

Universidad Nacional de Mar del Plata  
Facultad de Ingeniería  
Departamento de Ingeniería Eléctrica

**“Modificación del tamaño de grano austenítico  
por medio de tratamientos térmicos en  
fundiciones de hierro con grafito esferoidal y  
su influencia en las transformaciones de  
estado sólido”**

**Autor**

**Nombre y Apellido: Martina Lanchas**

**DNI: 44.843.035 Nro. Legajo Alumno: 14624**

**Mail de contacto: [martinalanchas@mdp.edu.ar](mailto:martinalanchas@mdp.edu.ar)**

**Carrera: Ingeniería Electromecánica**

**Directores del proyecto**

**Director: Dr. Ing. Diego O. Fernandino**

**Codirector: Dr. Ing. Juan M. Massone**

**Mar del Plata, 1° de marzo de 2024**



RINFI es desarrollado por 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/).

Universidad Nacional de Mar del Plata  
Facultad de Ingeniería  
Departamento de Ingeniería Eléctrica

**“Modificación del tamaño de grano austenítico  
por medio de tratamientos térmicos en  
fundiciones de hierro con grafito esferoidal y  
su influencia en las transformaciones de  
estado sólido”**

**Autor**

**Nombre y Apellido: Martina Lanchas**

**DNI: 44.843.035 Nro. Legajo Alumno: 14624**

**Mail de contacto: [martinalanchas@mdp.edu.ar](mailto:martinalanchas@mdp.edu.ar)**

**Carrera: Ingeniería Electromecánica**

**Directores del proyecto**

**Director: Dr. Ing. Diego O. Fernandino**

**Codirector: Dr. Ing. Juan M. Massone**

**Mar del Plata, 1° de marzo de 2024**



## ***Agradecimientos***

*Este trabajo no sería posible sin todas las personas que me acompañaron y apoyaron en el camino.*

*Gracias a Diego Fernandino, Juan Massone y Roberto Boeri por guiarme a lo largo del proyecto, y ofrecer su ayuda continua ante cualquier duda que tuve.*

*Al equipo del Área Metalurgia del INTEMA, por ser la mejor compañía que podría haber pedido durante el transcurso de este trabajo.*

*A mis compañeros de facultad, con los que cursé por 5 años y compartí tantos momentos importantes dentro y fuera de la universidad.*

*Gracias a mi familia, por apoyarme durante toda mi carrera, y por motivarme a siempre seguir adelante.*

*Y gracias a Leandro por acompañarme, aconsejarme y brindarme su apoyo incondicional desde el primer momento en que lo conocí.*

*¡Gracias!*



# Índice general

INTRODUCCIÓN .....	1
OBJETIVOS E HIPÓTESIS .....	3
<b>1. ANTECEDENTES Y ESTADO DEL ARTE .....</b>	<b>5</b>
<b>1.1. Fundamentos de las fundiciones de hierro .....</b>	<b>5</b>
1.1.1. Tipos de fundiciones de hierro .....	5
1.1.2. Propiedades de las fundiciones de hierro .....	7
1.1.3. Constituyentes microestructurales .....	8
<b>1.2. Fundición de hierro con grafito esferoidal .....</b>	<b>9</b>
1.2.1. Reseña Histórica y aplicaciones .....	9
1.2.2. Características .....	10
<b>1.3. Conceptos de los tratamientos térmicos .....</b>	<b>11</b>
1.3.1. Tratamientos térmicos .....	11
1.3.2. Intervalo intercrítico.....	12
1.3.3. Medios de enfriamiento y severidad de temple.....	15
1.3.4. Velocidad crítica y velocidad de enfriamiento .....	16
1.3.5. Templabilidad.....	19
<b>1.4. Grano austenítico.....</b>	<b>24</b>
1.4.1. Importancia del tamaño de grano .....	25
1.4.2. Revelado del grano austenítico en aceros .....	27
1.4.3. Revelado del grano austenítico en fundiciones de hierro con grafito esferoidal .....	28
<b>1.5. Métodos de caracterización y determinación del tamaño de grano .....</b>	<b>28</b>
<b>2. REVELADO Y MEDICIÓN DEL GRANO DE LA AUSTENITA PREVIA.....</b>	<b>31</b>
<b>2.1. Introducción .....</b>	<b>31</b>
<b>2.2. Metodología experimental .....</b>	<b>31</b>
2.2.1. Material de partida .....	31
2.2.2. Tratamientos térmicos y procesamiento de probetas .....	34
2.2.3. Medición del tamaño de grano austenítico .....	35
<b>2.3. Resultados y discusiones .....</b>	<b>40</b>
2.3.1. Tratamientos térmicos .....	40
2.3.2. Medición del tamaño de grano austenítico .....	46
<b>2.4. Conclusiones.....</b>	<b>57</b>
<b>3. MODIFICACIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO .....</b>	<b>59</b>

<b>3.1. Introducción</b>	<b>59</b>
<b>3.2. Metodología experimental</b>	<b>59</b>
3.2.1. Tratamientos térmicos	59
3.2.2. Medición del tamaño de grano austenítico	61
<b>3.3. Resultados y discusiones</b>	<b>61</b>
<b>3.4. Conclusiones</b>	<b>80</b>
<b>4. INFLUENCIA DEL TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO EN LA CINÉTICA DE TRANSFORMACIÓN</b>	<b>81</b>
<b>4.1. Introducción</b>	<b>81</b>
<b>4.2. Metodología experimental</b>	<b>81</b>
4.2.1. Tratamientos térmicos	81
4.2.2. Medición de dureza y análisis microestructural	82
<b>4.3. Resultados y discusiones</b>	<b>83</b>
<b>4.4. Conclusiones</b>	<b>93</b>
<b>5. CONCLUSIONES Y OBSERVACIONES FINALES</b>	<b>95</b>
5.1. Aportes académicos	95
5.2. Aportes a la formación personal	95
5.3. Limitaciones y recomendaciones a futuro	96
<b>6. Anexo I - Análisis estadístico de la medición del tamaño de grano</b>	<b>99</b>
<b>7. Anexo II – Caracterización de horno eléctrico</b>	<b>105</b>
<b>Bibliografía</b>	<b>109</b>

## RESUMEN

---

Este trabajo final de grado tiene como objetivo general avanzar en el entendimiento de la relación entre el tamaño de grano austenítico y las propiedades de las fundiciones de hierro con grafito esferoidal. En este contexto, las actividades desarrolladas se agrupan en tres secciones principales:

Inicialmente se aborda el desarrollo e implementación de una metodología para la determinación del tamaño de grano austenítico en fundiciones de hierro con grafito esferoidal. El estudio comienza con el desarrollo de una técnica adecuada para revelar el grano austenítico en FE. Una vez revelado el borde de grano, se analizan distintas estrategias de medición (tomando como referencia las metodologías especificadas en la norma ASTM E 112 - 96e3: "*Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*") y, teniendo en cuenta la microestructura presente en las muestras, se identifica la metodología más apropiada.

Luego, se investiga la influencia de modificaciones en las variables de los ciclos térmicos sobre el tamaño de grano de la austenita previa. Se estudian principalmente las variaciones en el tamaño de grano producidas por cambios en la temperatura y tiempo de austenizado. A partir de estos estudios, se logró obtener microestructuras con diferentes tamaños de grano austenítico previo.

Por último, la etapa final del trabajo está enfocada en el estudio de los cambios en la cinética de transformación de la austenita causados por la variación del tamaño de grano austenítico previo. Para este estudio, se lleva a cabo el ensayo Jominy sobre dos probetas con tamaños de grano en ambos extremos del rango obtenible por tratamientos de austenizado, es decir, una probeta con grano refinado y una con grano grueso. De esta manera, se pudo observar la relación entre dureza, microestructura y velocidad de enfriamiento. Los resultados demuestran que tamaños de grano austeníticos mayores mejoran la templabilidad del material, mientras que, si el grano se refina, la dureza cae rápidamente a medida que se disminuye la velocidad de enfriamiento. Por otro lado, por medio de la observación microestructural, fue posible relacionar los valores de dureza con las fases presentes.



## **INTRODUCCIÓN**

---

Los componentes colados de fundiciones de hierro con grafito esferoidal (FE) requieren que su microestructura se ajuste a necesidades específicas. En general, esto puede realizarse durante el proceso de colado o más adelante, por medio de distintos tratamientos térmicos [1, 2].

