempering.

#### 7.1. Comparison of the transformation of $\gamma(hc)$ during ageing and overaustempering

The decomposition of  $\gamma(hc)$  could take place under two circumstances, the use of excessive holding time at austempering temperature, what will be referred to as "overaustempering", and the reheating of ADI after normal austempering, what will be referred to as "ageing".

There are differences between overaustempering and ageing that must be pointed out. In an austempering treatment, a fully austenitized ductile iron sample is rapidly cooled down to the austempering temperature, and held there for enough time to produce the precipitation of ferrite, which in turn causes an increase in the amount of C in the remaining austenite. This structure is "frozen" by cooling to room temperature. Overaustempering takes place when the isothermal stage is maintained long enough to enable the advent of stage two of the transformation.

Ageing, on the other hand, is the advent of any possible transformation that can take place as a result of heating of an ADI sample to temperatures above room temperature.

Differences between overaustempering and ageing may appear to be meaningless; since, if both processes take place at the same temperature, thermodynamic and kinetic conditions seem to be almost identical. Nevertheless, it has been proposed that the cooling to room temperature suffered by aged samples, may cause the nucleation and growth of



precipitates which could influence the transformation kinetics at the ageing temperature.

In this section, transformation mechanisms taking place during stage two of transformation, induced by overaustempering, are compared with those taking place during ageing.

### 7.1.1. Experimental Methods

Two sets of ductile iron samples were heat treated to obtain ADI. The first set was austempered at 360C during periods ranging from 2 to 170 hours. This will be referred to as set A. The second set was austempered at 360C during 90 minutes, and later exposed to the same temperature during up to 170 hours. This series will be referred to as set B. Heat treatment cycles are described schematically in Figure 7.1.

Samples used were obtained from Y-blocks (ASTM A395) of the chemical composition listed on Table 7.I. Round bars were machined from the Y-blocks and heat treated as described above.

Sample identification and heat treatments are listed on Table 7.2.

### 7.1.2. Results

#### 7.1.2.1. Identification of Phases in the Microstructure

Figure 7.2 shows the diffraction diagram for 2theta angles 17 and 42 degrees, obtained from a regular ADI sample austempered at 360C. Austenite and ferrite peaks are identified. There is no indication of the existence of other phases. Graphite peaks are not expected to show in the range of crystal spacings investigated.

The lattice parameter of the reacted austenite can be determined from the position of the diffraction peaks using conventional methods. (See more detail in the main body of the thesis). Lattice parameter is  $a = 3,638\text{\AA}$ . The C content of the austenite can then be calculated from equation 7.4, as 2,04%.

The martensite start temperature,  $M_s$ , can be calculated using an expression, equation 7.6, applicable to irons having small amounts of Cu, Ni and Mo. Resulting value is  $M_s = -151\text{C}$ . This value clearly justifies the presence of austenite at room temperature.

The amount of phases present at room temperature can be calculated on the basis of a mass balance. To do this, the following assumptions have been made: i) Total C content

of the matrix is fixed at the austenitizing temperature, and does not change during austempering; ii) C content of the ferrite is neglected; iii) Initial matrix microstructure is only formed by austenite and ferrite.

Austenite C content at the austenitized temperature can be calculated using **equation 7.9** [44], which, for the temperature and alloy used, gives a value of 0.81%.

Based on the mass balance, and using values detailed above, the volume percent of austenite in the matrix is calculated to be of approximately 39%.

**Figure 7.3** shows the typical structure of ADI treated at 360C for 90 minutes.

The process of decomposition of the structure of ADI during overaustempering was observed on samples of Series A. **Figure 7.4** shows the diffraction diagrams for samples A1 to A5. The intensity of austenite peaks progressively decreases, and that of ferrite peaks increases, as the time of overaustempering increases. After 120 hours of overaustempering, the intensity of the austenite peak drops below detection levels.

The effect of ageing was observed on samples of Series B. **Figure 7.5** shows diffraction diagrams of austenite (111) peak, for samples of series B and samples of ADI360. **Figure 7.6** shows similar diagram for Series A. For both series the diagrams are similar, and indicate that a progressive decomposition of austenite takes place during both overaustempering and ageing, at a similar rate.

As already discussed, the decomposition of austenite should originate the precipitation of ferrite and carbides. Careful diffraction scans were carried out on the angles where peaks of different types of carbides were expected. In coincidence with the results of other investigations [29,13], neither carbides could be identified, nor corresponding peaks detected.