En el caso específico de la estimación de la microestructura obtenida luego de un tratamiento térmico (y por ende las propiedades mecánicas), actualmente la herramienta más difundida es el cálculo mediante software específico. Estos programas se basan en diversos parámetros para ese cálculo. Algunos son inherentes al tratamiento térmico en sí, como la temperatura de calentamiento, el medio de enfriamiento y su capacidad de extracción de calor, sumados, por supuesto, a las dimensiones de la pieza tratada. Estas variables permiten calcular la velocidad de enfriamiento en cada punto de una pieza dada. Sin embargo, para predecir la microestructura correspondiente a cada punto en función de la velocidad de enfriamiento, es necesario contar con datos de la aleación, como su composición química, tamaño de grano, entre otros. En el caso particular de las fundiciones de hierro, aparecen varios aspectos particulares que dificultan el cálculo. A diferencia de los aceros, en los que la composición química de la austenita es mayormente independiente de la temperatura de austenizado (no se consideran aquí los aceros especiales, con presencia de carburos u otras fases solubles), en las fundiciones de hierro la cantidad de C disuelto en la austenita depende de la temperatura de austenización utilizada ( $T_\gamma$ ). Este contenido de C ejerce una gran influencia sobre la cinética de transformación en estado sólido. Un segundo aspecto de importancia es el tamaño de grano (TG) de la austenita. Este tema es el eje principal de este trabajo. En efecto, como veremos más adelante, el tamaño de grano también afecta marcadamente la cinética de transformación de la austenita. Sin embargo, no existen, a nuestro mejor saber, técnicas que permitan identificar el TG austenítico en FE, ni estudios que permitan determinar su influencia sobre las transformaciones en estado sólido.

Las transformaciones de fases en estado sólido están fuertemente afectadas por la tasa de nucleación de las nuevas fases durante el enfriamiento de la austenita, por lo que la disponibilidad de sitios de nucleación juega un papel importante. Los bordes de grano proveen sitios activos de nucleación para la mayoría de las transformaciones de estado sólido, debido a que aseguran una menor energía de activación. La relación entre el TG de la austenita previa y las transformaciones en estado sólido ha sido extensamente estudiada en aceros. Sin embargo, en el caso de FE su influencia no ha sido completamente caracterizada. Es más, el TG austenítico en FE no es usualmente identificado debido a que su caracterización es algo compleja [3].

En particular, las curvas de cinética de transformación de la austenita varían con el TG, afectando la microestructura resultante de enfriamientos continuos y tratamientos isotérmicos. También puede esperarse que la refinación microestructural producida por la disminución del TG austenítico resulte en mejores propiedades mecánicas de las diferentes matrices metálicas de las FE.

En un estudio realizado por la División Metalurgia del INTEMA (DMI), dedicado a investigar el rol del TG de la austenita sobre la templabilidad de FE, se reportó una fuerte influencia del TG sobre la cinética de transformación [4]. Por otro lado, Azevedo et al (2013) evaluaron el efecto del refinamiento del TG austenítico sobre la morfología de la microestructura de FE austemperadas (ADI), llegando a la conclusión de que el refinamiento del grano austenítico conlleva un refinamiento microestructural de la matriz de ADI [5].

Estos son, según nuestra base bibliográfica, los únicos dos antecedentes en la temática, resultando en que los trabajos que estudian la influencia del TG de la austenita previa sobre las transformaciones en estado sólido, microestructura y propiedades mecánicas sean muy escasos.

En este contexto, el desarrollo de técnicas para determinar el TG en FE y el esclarecimiento de la influencia del TG sobre las transformaciones en estado sólido, resultan un insumo muy importante, no sólo a la hora de comprender las microestructuras y propiedades mecánicas obtenidas luego de tratamientos térmicos experimentales, sino también cuando se procura el cálculo numérico de las propiedades resultantes de un tratamiento térmico.

## **OBJETIVOS E HIPÓTESIS**

---

### **Objetivo General**

Este trabajo final de grado tiene por objetivo el desarrollo de una metodología de determinación del TG austenítico en FE, determinando, en una siguiente etapa, la influencia del TG sobre las transformaciones en estado sólido de la austenita.

### **Objetivos particulares**

- Realizar una sólida revisión bibliográfica.
- Desarrollar una técnica adecuada para revelar el grano austenítico en FE.
- Desarrollar una metodología de análisis microestructural que permita cuantificar el TG austenítico en muestras a temperatura ambiente.
- Caracterizar la influencia de ciclos térmicos de austenizado sobre el TG austenítico (refinar o engrosar).
- Caracterizar la influencia del TG sobre las transformaciones en estado sólido por enfriamiento continuo de la austenita en FE.
- Profundizar los conocimientos en metalurgia, metalografía y microscopía en general, y particularmente en lo referido a las transformaciones de fases en estado sólido en FE.
- Desarrollar el espíritu crítico en la discusión de los resultados que surjan del presente plan de trabajo.

### **Hipótesis Planteadas**

Durante el desarrollo del presente trabajo, se plantean las siguientes hipótesis:

- El revelado del borde de grano (BG) austenítico resulta factible por medio de estrategias de precipitación de fases en estado sólido en combinación con técnicas metalográficas.
- El uso de diferentes combinaciones de temperatura y tiempo de austenización, permitirán obtener modificaciones del TG austenítico cuantificables y diferenciables.
- Las variaciones en el tamaño de grano de la austenita producirán cambios apreciables en la cinética de transformación durante el enfriamiento continuo.



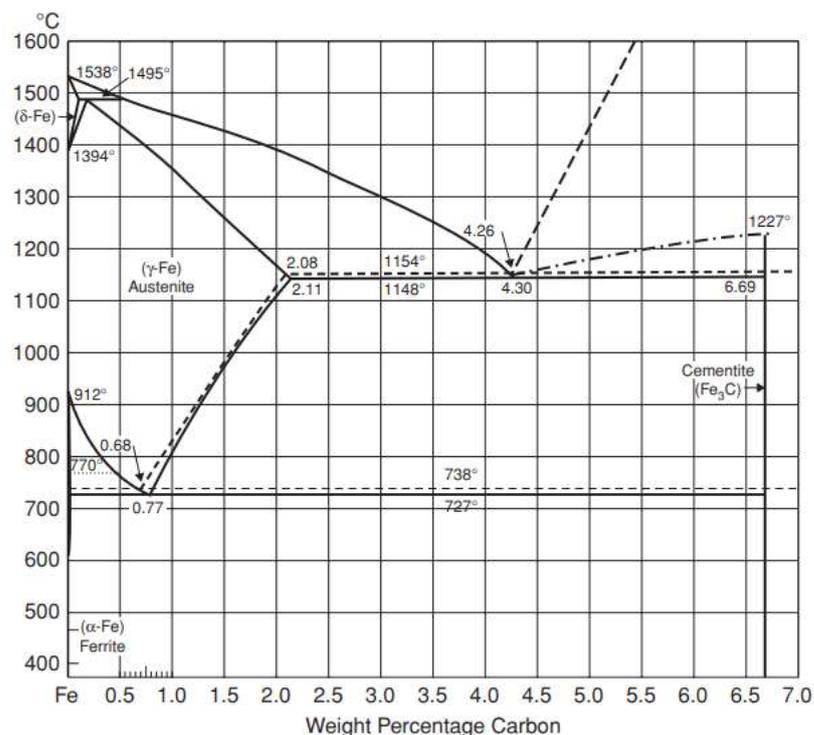
## CAPÍTULO 1

### ANTECEDENTES Y ESTADO DEL ARTE

#### 1.1. Fundamentos de las fundiciones de hierro

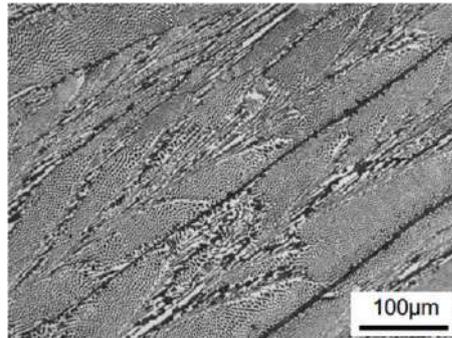
##### 1.1.1. Tipos de fundiciones de hierro

Las fundiciones de hierro son aleaciones de hierro – carbono que contienen normalmente un porcentaje de carbono del 2 al 4% y un porcentaje de silicio del 1 al 3%. Estos materiales poseen menor temperatura de fusión y son muy fluidos en estado líquido, por lo que son utilizados especialmente cuando es necesaria la producción de piezas fundidas [6]. Cuando el porcentaje de carbono es de aproximadamente 4,3%, la aleación se conoce como eutéctica, siendo hipoeutécticas e hipereutécticas para contenidos menores y mayores de carbono, respectivamente. El silicio mueve el punto eutéctico a contenidos menores de carbono [7]. A continuación, se observa el diagrama de equilibrio hierro – carbono.



**Figura 1.1** Diagrama de equilibrio Hierro-Carbono. Fe<sub>3</sub>C (Cementita) es una fase metaestable. Las líneas punteadas representan el diagrama estable (con grafito) y las llenas el metaestable (con cementita) [8]

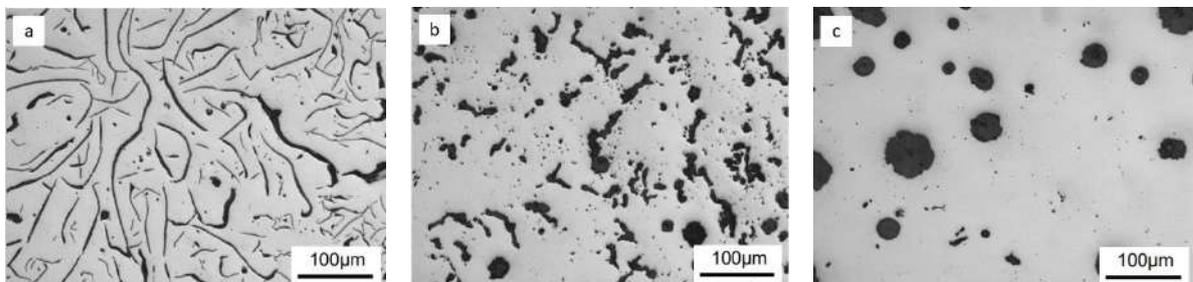
Las fundiciones de hierro pueden clasificarse en fundiciones blancas o fundiciones con grafito libre (también llamadas grises), dependiendo de si la solidificación sigue el diagrama metaestable o estable (respectivamente). En el caso de las fundiciones blancas, en la transformación eutéctica se obtiene ledeburita, la cual es la mezcla eutéctica de austenita y cementita, formada cuando la solidificación sigue el diagrama metaestable [9].



**Figura 1.2** Microestructura de una fundición blanca eutéctica [9]

Por otro lado, en las fundiciones con grafito libre, en la transformación eutéctica se obtiene austenita y grafito, en correspondencia con el diagrama estable. Dentro de las fundiciones con grafito libre, dependiendo de la morfología de este último, se las puede clasificar entre fundiciones grises (grafito laminar), vermiculares (grafito en forma de vermes), y nodulares, dúctiles o con grafito esferoidal (grafito en forma de nódulos esferoidales) [9].

En las fundiciones con grafito laminar (también conocidas como fundiciones grises, debido al color que muestra la superficie de fractura), el grafito aparece distribuido en forma de láminas en la matriz metálica, formando un esqueleto interconectado. A partir de la adición de pequeñas cantidades de elementos desoxidantes y desulfurantes (magnesio, cerio) se favorece la morfología esferoidal [10]. La fundición vermicular, está caracterizada por presentar una morfología (de grafito) y propiedades intermedias entre las fundiciones laminares y esferoidales [7].



**Figura 1.3** Microestructuras a) Fundición laminar (gris) b) Fundición vermicular c) Fundición nodular (esferoidal, dúctil) [9]

### **1.1.2. Propiedades de las fundiciones de hierro**

Las propiedades mecánicas de las fundiciones de hierro dependen en gran medida de su microestructura. Las fundiciones blancas, por su parte, se utilizan a menudo por su excelente resistencia al desgaste y a la abrasión [6]. Además, poseen elevada dureza, pero carecen prácticamente de deformación plástica y son extremadamente frágiles debido a la presencia de altos porcentajes de cementita en la microestructura [11].

En las fundiciones con grafito libre, las propiedades dependen tanto de la morfología del grafito (laminar, vermicular, esferoidal) y su cantidad, como de la microestructura de la matriz metálica. El grafito posee propiedades mecánicas en tracción prácticamente nulas en comparación a la matriz metálica, por lo que se lo puede considerar como huecos o grietas en la microestructura. Con esto en mente, es de esperar que las propiedades bajen a medida que la cantidad de grafito aumenta [12].

Las fundiciones grises (grafito laminar), poseen peores propiedades mecánicas que el resto de las fundiciones con grafito libre. Esto se debe a su estructura interconectada y morfología laminar, que genera elevadas concentraciones de tensiones [12]. Por otro lado, se las utiliza debido a propiedades como una adecuada colabilidad, gran maquinabilidad, elevada capacidad de absorción de vibraciones, alta conductividad térmica, bajo coste de fabricación, etc. Por ello se las emplea extensamente en las industrias de automoción, maquinaria agrícola, entre otras [10].

Las fundiciones vermiculares presentan propiedades mecánicas (resistencia a la tracción, a la fatiga, ductilidad y resistencia al impacto) y térmicas superiores a las de una fundición laminar, para una matriz similar [12]. La fundición vermicular se distingue por su buena conductividad térmica y resistencia mecánica, propiedades que en conjunto hacen que este material posea una alta resistencia a la fatiga térmica, lo que ha abierto la perspectiva de fabricar piezas sometidas a condiciones de trabajo de ciclado térmico, habitualmente elaboradas en fundición laminar [13].

Las fundiciones con grafito esferoidal sobrepasan los valores de tensión de rotura de las fundiciones laminares y vermiculares, llegando a tensiones que se pueden comparar a las de los aceros de alta resistencia (entre 700 y 900 MPa). Este incremento en las propiedades se debe a la morfología del grafito (en forma de esferas) por lo cual existe una menor concentración de tensiones con respecto al grafito laminar o vermicular [12]. Pertenecen a la familia de las fundiciones gráficas con mayor ductilidad, por lo que tienen buena resistencia al impacto, con muy buena aptitud para soportar deformaciones [14]. Se usa especialmente en la industria automotriz y en agromáquinas, así como también en la industria de tubos [15].

### **1.1.3. Constituyentes microestructurales**

Las fundiciones de hierro son “materiales compuestos naturales” cuyas propiedades están determinadas por su microestructura. Los constituyentes microestructurales más importantes son las formas químicas y morfológicas que toma el carbono, y la matriz metálica continua en la que los carburos están distribuidos. Los siguientes constituyentes se pueden encontrar en las fundiciones de hierro [11]:

**Grafito:** El grafito es la forma estable del carbono puro en las fundiciones de hierro. Tiene baja densidad, baja dureza y alta conductividad térmica, así como también lubricidad. La forma del grafito puede variar desde laminar hasta esférica, y tiene un papel importante en las propiedades mecánicas del material.

**Carburo:** El carburo de hierro, o cementita, es un compuesto de carbono (con ya sea hierro u otros elementos) de alta dureza y fragilidad. Grandes cantidades de carburo aumentan la resistencia al desgaste de la fundición, pero también la hacen frágil y difícil de mecanizar.

**Ferrita:** Esta es la fase de hierro más pura presente en una fundición (mayor contenido de hierro). En las fundiciones de hierro con grafito esferoidal convencionales, la ferrita aporta menor resistencia y dureza, pero alta ductilidad y tenacidad.

**Perlita:** Producida por una reacción eutectoide, es una mezcla fina de cementita y ferrita laminar. Siendo un constituyente común de las fundiciones, la perlita provee una dureza más alta, que, a pesar de causar una reducción de ductilidad, permite cumplir con los requerimientos de muchas aplicaciones de ingeniería.

**Martensita:** La martensita es una solución sólida de ferrita sobresaturada en carbono producida por un rápido enfriamiento. Sin el “revenido” (tratamiento térmico para reducir el contenido de carbono por medio de la precipitación de carburos) la martensita es muy dura y frágil, por lo que normalmente se realiza este tratamiento para obtener una combinación controlada de alta resistencia y ductilidad.

**Austenita:** Normalmente es una fase de alta temperatura (es decir, existe por encima de ciertas temperaturas) y consiste en carbono disuelto en hierro. Sin embargo, puede existir a temperatura ambiente en fundiciones de hierro austeníticas y austemperadas. En fundiciones austeníticas, la matriz austenítica provee ductilidad y tenacidad a todas las temperaturas, resistencia a la corrosión y buenas propiedades a altas temperaturas, especialmente bajo condiciones de ciclado térmico. En las fundiciones dúctiles austemperadas (ADI), la austenita en fracciones de hasta un 40% mejora la tenacidad y ductilidad, como así también la respuesta a tratamientos mecánicos superficiales como el rolado.

**Bainita:** La bainita es una mezcla de ferrita y carburos, obtenida aleando o por medio de tratamientos térmicos.

## **1.2. Fundición de hierro con grafito esferoidal**

### **1.2.1. Reseña Histórica y aplicaciones**

En la primera mitad del siglo pasado, existió una gran búsqueda hacia la optimización de las características de las fundiciones grises, en lo que respecta a las propiedades mecánicas. Se buscaba obtener propiedades mecánicas iguales o superiores a aquellas de las fundiciones maleables, sin los tratamientos térmicos que estas conllevan (las fundiciones maleables son fundiciones que al colarse eran blancas, y luego fueron tratadas térmicamente para convertir el carburo en grafito) [11]. Fue a partir de estas investigaciones que surgió, a mediados del siglo pasado, la fundición de hierro con grafito esferoidal (FE).