**Figure 7.7** compares diagrams for samples A3 and B3, showing the great similarity of both cases.

#### 7.1.2.2. Mechanical Properties

**Figure 7.8** shows variations of UTS and elongation as a function of time at temperature. In both series, strength remains approximately constant, while elongation suffers a noticeable drop. **Table 7.3** shows that hardness suffers little change in both series of samples.

### 7.1.2.3. Metallography

Figure 7.9 shows the microstructure of samples A2 and B2. Figure 7.10 shows the microstructure of samples A5 and B5. Microstructures of overaustempered and aged samples are similar in both cases. Optical microscopy does not provide the required resolution to clearly distinguish phases conforming the structure of the matrix.

### 7.1.3. Summary and Discussion

All results shown in this section suggest that changes taking place during overaustempering and ageing are entirely similar. No effect on the decomposition of austenite has been caused by the cooling to room temperatures of series B. This does not agree with a very recent article of Nadkarny et al [56], who proposes the existence of larger nucleation barriers for the precipitation of carbides in the case of ageing.

X-ray analysis showed that, for the alloy and temperature studied, austenite decomposition is gradual and relatively slow. Thermodynamic conditions indicate that the decomposition of austenite should originate carbides, nevertheless, no carbidic phases could be identified by X-rays.

## 7.2. Characterization of the Decomposition of austenite in ADI due to the exposition to high temperature

The results of Section 7.1 has demonstrated that the transformations taking place during overaustempering are similar to those observed during ageing. In this section, changes in the microstructure and properties of ADI due to ageing at different temperatures and times will be evaluated.

### 7.2.1. Experimental Methods

Test samples were obtained from Y-blocks (ASTM A395) of an industrial ductile iron melt of the following composition: 3.13wt% C, 2.52wt% Si, 0.68wt% Cu, 0.26wt% Mn, 0.52wt% Ni, 0.026wt% Mg, 0.02wt% P and 0.02wt% S. Cylindrical bars of 10mm diameter and 100mm length, plates of 25x70x5mm, and unnotched Charpy specimens were machined from the blocks. Samples were divided in two groups. The first group, called ADI280, was austenitized at 920C during 90 minutes, and austempered at 280C during 120 minutes. The

second group, called ADI360, was austenitized at 920C during 90 minutes, and austempered at 360C during 120 minutes. Samples of both groups were subsequently aged at 200, 300, 380, 450 and 580C for periods of up to 456 hours.

Heat treated round bars were machined to make tensile samples of 6.25mm diameter (ASTM E8-57T).

Standard techniques were used for polishing and etching metallographic samples.

## 7.2.2. Results

### 7.2.2.1. Changes in the microstructure

The changes in the microstructure were examined on the samples aged at 580C. The higher ageing temperature was chosen since in this case changes in the microstructure are more visible and take place at a faster rate. At lower temperatures, as was observed for ADI360 in section 7.1, changes in the structure take place slowly and phases in the resulting microstructure are difficult to identify.

The microstructure of ADI360 samples show the typical microstructure of ADI, corresponding to point G1 in Figure 7.10. After 30 minutes of ageing at 580C, Figure 7.11, the ferrite needles are no longer visible, and the structure tends to conform a globular pattern. Higher magnification shows the presence of precipitates, some aligned along what appears to be the former austenite grain boundaries.

For longer ageing time, Figure 7.12, the competing processes of carbide dissolution and coarsening, conform a structure characterized by ferrite areas, almost free from carbides, surrounding the graphite nodules which act as carbon sinks, and fine carbides located far from the nodules and in the cell boundaries. The process described above is actually a subcritical ferritization annealing. Figure 7.13 shows an advanced stage of ferritization. At higher magnification, Figure 7.14, the ferrite appears to have recrystallized partially.

The structure of samples of ADI280 is shown in Figures 7.15 to 7.18. The changes in the microstructure are very similar to those observed on series ADI360.

### 7.2.2.2. Interpretation of the Changes observed in the Microstructure

Changes observed in the microstructure can be rationalized on the basis of the energy of the different phases involved. Figure 7.10 shows a schematic representation of the Gibbs

free energy as a function of C content, for the system studied, and a binary cut of the ternary Fe-C-Si, for a given Si content. At the austenitizing temperature  $T_\gamma$ , the ductile iron matrix is saturated by an  $X_\gamma$  amount of C. If the alloy is then rapidly cooled down to  $T_a$ , the system free energy reaches a value represented by point **G0**. As time at  $T_a$  advances, ferrite of energy  $G_\alpha$  precipitates, while remaining austenite increases its C content, reaching a new value of free energy for the system, **G1**. Regular ADI treatments aim to retain this combination of phases at room temperature. Nevertheless, **G1** is not a minimum energy state, and given appropriate kinetic conditions, the energy of the system could drop to a state **G2**, formed by ferrite and some type of carbides. Minimum energy state, **G3**, is reached when almost all carbon present is precipitated in the form of graphite.