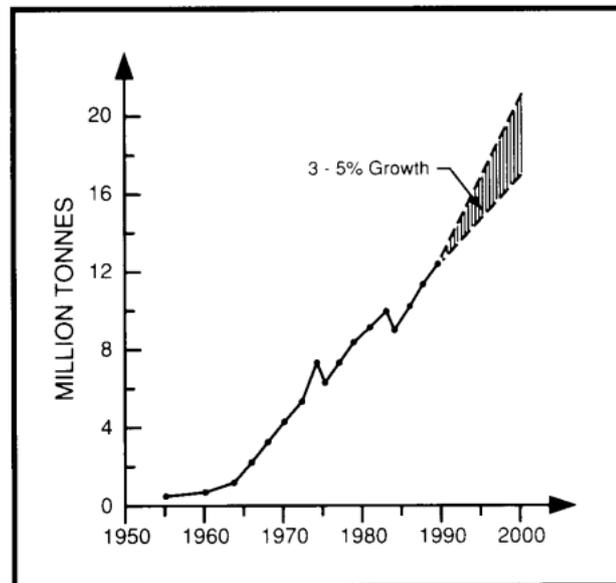
La FE (también llamada hierro dúctil o fundición nodular) fue desarrollada por primera vez en 1946 por H. Morrogh (British Cast Iron Research Association), añadiendo pequeñas cantidades de Cerio como nodulizante a una fundición gris y de esta manera logrando la formación de nódulos de grafito. Luego, durante la segunda guerra mundial, la International Nickel Company intentó utilizar el magnesio como elemento estabilizador de los carburos, pero debido a la gran violencia de su reacción al incorporarlo al líquido, este proceso no prosperó hasta que se determinó que estas reacciones desaparecían si el magnesio era disuelto en níquel. Este método seguro para la producción directa de nódulos de grafito se introdujo al mercado en 1947, atribuyéndose a K. Millis como el coinventor del hierro dúctil [14].

El nacimiento de las FE marcó el inicio de años de crecimiento continuo en todo el mundo, debido a su versatilidad y mayor rendimiento a menor costo, comparada a las otras fundiciones ferrosas [11]. Este crecimiento, entre los años 1950 y 2000, se puede observar en la Figura 1.4.

Las industrias automotriz y agrícola son las principales usuarias de las FE. Casi  $3 \times 10^6$  toneladas del material fueron producidas en Estados Unidos en 1988, perteneciendo la mayoría de los componentes a aplicaciones automotrices. Debido a sus ventajas económicas y alta fiabilidad, las FE se utilizan para partes críticas de automóviles como cigüeñales, partes del tren delantero, pinzas del freno de disco, partes del sistema de suspensión, etc. La industria de tubos de fundiciones de hierro también es uno de los principales usuarios del material.

Con el desarrollo de las FE austemperadas, surgieron nuevas aplicaciones para las fundiciones de hierro. Se trata de un material tratado térmicamente de alta resistencia mecánica y buena resistencia al desgaste. Estos materiales obtienen sus notables propiedades de un tratamiento térmico especial de austemperado. La resistencia

mecánica y tenacidad resultantes pueden variarse controlando el ciclo de tratamiento térmico [15].



**Figura 1.4** Crecimiento mundial de la producción de fundiciones de hierro con grafito esferoidal, 1950-2000 [11]

### 1.2.2. Características

Las fundiciones de hierro con grafito esferoidal se obtienen a partir de un tratamiento de nodulización realizado durante la colada del metal fundido. Para ello, se utilizan productos nodulizantes, entre los cuales el más usado es el magnesio. Para producir grafito esferoidal, se necesitan cantidades de magnesio residual que oscilan en un rango de 0,03% hasta 0,05% [16].

Algunos parámetros importantes en la caracterización de las FE son la forma del grafito y el conteo nodular. Con respecto a la forma del grafito libre, un concepto importante es la nodularidad. La nodularidad ejerce una gran influencia sobre el comportamiento mecánico del material. Esta se reduce si la cantidad de magnesio residual es muy baja y si el nivel de azufre es elevado [14]. Cuando la nodularidad decrece, debido a una reducción en la cantidad de magnesio residual (el agente esferodizante más comúnmente usado en las fundiciones dúctiles comerciales), los nódulos se deforman. El resultado es que, por ejemplo, cuando la nodularidad se reduce un 30%, se produce una reducción de un 10% en el límite elástico, y de un 15% en la resistencia a la tracción [17].

El recuento de nódulos (nódulos de grafito/mm<sup>2</sup>) también influye sobre las propiedades mecánicas del material. Un recuento elevado generalmente indica una buena calidad metalúrgica, pero existe un rango óptimo para cada pieza [14].

Las FE presentan ciertos beneficios en comparación al acero. Uno de ellos, es el menor costo de fabricación de las piezas de FE en relación con una pieza de acero fundido, debido a que la fundición esferoidal tiene una temperatura de fusión menor. Esto permite mejores acabados y espesores más delgados [14]. Además, comparando con el acero y las fundiciones maleables, la contracción volumétrica durante la solidificación es mucho menor en las FE, debido a que la formación de grafito causa una expansión interna que compensa en parte la reducción de volumen en la solidificación. Esto reduce la cantidad de metal necesario en los realimentadores, lo que resulta en un ahorro de costos sustancial [11]. La FE, muestra buena ductilidad (niveles de elongación que superan el 18% en los grados ferríticos) lo que facilita el mecanizado. Por otro lado, las piezas pesan un 10% menos que las de acero [14].

### **1.3. Conceptos de los tratamientos térmicos**

#### **1.3.1. Tratamientos térmicos**

Los tratamientos térmicos que usualmente se adoptan para las fundiciones de hierro con grafito esferoidal son: normalizado, ferritizado, temple y revenido, y austemperado.

Antes de describir dichos tratamientos térmicos, sin embargo, es necesario entender el concepto de **austenizado**. Este es el proceso en el cual se mantiene una fundición de hierro por encima de la temperatura crítica superior por un período suficiente de tiempo, para asegurarse de que la matriz sea completamente austenítica. La temperatura de austenizado, junto con el contenido de silicio, determinan el contenido de carbono de la austenita [18]. Una vez conocido este concepto, se procede a describir los tratamientos térmicos ya mencionados.

**Normalizado:** El objetivo del normalizado es refinar la estructura y mejorar las propiedades a la tracción de las FE. El metal se calienta (austeniza) a temperaturas de entre 870-940°C por aproximadamente 1 hora. La temperatura y tiempo varían según la composición, especialmente con contenidos de silicio y cromo [19]. La velocidad de enfriamiento debería ser lo suficientemente rápida para suprimir la formación de ferrita y producir una estructura completamente perlítica. Dependiendo de la sección de la pieza y el contenido de aleantes, velocidades adecuadas se pueden lograr con aire quieto, o pueden ser requeridos grandes ventiladores [18].

**Ferritizado:** En algunos casos, se presenta la necesidad de tener una microestructura completamente ferrítica. Para ello, se realizan los tratamientos térmicos denominados como "ferritizado". Estos procedimientos varían desde tratamientos de "baja temperatura" o de "ferritizado subcrítico" hasta tratamientos de "alta temperatura" de dos etapas, diseñados para descomponer carburos. El objetivo primario del ferritizado

es obtener fundiciones con ductilidad y tenacidad elevadas, resistencia y dureza reducidas y maquinabilidad mejorada [18].

**Temple y revenido:** Para endurecer una FE, primero se austeniza el material entre 845°C y 925°C y luego se temple. Para reducir tensiones residuales, es preferible utilizar aceite como medio de temple. Agua y salmuera también pueden usarse en lugar de aceite, en piezas fundidas con geometrías sencillas. Las piezas con geometrías complejas se templean en aceite caliente (mantenido a 80-100°C) para evitar fisuras. La microestructura de una FE templada revela una matriz martensítica (el porcentaje de martensita dependerá del medio de temple: mientras más severo, más probabilidad de tener un mayor porcentaje de martensita). Inmediatamente después de templear, se realiza un revenido en el rango de 300-600°C por 1 hora (más 1 hora por cada 25 mm de espesor) [19]. Con el revenido, se disminuye la resistencia y la dureza, a cambio de un incremento de la ductilidad, tenacidad y maquinabilidad [18]. La tensión de fluencia de fundiciones dúctiles tratadas térmicamente de esta manera varía entre 540 MPa a 880 MPa, con elongaciones de 10 a 12% y una dureza de 215 a 230 HB [19].