#### 7.2.2.3. Change in Mechanical Properties

The change in hardness as a function of ageing time is shown in **Figure 7.19**. Hardness remain approximately unchanged, or suffers a small increase, for ageing temperatures up to 380C. Higher ageing temperature causes a progressive drop in hardness. **ADI280** is more sensitive to ageing at 450C than **ADI360**. Ageing time of 1 hour causes a noticeable drop in the hardness of **ADI280**, while the same temperature takes approximately 10 hours to affect the hardness of **ADI360**.

The tensile strength of **ADI360** and **ADI280**, **Figure 7.20**, remains approximately unchanged for ageing at 200C for up to 456 hours. Increasing the ageing temperature to 380C for up to 140 hours, only cause minor changes in UTS. On the other hand, as temperature increase above 450C, the strength starts to change more markedly, reaching a high rate of decrease in UTS for ageing at 580C. Series **ADI280** is more sensitive to changes in UTS than series **ADI360**. Its decrease in UTS is already noticeable for ageing at 380C.

The elongation, **Figure 7.21**, is much more sensitive to ageing temperature than hardness and UTS. Already for ageing at 300C, a significant decrease in elongation is observed, particularly for **ADI360**. Drops in elongation take place relatively fast for ageing above 300C. Ageing time of only 20 hours causes the elongation of **ADI360** to drop from 9 % to about 2%. This important decrease in elongation is accompanied by a significant drop in impact strength, as shown in **Figure 7.22**, where impact strength of **ADI360** is seen to drop to about 35% of its initial value after ageing at 380C for 24 hours.

### 7.2.3. Discussion and Conclusions

The results of section 7.2 clearly indicate that the most significant effect of ageing is the drop in ductility and impact strength. This effect has been, most probably, caused by the observed formation of precipitates at the primitive austenite grain boundaries. Unfortunately hardness, which could have been used to trace ageing, does not suffer marked changes, and can not be related with changes in other mechanical properties.

The first effect of ageing on the microstructure is the decomposition of austenite, which originates precipitates. These precipitates could not be identified, nor detected, by X ray diffraction. The nature of precipitated phases will be discussed in more detail in section 7.3. Longer ageing periods caused a progressive ferritization of the structure, characterized by the dissolution of precipitates.

The changes in microstructure and mechanical properties observed on series ADI360 and ADI280 are qualitatively similar. Nevertheless, changes in ADI280 are detected at lower ageing temperatures, and shorter times. This appears reasonable, since low austempering temperature ADI structure has higher free energy than high temperature ADI, and therefore, the driving force for the decomposition of the structure will be larger at any ageing temperature.

Changes in the microstructure could be explained on the basis of the phase stability at the ageing temperature.

The increase in brittleness produced by ageing must be carefully studied before applying ADI at temperatures above 300C, particularly when specific levels of toughness are required. Surface treatments that increase the temperature, such as nitriding, are not recommended.

### 7.3. Process of decomposition of austenite

In this section a model of the decomposition of high carbon austenite due to ageing of ADI will be proposed, based on the experimental observations of sections 7.1 and 7.2. Figure 7.23 shows a schematic representation of the free energy of the alloy at the ageing temperature. Ausferrite has an energy  $G_1$  for a given C content X. Austenite  $\gamma_1$  has a favorable thermodynamic condition to transform into a mixture of austenite  $\gamma_2$  and some type of carbides, decreasing the free energy of the matrix to point  $G_2$ . Alternatively,  $\gamma_1$  could

decrease its free energy to point G3, by directly precipitating ferrite and carbides.

The metallographies shown earlier in this chapter verify that ageing causes the precipitation of fine particles, presumably carbides. The nature of precipitated particles received some attention in the literature [43-32]. Most studies report that particles precipitated are epsilon carbides or silicocarbides. Nevertheless the process of decomposition of austenite into a mixture of ferrite and austenite has not been clearly explained. It has been proposed that carbide precipitation takes place in the bulk of the austenite, causing a decrease in its C content, and facilitating its transformation into ferrite. This process can be described on the base of the diagram shown on **Figure 7.23**. The decomposition of  $\gamma(\text{hc})$  in austenite plus carbides would bring the energy of the matrix to point G2. This precipitation of carbides in the bulk of the austenite will induce a noticeable decrease in its C content. This may favor the transformation of austenite into martensite on cooling to room temperature. Let us call this "first mechanism". Alternatively, carbon enriched austenite may directly transform into ferrite and carbides, reaching the energy state represented by point G3 in **Figure 7.23**. This will be referred to as "second mechanism". The following discussion aims to examine the feasibility of each mechanism, in view of the experimental results.

The first mechanism implies the progressive precipitation of carbides. It has been shown in the X-ray diffraction studies, **Figures 7.4** and **7.5**, that the austenite decomposes at a relatively slow rate, and most important, that the average C content of the austenite remains approximately constant as the decomposition advances. If the decomposition process would respond to the first mechanism, it would be expected to find a decrease in the average C content of austenite. This has not been the case. Nevertheless, it could be claimed that the austenite that has carbides precipitated in its bulk would fully transform into martensite. This should induce a marked increase in hardness, what is not observed in practice. In consequence, the experiments carried out in the present study bring no support to the first mechanism. The micrography of **Figure 7.24** shows the structure of a sample austempered at 280C aged at 580C during 8 hours. At this relatively high ageing temperature, precipitates are visible by scanning microscopy, and are located along the sides of ferrite needles, this is the  $\alpha/\gamma$  interphase, and at the former austenite grain boundaries. The nucleation of carbides at the  $\alpha/\gamma$  interphase could drive the growth of adjacent ferrite, maintaining the high C content of the reacted austenite. This is coincident with the X-rays observations, and supports

the second mechanism.

In conclusion, the experiments and discussion suggest that the decomposition of carbon rich austenite takes place by the precipitation of some type of carbides at the interphase alpha/gamma and at the former austenite grain boundary, which is accompanied by the growth of the ferrite already present in the structure.



## CHAPTER VIII

### DUCTILE IRON AUSTEMPERED FROM NON-RECRYSTALLIZED AUSTENITE

ADI heat treatment could be carried out directly after solidification. Such a process will involve the austempering of a non-recrystallized austenite matrix. This austenite will have a much smaller number of grain boundaries than regular austenite, and very few grain boundaries will be in contact with graphite nodules. A matrix of these characteristics could show a decreased nucleation rate during austempering, and give rise to a coarser ausferritic structure. This transformation has not been studied, to the best of our knowledge.

In order to study this transformation, a heat cycle such as that illustrated in **Figure 8.1**, should be applied to a sample. A hot shake out process appears to be most convenient to complete this process in a controlled manner.

The objective of this chapter is to study the transformation, at the austempering temperature, of non-recrystallized austenite obtained through hot shake out. The microstructure and the mechanical properties produced will be characterized.

#### **8.1. Design and setting up of a hot shakeout procedure**

Permanent molding has been judged to be the most convenient procedure to carry out hot shake out. Permanent molds can be easily instrumented with thermocouples, and allow to control precisely shakeout temperatures. Nevertheless, as already pointed out in Chapter II, the information available regarding production of ductile iron using permanent molds is very scarce.

##### **8.1.1. Experimental Methods**

The mold designed to carry out this study is shown schematically in **Figure 8.2**. It was made of eutectic gray iron, with type A graphite. Three thermocouples were located in the mold. One measures the temperature of the mold itself, at a point located 5mm from the surface of the mold cavity. Two more TC, located inside the mold cavity, sense the

temperature of the casting.

First experimental series of castings, named **Series I**, aimed to determine the influence of the preheating of the mold on the cooling and microstructure of the casting. Mold preheating temperatures of 200, 300, 400, 500 and 600C were tested. The surface of the mold cavity was coated using a Zircon based coating. Castings were air cooled after shakeout.

A second series, named **Series II**, used preheating of 500 and 600C, and two different cooling cycles after shakeout. In the first case, shaking out was carried out when casting surface was at 750C, the sample was first transferred to a furnace held at 890C and maintained there for 30 minutes, and then immersed into a salt bath held at 370C, during 120 minutes. In the **second case**, shaking out was carried identically, but samples were directly transferred to the molten salt bath, also held at 370C and maintained for 120 minutes.

Melting was carried out in a pilot plant, using a small medium frequency induction furnace. Pig iron and steel scrap were used as charge materials. The melt was alloyed with 1.5% Ni and 0.8% Cu. Molten metal was poured into a 0.95 liter ladle, and nodularized using a plunger. No postinoculation was used in this Series to avoid excessive temperature drop.