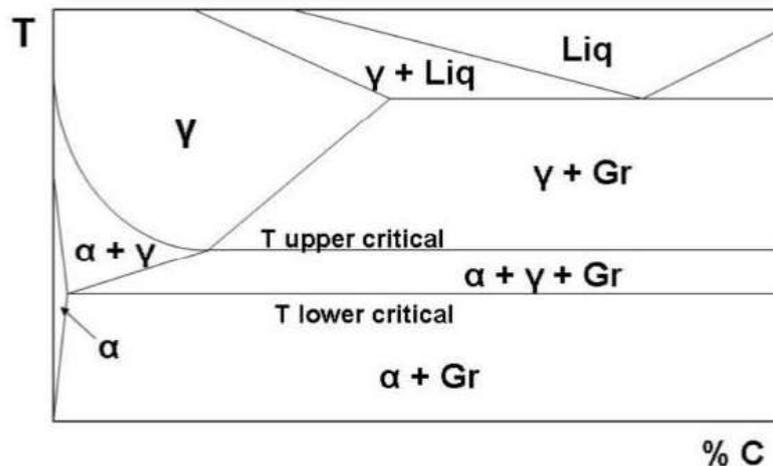
**Austemperado:** A partir de este tratamiento térmico, se pueden obtener fundiciones esferoidales austemperadas (ADI –“Austempered Ductile Iron”). El ADI se logra sometiendo una FE convencional a un tratamiento térmico de austenizado (850-950°C), seguido de una etapa de austemperado. Este último consiste en rápidamente transferir la pieza a un baño líquido (como un horno de batea conteniendo sales fundidas), mantenido a una temperatura de entre 235-425°C por un tiempo predeterminado. Se permite que la transformación continúe por un período de hasta 4 horas, cuando la austenita se transforma en bainita. Es posible lograr varias combinaciones de alta resistencia, alta dureza, ductilidad limitada o menor resistencia y dureza y mayor ductilidad, variando la temperatura de austemperado. Los ADI tienen una mejor resistencia al desgaste que otras fundiciones dúctiles, debido a la presencia de bainita. Por la misma razón, la resistencia a la fatiga también es superior [19].

### **1.3.2. Intervalo intercrítico**

#### **Concepto del intervalo intercrítico**

En el diagrama pseudo binario, logrado a partir de un corte del diagrama Fe-C-Si (es decir, el diagrama Fe-C para un porcentaje específico de Silicio) se pueden observar las fases en equilibrio (Ver Figura 1.5). Se observa que, a temperaturas próximas a la de la reacción eutectoide, el diagrama muestra una región en la cual coexisten ferrita ( $\alpha$ ), austenita ( $\gamma$ ) y grafito (Gr). Dicha región está delimitada por las temperaturas críticas superior e inferior (en el gráfico “T upper critical” y “T lower critical”). Estas temperaturas marcan los comienzos de las transformaciones de ferrita en austenita y

de austenita en ferrita en procesos de calentamiento y enfriamiento respectivamente, formando una zona llamada habitualmente “intervalo intercrítico” [20].



**Figura 1.5** Diagrama de Fe-C para un porcentaje de silicio de 2,5% [21]

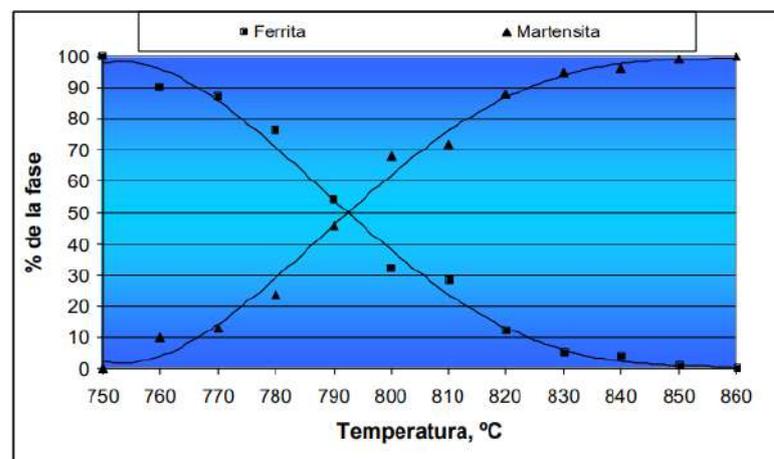
La composición química de la aleación juega un papel importante en tanto la posición como la amplitud de este intervalo. La presencia de Si y otros elementos de aleación modifican las temperaturas críticas (modificando así la posición y amplitud del intervalo intercrítico). El Si produce un incremento en la temperatura crítica superior, debido a que disminuye la solubilidad del carbono en la austenita, promoviendo la formación de ferrita. Este efecto, aunque menos significativo, también se observa con elementos tales como el Ni y el Cu. Por otro lado, existen elementos que pueden correr el rango de temperaturas intercríticas a menores temperaturas, como es el caso del Mn [20].

La nucleación de la ferrita comienza principalmente en los bordes de grano de la austenita (en algunas condiciones experimentales, crece hasta lograr una red continua de ferrita en la microestructura) y sobre la interfase grafito-austenita. Esto se debe a que estas son zonas de elevada energía, por lo que son sitios preferenciales para la nucleación de fases. Además, para que se lleve a cabo la reacción **austenita**  $\rightarrow$  **ferrita** es necesario que el carbono contenido en la austenita migre hacia los nódulos de grafito (que actúan como sumideros de carbono). Teniendo esto en cuenta, y dada la elevada difusividad de los bordes de grano, estos actúan como lugares preferenciales para la formación de ferrita. Del mismo modo actúan las zonas de interfase grafito – austenita, debido al corto camino necesario para la difusión de carbono [22].

Como veremos más adelante, la precipitación de ferrita en borde de grano austenítico puede constituir un método eficaz para revelar el tamaño de grano de la austenita previo al enfriamiento.

## Relevamiento de las temperaturas del intervalo intercrítico

A. Basso realizó una serie de tratamientos térmicos mediante los cuales es posible determinar las temperaturas críticas inferior y superior del intervalo intercrítico ( $T_{lower}$  y  $T_{upper}$ ) [22]. Para ello, se parte de una microestructura completamente ferrítica (para lo cual se realiza un tratamiento térmico de ferritizado a todo el material). Se busca con esto analizar la transformación **ferrita** → **austenita**. Con este fin, se lleva al material a distintas temperaturas (seguido de un mantenimiento y un temple en agua) para relevar el porcentaje de fases obtenido en cada caso. A continuación, se observa una curva obtenida por medio de este tratamiento, donde se aprecian los porcentajes de las fases ferrita y martensita:



**Figura 1.6** Porcentaje de las fases ferrita y martensita en función de la temperatura [22]

A partir de un gráfico como el anterior, se pueden tomar distintos criterios para obtener las temperaturas críticas inferior y superior. En el presente trabajo, se toman como límites porcentajes de ferrita del 98% (inicio de la transformación) y 2% (fin de la transformación).

Por otro lado, en el mismo trabajo, se realizó también un estudio de la cinética de la reacción **austenita** → **ferrita** dentro del intervalo intercrítico. La metodología empleada consiste en realizar un austenizado completo (por encima de la temperatura crítica superior) seguido de un enfriamiento hasta una temperatura intercrítica dada. Luego, se mantienen las probetas a esta temperatura por distintos intervalos de tiempo, y finalmente se temple las probetas en agua [22].

Aunque el material sea el mismo, A. Basso observó diferencias en los tiempos necesarios para llevar a cabo las reacciones **ferrita** → **austenita** y **austenita** → **ferrita**. La primera de estas reacciones se produjo a velocidades relativamente rápidas. Con aproximadamente 30 minutos de permanencia a la temperatura de tratamiento ya se alcanzaron los porcentajes de fases de equilibrio. Por otro lado, para la reacción de

enfriamiento, luego de varias horas de mantenimiento a una temperatura constante, no se logró alcanzar aún los porcentajes de fases esperados. Según el autor, esto puede deberse a que, en el primer caso, la difusión de carbono necesaria para la formación de la austenita se produce a través de dicha fase, la cual es la que nuclea y crece. En el segundo caso, para que la ferrita crezca, es necesario que el carbono difunda a través de esta fase hasta los nódulos de grafito. La cantidad de carbono que puede contener (o disolver) la austenita (hasta un 2%) es mucho mayor que para el caso de la ferrita (0,02%). Por lo tanto, el flujo neto de carbono es mucho mayor para el caso de la fase austenita que para la ferrita, lo que puede motivar la diferencia de velocidades observadas [22].

### **1.3.3. Medios de enfriamiento y severidad de temple**

La velocidad con que se enfría la superficie de una pieza depende del medio de enfriamiento y de la sección de esta (efecto masa). Esto significa que, para el mismo medio, la velocidad de enfriamiento de la superficie es mayor en una pieza de menor sección. Por otro lado, mientras nos alejamos de la superficie, la velocidad de los puntos interiores disminuye. Es decir que el núcleo de una pieza siempre se enfría más lentamente que la superficie.

El medio de enfriamiento extrae en forma continua el calor de la pieza a través de su superficie, con una velocidad definida que va a depender de la eficacia del medio. Dicho medio de enfriamiento puede ser un gas (aire) o un líquido (agua, sales fundidas, aceites, etc.). La eficacia de estos medios se puede mejorar a partir del control de la temperatura y la agitación. La velocidad de enfriamiento depende de las propiedades físicas del medio: punto de ebullición, conductividad térmica, viscosidad, calor específico y calor de vaporización [23].

Durante el enfriamiento en un medio líquido se producen 3 etapas bien definidas:

**1ª Etapa:** Enfriamiento por capa de vapor. Al introducir el metal a alta temperatura en el medio de temple, el líquido en contacto con la superficie de la pieza se vaporiza formándose una delgada capa de vapor que la rodea completamente. El enfriamiento se hace por conducción a través de la capa gaseosa y, dado que esta capa es mala conductora del calor, la velocidad de enfriamiento es relativamente pequeña.