### 8.1.2. Results

Typical cooling curves recorded during casting of series I are shown in **Figure 8.3**. A difference of approximately 200C is noticed between casting center and surface. The observations of the microstructure were carried out at the locations indicated on **Figure 8.4**. The microstructure of samples of Series I preheated at 200C, **Figure 8.5**, shows the presence of a large amount of ledeburitic carbides, precipitated as a result of the high heat extraction rate during solidification. As expected, this effect is more intense at the casting corners.

Unexpectedly, the increase in mold preheating temperature did not induce a noticeable decrease of the cooling rate at the solidification stage, and consequently did not produce a marked decrease in the amount of precipitated ledeburitic carbides. This is exemplified by the microstructure of the sample of Series I, cast with a mold preheating of 400C, shown in **Figure 8.6**.

The casting procedures followed during Series II intended to reduce the amount of ledeburitic carbides. To do this, Si content was increased to elevate the graphitizing potential,

and, even though the influence was earlier estimated to be small, the mold was preheated to high temperature. **Figure 8.7** shows the microstructure of a sample of Series II cast with a mold preheating of 600C, and homogenized at 900C before austempering. The amount of carbides present is smaller than in series I, particularly at the casting center, and the matrix is effectively ausferritic. The microstructure of the sample of Series II directly transferred to the austempering temperature is shown in **Figure 8.8**. The casting periphery shows some carbides in an ausferritic matrix. The casting center, unexpectedly, shows a much larger amount of carbides. These carbides may have been formed because the casting center was still liquid when it was transferred from the mold to the salt bath. This induced the very fast solidification of the center, and originated the observed ledeburitic carbides.

## **8.2. Characterization of the Microstructure and Mechanical Properties of ADI produced from nonrecrystallized austenite**

Having established, in section 8.1, that ausferritic microstructures can be obtained following the designed procedures, the continuation of the experimentation aimed to measure the mechanical properties of such microstructures, and to compare them with values measured on regular ADI samples of the same chemical composition and heat treatment.

### **8.2.1. Experimental Methods**

The melts were produced using the same equipment described in section 8.1. Only one TC was set at the casting center. The results of section 8.1 suggested that a further increase in the graphitizing potential is necessary to ensure freedom from carbides. Consequently, postinoculation with Fe-Si was used, and a slightly hypereutectic composition was adopted.

The chemical composition of the melt is listed in Table 8.I. Small amounts of Cu and Ni were used to increase austemperability without increasing the tendency to precipitate carbides.

The permanent mold was preheated to 500C. The casting was removed from the mold when its center temperature reached 1050C.

Three series of samples, named A, B and C, were cast. **Series A** was cooled to room temperature inside the mold, and used to examine the solidification structure. **Series B** was extracted from the mold and moved to a furnace held at 900C during 30 minutes, to be then

transferred to the molten salt bath held at 355C during 90 minutes.

Castings were sectioned as illustrated in Figure 8.9, and tension test samples were machined.

Tension samples of series B and C were directly tested. Tension samples of series A were austempered using austenitization and austempering temperatures identical to those used for samples of Series B and C. A fourth series of tension samples, named BY, was obtained from the Y-blocks and heat treated simultaneously with samples of series A.

The metallographic examination was carried out on the remaining sections of the casting, and on the tension samples after testing.

### 8.2.2. Results

Table 8.II lists the results of tension testing of all series. Measured mechanical properties satisfy the specifications of ASTM 897-90, grade 1, in all cases. Series B showed the highest UTS, proof stress and elongation of all samples cast in the permanent mold. Series BY, which has a different solidification structure, shows the highest proof stress.

Table 8.III describes the characteristics of the graphitic structure. Samples solidified more rapidly show a finer graphite size, as expected. Nodularity is high in all cases.

The microstructure of Series A, Figure 8.10, shows an ausferritic structure, having ferrite needles of 10 to 15 microns length of varied orientation, which denote the action of a large number of nucleation sites. Series B and C, Figures 8.11 and 8.12, show an ausferritic structure displaying longer ferrite needles, which reach up to 30 microns length, and preferred orientations. This clearly indicates that the number of activated nucleation sites has been smaller than that for series A, due to the smaller grain boundary surface area. Figure 8.13 shows the microstructure of series BY.

### 8.3. Summary and Conclusions

After a series of simple experiments, described in Section 8.1, it has been possible to define, for a given alloy and mold, the processing conditions that allow to cast ductile iron samples almost free from carbides.

Significant differences have been observed between the ausferritic structure of samples austempered directly from non-recrystallized austenite, and samples regularly austempered.