**2ª Etapa:** Enfriamiento por transporte de vapor. Al descender la temperatura de la superficie del metal, la película de vapor comienza a desaparecer y es reemplazada por líquido que, al ponerse en contacto con la superficie del metal, entra en violenta ebullición. Las burbujas que rodean a la pieza son transportadas por gravedad y corrientes de convección. Esta es la etapa de enfriamiento más rápida.

**3ª Etapa:** Enfriamiento por líquido. Es la última etapa y comienza cuando la temperatura de la pieza es más baja que la de ebullición del líquido de temple. Ya no

se forma vapor y el enfriamiento se produce por conducción y convección del líquido. Es una etapa más lenta que las anteriores.

No siempre se observan las 3 etapas, y, cuando es posible, se procura inhibir la primera etapa para maximizar la extracción de calor.

La eficacia de un medio de enfriamiento se caracteriza mediante un parámetro denominado “severidad de temple”, designada con la letra H. Este factor caracteriza la velocidad de enfriamiento de la superficie que a su vez rige el enfriamiento del cuerpo. Para un valor alto de H, el enfriamiento de la superficie será rápido, siendo instantáneo para  $H = \infty$ . Esta severidad de temple no se consigue con ningún medio de enfriamiento: constituye un valor ideal lograble con un medio ideal. Por medio de ensayos prácticos, se determinó el valor aproximado de H para cualquier medio (en la Tabla 1.1 se puede observar este valor para algunos medios seleccionados). Para ello, se tuvieron en cuenta las leyes de conducción calórica y la acción mecánica que puede obtenerse por la agitación del baño o de la pieza. Como convención, se toma como unidad  $H=1$  para el agua sin agitación [23].

**Tabla 1.1** Severidad de temple “H” de distintos medios de enfriamiento [23]

Agitación	Medio			
	Aire	Aceite	Agua	Salmuera
Ninguna	0,02	0,25-0,30	0,9-1,0	2
Moderada	-	0,3-0,4	1,0-1,3	2 a 2,2
Acentuada	-	0,4-0,5	1,4-1,5	-
Fuerte	0,05	0,5-0,8	1,6-2,0	-
Violenta	-	0,8-1,1	4	5

El agua es un recurso económico y un medio de temple muy efectivo. Sin embargo, es susceptible a la formación de burbujas de vapor que pueden resultar en puntos blandos en las piezas templadas. Esto es particularmente probable si la temperatura del sistema de temple no es controlada cuidadosamente. En un sistema de temple de agua, la temperatura de esta nunca debe exceder los 32°C [24].

El aceite generalmente tiene una severidad de temple desde un 25% hasta un 40% de la del agua, asumiendo una agitación similar. El aceite es menos sensible a la temperatura que el agua y, dependiendo del aceite, usualmente la temperatura ideal es de entre 60 y 65°C debido a que, a menores temperaturas, se empeora el transporte de calor por convección, porque aumenta la viscosidad [24].

#### **1.3.4. Velocidad crítica y velocidad de enfriamiento**

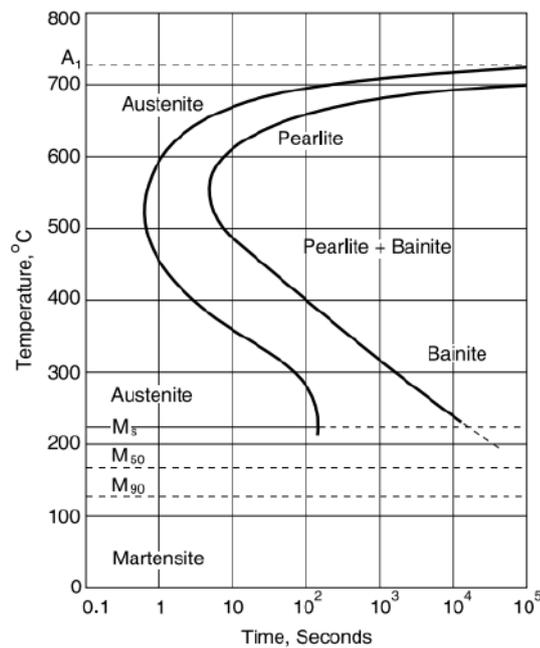
La velocidad de enfriamiento tiene un gran efecto en la microestructura obtenida a partir del enfriamiento de una estructura austenítica. Las curvas que muestran esta relación son las denominadas TTT (tiempo, temperatura, transformación). Esta curva,

para un acero eutectoide (0,77% de carbono), se observa en la Figura 1.7 [25]. Debido a su forma, se la suele llamar “curva C”, aunque, en rigor, cuando los aceros son aleados la curva puede adquirir formas distintas.

Se comienza a analizar la curva TTT en la temperatura A1, por encima de la cual, en un acero eutectoide, sólo hay austenita presente. Cuando el material se enfría lentamente, a una temperatura justo por debajo de A1, la transformación comienza, pero muy despacio (1 h de enfriamiento para obtener una transformación significativa), y el producto de transformación es perlita gruesa, o eventualmente perlita globular. Con una temperatura menor (650°C) la transformación comienza en menos de 1 min (curva de comienzo de la transformación), y el producto es perlita media. Con una temperatura aún menor (540°C), la transformación comienza en aproximadamente 1s y finaliza en algunos minutos (curva de finalización de la transformación), siendo el producto perlita fina. A este punto se le denomina “nariz” del diagrama TTT. Se debe recordar que todo lo que está a la izquierda de la curva de comienzo de la transformación representa la fase austenítica [26].

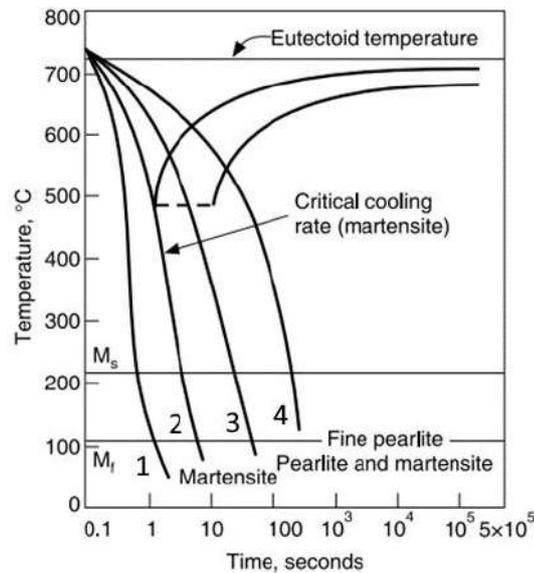
Sin embargo, si el acero se enfría muy rápidamente (como, por ejemplo, sumergiéndolo en agua) y no hay tiempo suficiente para que la transformación comience antes de los 540°C, se alcanzan temperaturas en las que la difusión de los átomos de Fe en la red es muy lenta, lo que genera un cambio en el mecanismo de transformación, y entonces el tiempo de comienzo de la transformación se ve extendido. Cuando la transformación ocurre en un rango de temperatura de entre 290 a 425°C, el producto de transformación es bainita [26].

Por otro lado, si el enfriamiento del acero se lleva a cabo tan rápidamente que no hay ninguna transformación por encima de 540°C, y se continúa hasta y por debajo de la línea Ms, el producto será martensita. Ms representa el comienzo de la transformación martensítica [26].



**Figura 1.7** Diagrama TTT (Time-temperature-transformation) de un acero eutectoide (0,77% C) [25]

Recapitulando, si se quiere obtener una estructura completamente martensítica, la velocidad de enfriamiento debe ser lo suficientemente elevada como para evitar las transformaciones de alta temperatura, incluso en la “nariz” del diagrama TTT. Esta velocidad de enfriamiento, que permite la transformación de austenita a martensita, es conocida como la velocidad crítica (superior). Como ya se explicó (*Sección 1.3.3. Medios de enfriamiento y severidad de temple*), la velocidad de enfriamiento de la superficie y centro de una pieza son distintas. Esto se muestra en la Figura 1.8 donde se observan las curvas de enfriamiento de la superficie (curva 1) y centro (curva 4) de una barra de acero (de aproximadamente 5 cm de diámetro) la cual se templea en salmuera helada. También se observan 2 curvas adicionales, que representan la velocidad crítica de enfriamiento (curva 2) y la velocidad de enfriamiento a la cual se forma un 50% de martensita y un 50% de perlita (curva 3) [27].



**Figura 1.8** Curvas de enfriamiento de la superficie y centro de una barra de acero [27]

### 1.3.5. Templabilidad

La templabilidad es una propiedad de gran importancia y utilidad. En tratamientos térmicos, determina la velocidad de enfriamiento necesaria para obtener una microestructura deseada. También dice algo importante sobre la dureza en la superficie, ya sea para un acero o una fundición de hierro, ya que una alta templabilidad significaría una dureza uniforme y elevada en toda la superficie.

La templabilidad de un acero o fundición se puede definir como la habilidad para adquirir dureza siendo austenizado y templado, siendo la fuente de esta dureza la presencia de martensita. Es decir, la templabilidad es la capacidad del material de transformarse parcial o totalmente de austenita a alguna fracción de martensita, a una cierta profundidad bajo la superficie, siendo enfriado bajo ciertas condiciones [28].

Se dice que un acero tiene alta templabilidad si la austenita se transforma en martensita con velocidades de enfriamiento relativamente bajas. Cualquier factor que desplace hacia la derecha la nariz de la curva C de un diagrama TTT, hace que sea más fácil formar una estructura martensítica con medios de enfriamiento menos severos (es decir, velocidades de enfriamiento más bajas). Todos los aleantes comunes (a excepción del cobalto) desplazan a la derecha dicha curva. Por lo tanto, se dice que mejoran la templabilidad del material [27].

#### 1.3.5.1. Factores que influyen en la templabilidad

A continuación, se discutirán algunos de los factores que afectan a la templabilidad:

## Tamaño de grano austenítico

Cuando un acero o fundición de hierro se calienta por encima de la temperatura AC1, comienza a formarse austenita (proceso de austenizado). En un principio, el número de granos austeníticos formados es grande, debido a la gran cantidad de zonas disponibles para la nucleación. Luego, dada la alta movilidad de átomos a altas temperaturas, se produce el crecimiento de los granos austeníticos [27].

El tamaño de grano de la austenita juega un rol importante en la templabilidad de un acero. Mientras más fino sea el grano, menor será la templabilidad del material. Esto ocurre porque existen más sitios para la nucleación de perlita o cualquier otra fase, proporcionados por los bordes de grano de la austenita. Esto aumenta la probabilidad de que nucleee perlita, y, una vez que la transformación austenita a perlita se lleva a cabo, se suprime la transformación austenita a martensita. Esto significa que la templabilidad disminuye [27].

Un grano grueso proporciona menos sitios de nucleación para la transformación perlítica, sin embargo, este método no es recomendable para aumentar la templabilidad. El aumento del tamaño de grano está asociado a algunos cambios indeseables en el material, como malas propiedades al impacto, susceptibilidad al agrietamiento durante el temple y pérdida de ductilidad [27].

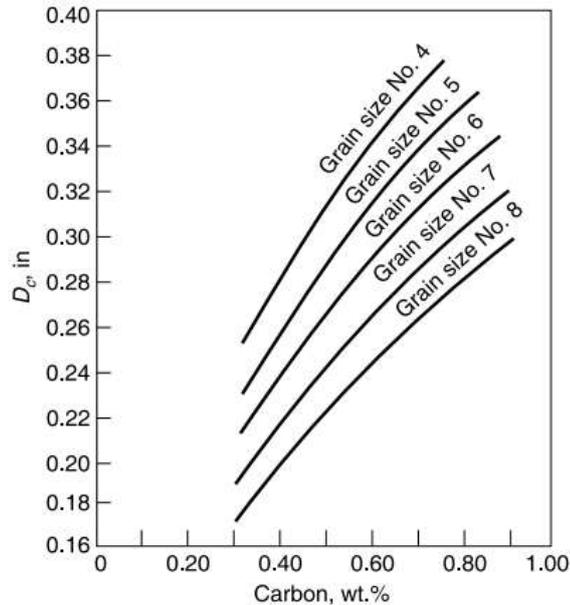
La variación de la templabilidad en función del tamaño de grano de la austenita para aceros de entre 0% y 1% de carbono se observa en la Figura 1.9 (el número de tamaño de grano aumenta cuando el tamaño de grano disminuye). En dicha figura, se adopta el “diámetro crítico ideal” como medida de la templabilidad. El diámetro crítico ( $D_c$ ), de un acero o fundición de hierro, es el diámetro de una barra de dicho material que, templada con un medio de enfriamiento específico, presenta un porcentaje de 50% de martensita en su centro. Por otro lado, existe también el concepto de diámetro crítico ideal, para el cual se observa un 50% de martensita en el centro de la pieza, templándola con un medio ideal (sin resistencia a la transferencia de calor,  $H = \infty$ ) [29]. Esto significa que un incremento en el diámetro crítico es una medida de un incremento en la templabilidad. En la *Sección 1.3.5.2. Determinación de la templabilidad* se explica en detalle la obtención de dicho parámetro.

El gráfico muestra que para un tamaño de grano de N° ASTM 4 (90  $\mu\text{m}$ ), el diámetro crítico ideal (para un 0,5% de C) es de aproximadamente 0,31 in (7,9 mm), mientras que, cuando se reduce el tamaño de grano a N° ASTM 8 (22  $\mu\text{m}$ ), el diámetro crítico cambia a 0,22 in (5,6 mm).

## Contenido de carbono

La templabilidad se ve influenciada también por el contenido de carbono del material. Esta variación de la templabilidad en función del porcentaje de carbono se observa en

la Figura 1.9 para tamaños de grano de N° ASTM entre 4 y 8. Se puede observar a simple vista que, para un mayor contenido de carbono, aumenta el diámetro crítico (es decir, la templabilidad). Sin embargo, más allá del 0,8% de carbono (en aceros hipereutectoides) la templabilidad comienza a decrecer. Esto se debe a que, en estos casos, el austenizado se lleva a cabo en una región de 2 fases (austenita y cementita), donde la transformación a austenita es parcial. Una parte de cementita permanece sin disolver, lo cual restringe la templabilidad [27].



**Figura 1.9** Diámetro crítico ideal en función de porcentaje de carbono y tamaño de grano austenítico [27]

### Elementos aleantes

Un rol importante de los elementos aleantes (excepto el cobalto) es mover la nariz de la curva C a la derecha en el diagrama TTT. Esto aumenta la templabilidad del acero. Para que esto sea efectivo, los elementos aleantes deben estar disueltos en la austenita. La templabilidad no sólo depende de la presencia de elementos aleantes, sino también del modo en que estos están distribuidos. Inclusiones no disueltas, tales como carburos o nitruros, inclusiones no metálicas y la falta de homogeneidad de la austenita disminuyen la templabilidad del acero (o fundición).

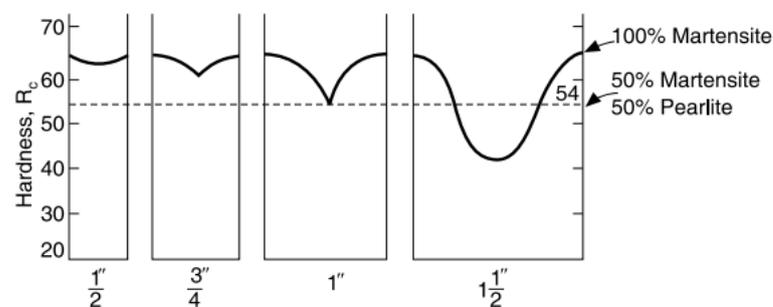
Por otro lado, la presencia de cobalto ayuda a la nucleación de perlita, lo que disminuye la templabilidad, por lo que los aceros que contienen este elemento son más difíciles de transformar en martensita [27].

### 1.3.5.2. Determinación de la templabilidad

#### Método del diámetro crítico

El método de Grossman permite determinar el diámetro crítico, el cual, como ya se mencionó, es una medida de la templabilidad del material. Este método consiste en

templar un número de barras de acero (o fundición) de distintos diámetros bajo condiciones idénticas. La longitud de las barras debe ser de al menos 5 veces su diámetro para evitar los efectos de los extremos. Durante el temple, las barras con diámetros más pequeños se endurecen en todo su diámetro, pero, mientras el diámetro aumenta, la velocidad de enfriamiento en el centro de la barra disminuye. Es decir, se observa contenido de perlita. La porción de sección que contiene más de un 50% de martensita se considera endurecida. El diámetro de la probeta en cuyo centro se observe este porcentaje de martensita, será entonces el diámetro crítico de dicho material, para el medio de enfriamiento utilizado. En la Figura 1.10 se observan probetas de distintos diámetros, y su dureza en distintas profundidades (la cual está ligada al porcentaje de martensita). En el caso que se representa, el diámetro crítico real en el medio de enfriamiento utilizado es de 1" [27].



**Figura 1.10** Barras de distintos diámetros ( $\frac{1}{2}$ ",  $\frac{3}{4}$ ", 1", y  $1 \frac{1}{2}$ ") endurecidas a distintas profundidades después de templarlas con el mismo medio [27]

### Ensayo Jominy

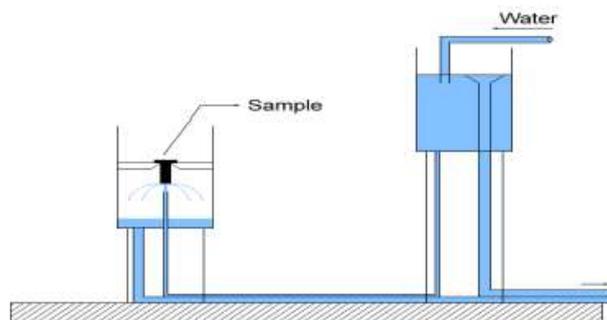
El ensayo más utilizado para evaluar la templabilidad es el ensayo Jominy, que fue desarrollado por Jominy y Boegehold. Muchos estándares internacionales describen este importante ensayo, incluyendo ASTM A255, SAE J406, JIS G 0561, DIN 50191, and ISO 642 [30].