Ausferrite from non-recrystallized austenite shows longer ferrite needles having preferential growth orientation. These differences can be attributed to the much smaller surface area of austenite grain boundary in the non-recrystallized matrix.

The results of tension testing indicate that, even though there are significant differences in the ausferritic structure, the mechanical properties obtained on ductile iron austempered directly after solidification are very good and entirely comparable to regular ADI.

The results suggest that from the point of view of microstructure and mechanical properties, it is feasible to carry out the production of ADI parts by hot shakeout followed by direct austempering.

The present study has been focused on only one grade of ADI, and investigated only one chemical composition and casting geometry, applying a thermal cycle designed on the base of experiences carried out on sand cast samples. Modifications in the factors listed above should be investigated, since improved processing conditions could be identified, leading to better properties.

## CHAPTER IX

### CONCLUSIONS ABOUT THE PHASE TRANSFORMATIONS TAKING PLACE IN DUCTILE IRON AT THE AUSTEMPERING TEMPERATURE RANGE

Based on the results and observations of Chapters V to VIII, an interpretation of the kinetics of transformation of austenite at the austempering temperature range will be proposed.

The explanation of the transformations will be based on the qualitative diagram shown in Figure 9.1. At the higher transformation temperatures, where undercooling is low, the precipitation of proeutectoid allotriomorphic ferrite can take place. At higher undercooling, ferrite and cementite can grow cooperatively, and lamellar type microstructures are originated. Up to this point, the explanation is similar to that for steels. Nevertheless, below a certain supercooling, the start of the precipitation of ferrite, indicated by the dotted line, takes place before the start of the simultaneous growth of ferrite and cementite, indicated by the full line. This behavior, not usual in steels, is caused by the presence of important amounts of silicon, which delays the precipitation of carbides. The growth of ferrite, at this relatively low temperature, presents the needle-like shape characteristic of ADI ferrite.

The onset of carbide precipitation suffers initially a progressive delay as the austempering temperature diminishes. Nevertheless, as the austempering temperature drops to levels in which the diffusion of carbon is very slow, the lines indicating the precipitation of ferrite and the onset of carbide formation meet. Increased supercooling will lead to the start of the martensitic transformation.

The diagram proposed can be used to understand the transformations during austempering, as illustrated in Figure 9.2. As time at temperature  $T_a$  reaches point a, the precipitation of ferrite begins to be noticeable. As already pointed out, this precipitation causes an increase in the C content of austenite, which in turn causes a decrease in its  $M_s$  temperature from point c. As transformation advances to a fraction defined by line E, point

b, the austenite C content will have increased enough to drop the  $M_s$  values below room temperature. This indicates that an austempering treatment interrupted after "g" seconds will produce the desired ausferritic structure typical of ADI. Point g defines the beginning of the operating window. If time at  $T_a$  is extended as far as line B, the onset of carbide precipitation will take place, marking the beginning of the second stage of transformation, detrimental to the material properties. This indicates the end of the operating window. Extreme austempering temperatures, both high and low, show a reduction in the time span of the operating window. This is in agreement with data published very recently by Nazarboland and Elliot [59], as illustrated in Figure 9.3, where it is clearly shown that, as the temperature decreases, the onset of precipitation of ferrite and of carbides tend to be coincident.

The transformations at austempering temperatures in the lower range can also be explained on the basis of the proposed diagram, as shown in Figure 9.4. The cooling cycle, indicated by the arrows, leads to the start of ferrite precipitation after time c. Nevertheless, the amount of ferrite precipitated is small after transformation times such as those investigated in this work, and the austenite is not sufficiently enriched in C so as to decrease  $M_s$  below room temperature. In consequence, and in coincidence with the results of Chapter V, the microstructure after cooling to room temperature will be primarily formed by ferrite and martensite.

The diagram proposed implies that carbide precipitation occurs early when high austempering temperatures are used. This is coincident with the observations of Urcola et al. [27], who found a complex microstructure, having martensite and carbides, in samples austempered at 410C.

The lower temperature portion of the diagram requires further investigation. In particular, it is not clear what level of supercooling is necessary to change from the transformation mechanism that starts with the precipitation of ferrite, to that consisting in the simultaneous formation of ferrite and carbides, which produces bainite, similar to that of steels. Probably, different chemical compositions will show varied behaviors. The investigation of this matters requires the detection of very finely dispersed precipitates, and demands the use of instruments that were not available to the time of development of the present investigation.

ANEXO II.



PROGRAMA QUE RESUELVE EL PROBLEMA TRANSITORIO DE  
TRANSMISION DE CALOR EN UNA ESFERA SUMERGIDA EN UN BAÑO DE  
SALES E INDICA LOS NODOS QUE AUSTEMPERIZAN Y LOS QUE NO LO  
HACEN

C

C

C

C DEFINICION DE VARIABLES

C

C

REAL\*8 DT, TINIC, TEM, TS, E, RO, H, TCS, TIEMC, TCT, AA, BB, CC

REAL\*8 DR, ALFA, BETA, GAMMA, KE, T, A, B, C, R, TIEM, DIA

INTEGER FLAG

INTEGER N,M,NN,D

DIMENSION T(50),A(50),B(50),C(50),R(50),KE(50),CP(50)

DIMENSION ALFA(50),BETA(50),GAMMA(50),FLAG(50),TIEM(50)

C

C

C

C DT: INTERVALO DE TIEMPO

C TINIC: TEMPERATURA INICIAL

C TS: TEMPERATURA DE LA SAL

C E: DIFERENCIA DE TEMPERATURA ENTRE EL CENTRO DE LA ESFERA Y  
LA SAL

C RO: DENSIDAD

C H: COEFICIENTE DE TRANSFERENCIA DE CALOR

C TCS: TEMPERATURA CRITICA SUPERIOR

This thesis work allowed the advance in the comprehension of the specific topics investigated in Chapters V to VIII, and gave the bases to propose a qualitative diagram that improves the understanding of the austempering transformation of ductile iron.

C TIEMPC: TIEMPO DE LA NARIZ PERLITICA  
 C TCT: TEMPERATURA DE LA NARIZ PERLITICA  
 C AA, BB, CC: COEFICIENTES DE LA FUNCION  $H = f(T_{\text{superficie}})$   
 C DR: DIFERENCIAL DE RADIO DEL NODO  
 C KE: CONDUCTIVIDAD TERMICA  
 C NN: NUMERO DE NODOS  
 C DIA: DIAMETRO  
 C N, M: CONTADORES  
 C TEM: TIEMPO TRANSCURRIDO DESDE EL INSTANTE INICIAL  
 C TIEM: TIEMPO TRANSCURRIDO DESDE QUE LA TEMPERATURA  
 C DEL NODO PASA POR LA TEMPERATURA CRITICA SUPERIOR  
 C  
 C  
 C

```

OPEN(6,FILE='SALESF.DAT',STATUS='OLD')
WRITE(*,*) 'INT.TIEMPO(SEG), DIAMETRO(M), TEMP.INIC.(K),
#TEMP.SALES(K), E, DENSIDAD, NRO.NODOS'
READ(*,*) DT, DIA, TINIC, TS, E, RO, NN
WRITE(*,*) 'TIEMPO CRIT., TEMP.CRIT.SUP, TEMP.CRIT.TRANSF,
#COEF.DE H:AA, BB, CC '
READ(*,*) TIEMC, TCS, TCT, AA, BB, CC
DR= DIA/(2*(NN-1))
  
```

C  
 C INICIALIZACION DE VARIABLES  
 C

```

N=0
TEM=0.0
M=0
DO 10 I= 1,NN
  
```



```
FLAG(I)=0
TIEM(I)=0.0
T(I)= TINIC
10 CONTINUE
C
C
C
WRITE(6,*) 'DT',DT
WRITE(6,*) 'DIA',DIA
WRITE(6,*) 'T INICIAL',TINIC
WRITE(6,*) 'T SALES',TS
WRITE(6,*) 'H=',AA,'+',BB,'*T(20)**CC'
C
C
C
WRITE(6,*) 'TIEMPO      TEMPERATURA CENTRO (C)'
C
C
C
12 M=M+1
   N=N+1
C TIEMPO TRANSCURRIDO DESDE EL INGRESO AL BAÑO DE SALES
  TEM=M*DT
C
C CALCULO DE LA CONDUCTIVIDAD TERMICA
  DO 20 I= 1,NN
    KE(I)= -.02498*T(I) + 47.88535
C
C
```

```
C  CALCULO DEL CALOR ESPECIFICO PARA RANGO 1076-1373 (NO
C  CONSIDERAMOS TRANSFORMACION DE AUSTENITA)
C
C  CP(I)= 0.138*T(I) + 556.23
20  CONTINUE
C
C
C
C  CALCULO DE NODOS QUE AUSTEMPERIZAN (FLAG=1) Y LOS QUE NO
C  LO HACEN (FLAG=2)
C
C
C
DO 22 I= 1,NN
IF (T(I).GT.TCS) GOTO 22
TIEM(I)=TIEM(I)+DT
IF (T(I).GT.TCT) GOTO 22
IF (FLAG(I).NE.0) GOTO 22
IF (TIEM(I).LT.TIEMC) THEN
  FLAG(I)=1
ELSE
  FLAG(I)=2
END IF
22  CONTINUE
C
C  CALCULO DEL COEFICIENTE DE TRANSFERENCIA DE CALOR
C
25  H= AA + BB *(T(20)-273)**(CC)
C
C
```

C SOLUCION NUMERICA EN DIFERENCIAS FINITAS, METODO IMPLICITO

C

C

$$B(1) = (((RO*CP(1))/6)*DR**2) + KE(1) / (((RO*CP(1))/6)*(DR**2))$$

$$C(1) = -KE(1) / (((RO*CP(1))/6)*DR**2)$$

$$A(NN) = -(KE(NN)*((NN-0.5)**2)*DR) / (RO*CP(NN)/(3*DT)*$$

$$\#((NN*DR)**3 - (NN-0.5)**3*(DR**3)))$$

$$B(NN) = ((KE(NN)*((NN-0.5)**2)*DR) + H*(NN*DR)**2 +$$

$$\#((RO*CP(NN))/(3*DT))*((NN*DR)**3 - ((NN-0.5)**3)*$$

$$\#(DR**3)) / ((RO*CP(NN)/(3*DT))*((NN*DR)**3 - ((NN-0.5)**3)*DR**3))$$

$$R(1) = T(1)$$

$$R(NN) = T(NN) + ((H*(NN*DR)**2)*TS) / ((RO*CP(NN)/(3*DT))*$$

$$\#((NN*DR)**3 - ((NN-0.5)**3*(DR**3))))$$

C

C

DO 30 I=2,(NN-1)

$$A(I) = -(KE(I)*DR*((I-0.5)**2)) / (((DR**3)*RO*CP(I))/(3*DT))*$$

$$\#(((I+0.5)**3) - ((I-0.5)**3)))$$

$$B(I) = (((RO*CP(I)*DR**3)/(3*DT))*(((I+0.5)**3) - ((I-0.5)**3)) +$$

$$\#(KE(I)*DR*((I-0.5)**2) + ((I+0.5)**2)) / (((RO*CP(I)*DR**3)/$$

$$\#(3*DT))*(((I+0.5)**3) - ((I-0.5)**3)))$$

$$C(I) = (((A(I))/((I-0.5)**2))*((I+0.5)**2))$$

$$R(I) = T(I)$$

30 CONTINUE

C

C

C SOLUCION DEL SISTEMA TRIDIAGONAL POR DESCOMPOSICION LU

C

C

```
BETA(1)=B(1)
GAMMA(1)=R(1)
C
C
DO 40 I=2,NN
  ALFA(I)=A(I)/BETA(I-1)
  BETA(I)=B(I)-ALFA(I)*C(I-1)
  GAMMA(I)=R(I)-ALFA(I)*GAMMA(I-1)
40 CONTINUE
C
C
C   CALCULO DE LAS TEMPERATURAS NUEVAS
C
T(NN)=GAMMA(NN)/BETA(NN)
C
C
DO 50 I=(NN-1),1,-1
  T(I)=(GAMMA(I)-C(I)*T(I+1))/BETA(I)
50 CONTINUE
C
C
C   SALIDA EN FILE "SALEF.DAT" A INTERVALOS DE TIEMPO
C   DE 5 SEG
C
C   ESCRIBE EL TIEMPO TOTAL TRANSCURRIDO, TEMP. DEL CENTRO
C   TEMP. DE LA SUP Y EL TIEMPO DESDE QUE EL CENTRO Y LA
C   SUP. PASAN POR LA TEMP. CRITICA SUP.
C
C
C
```

```
IF(N.NE.25)GOTO 54
WRITE(6,52) TEM,(T(1)-273),(T(NN)-273),TIEM(1),TIEM(NN)
52  FORMAT(F8.2,3X,F8.2,3X,F8.2,3X,F8.2,3X,F5.1,3X,F5.1)
    N=0
    C
    C
    C  CRITERIO DE PARADA
    C
    C
    C
54  IF(ABS(T(1)-TS).GT.E) GOTO 12
    C
    C
    C  ESCRIBE LOS NODOS QUE AUSTEMPERIZAN Y LOS QUE
    C  NO LO HACEN
    C
    C
    DO 60 I=1,NN
    WRITE(6,*)'FLAG(',I,')=',FLAG(I)
    C
60  CONTINUE
    CLOSE(6)
    C
    STOP
    END
```