En el ensayo Jominy, una barra cilíndrica de 100 mm de largo y 25,4 mm de diámetro se lleva a una temperatura dentro del campo austenítico. Al calentar la probeta Jominy hasta el campo austenítico, se debe asegurar que la temperatura dentro de la barra sea uniforme en todo el volumen. Si la temperatura de austenización es demasiado baja, la disolución necesaria de los carburos puede ser incompleta, lo que causaría curvas con depresiones, indicando durezas más bajas de las esperadas, debido a la aceleración de la formación de productos no martensíticos durante el enfriamiento [30].

Luego del correcto austenizado, se extrae la probeta del horno y se la posiciona en un dispositivo específico, mediante el cual se lanza un chorro de agua sobre un extremo de la barra, como se observa en la Figura 1.11. La superficie de dicho extremo se

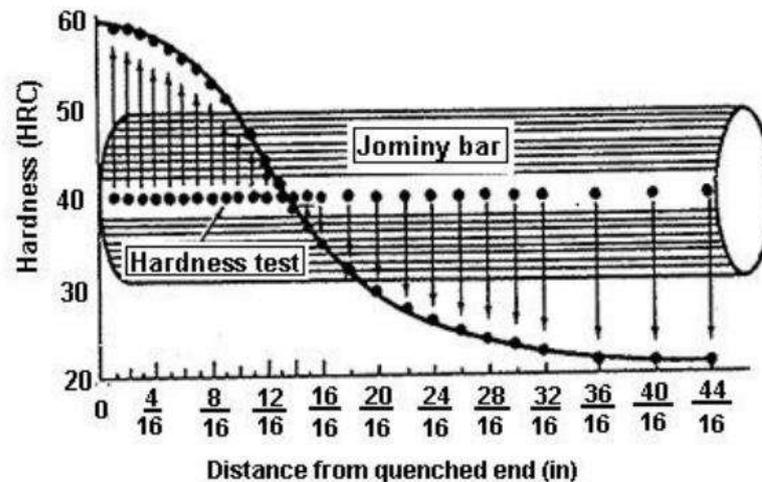
enfria rápidamente, pero secciones de la barra detrás de ella se enfrían progresivamente de manera más lenta. Una vez que ha concluido el enfriamiento, se rectifican dos caras planas sobre la superficie cilíndrica a lo largo de la longitud de la barra de prueba, para eliminar cualquier material descarbonado y generar superficies planas adecuadas para la medición de dureza Rockwell C. Es importante que, durante el proceso de rectificado, el incremento de temperatura se minimice. La dureza se mide típicamente cada 1.5 mm para aceros aleados (1/16”), como se observa en la Figura 1.12 [30].

Cuando el acero examinado es de alta templabilidad, mostrará una dureza alta y uniforme a lo largo de la distancia al extremo templado, denominada “distancia Jominy” o  $d_j$ . Esto se debe a que la velocidad de enfriamiento es mayor que la velocidad crítica de enfriamiento, aún para puntos alejados del extremo templado, por lo que una alta proporción de la barra se transforma en martensita. Por otro lado, materiales de mediana templabilidad llevan a resultados diferentes. La velocidad crítica de enfriamiento es mucho más alta, por lo que solo es superada en los primeros milímetros de la barra. Una vez que la velocidad es menor a la crítica, se produce, junto con una cierta proporción de martensita, la formación de perlita, bainita u otros microconstituyentes de menor dureza que la martensita, y la dureza baja rápidamente [28].



**Figura 1.11** Disposición de elementos para el ensayo Jominy [28]

La información obtenida de una probeta Jominy se puede usar, por ejemplo, para predecir la distribución de dureza en una barra templada [29].

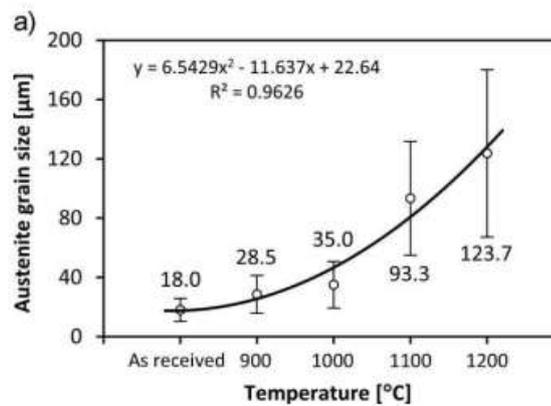


**Figura 1.12** Ilustración de una curva típica de Jominy, generada a partir de una barra Jominy después del temple y molido [30]

#### 1.4. Grano austenítico

Como ya se mencionó, el primer paso en la mayoría de los tratamientos térmicos de los aceros y las fundiciones es austenizar (es decir, obtener una microestructura austenítica homogénea, a temperaturas apropiadas dentro del rango estable de la austenita). Para lograr esta transformación total y homogénea de la austenita, los aceros se deben mantener a la temperatura de austenizado por un período de tiempo suficiente. Si el tiempo es insuficiente, esto lleva a que exista heterogeneidad química en la muestra, lo que luego impacta en las transformaciones durante el enfriamiento, resultando en una microestructura también heterogénea, que es perjudicial para el comportamiento del material. Se podría pensar, entonces, que es conveniente que el tiempo de mantenimiento a la temperatura de austenizado sea lo más extendido posible, sin embargo, esto trae otras consecuencias, como el crecimiento del grano austenítico y la decarburación. El tamaño de grano de la austenita depende, en gran medida, de la temperatura y tiempo de austenizado y, en menor medida, de la composición del acero (o fundición) [31].

La temperatura de austenizado tiene una gran influencia en el tamaño de grano de la austenita. A medida que la temperatura aumenta, para un mismo tiempo de mantenimiento, también aumenta el tamaño de grano. A modo de ejemplo, en la Figura 1.13 se observa este fenómeno, para un acero de baja aleación con Boro (0,223% C):



**Figura 1.13** Tamaño de grano austenítico en función de la temperatura de austenizado [32]

#### 1.4.1. Importancia del tamaño de grano

El tamaño de grano de la austenita previa al enfriamiento tiene un efecto apreciable en muchas de las propiedades mecánicas de los aceros. Por ejemplo, a temperatura ambiente, la dureza, tensión de fluencia, resistencia a la tracción y resistencia al impacto aumentan cuando el tamaño de grano disminuye. Esto fue demostrado en distintos trabajos, en los que se hizo crecer el grano a distintos tamaños por medio de la variación de las temperaturas de austenizado y el tiempo de mantenimiento [31, 32].

En la Tabla 1.2 se observa, a modo de ejemplo, el valor de distintos parámetros (resistencia a la tracción, tensión de fluencia, etc.) de un acero de baja aleación con Boro (0,223% C), cuando se varía la temperatura de austenizado (y, en consecuencia, se varía el tamaño de grano de la austenita). Las muestras fueron austenizadas por 20 min a temperaturas de 900, 1000, 1100 y 1200°C y luego templadas en agua.

**Tabla 1.2** Propiedades mecánicas seleccionadas de un acero de baja aleación con Boro, después de austenizar a distintas temperaturas [32]

Temperatura de austenizado T [°C]	Resistencia a la tracción Rm [MPa]	Tensión de fluencia Rp0.2 [MPa]	Elongación A [%]	Reducción de área Z [%]	Resistencia al impacto KCV-40 [J/cm <sup>2</sup> ]
900	1445	1076	14,1	41	49
1000	1413	1016	13,2	37	38
1100	1425	1006	12,9	37	30
1200	1382	987	12,6	39	19

Se puede observar que, efectivamente, las propiedades mecánicas son mejores cuando la temperatura de austenizado es menor, es decir, cuando el tamaño de grano de la austenita previa es menor.

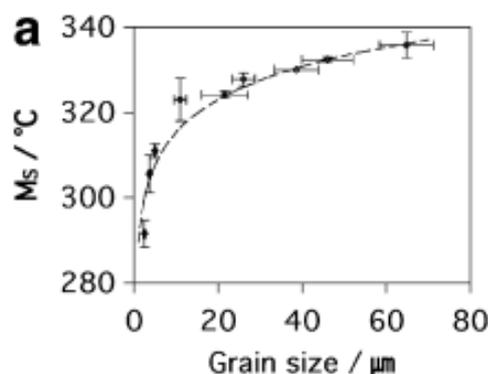
En los años 50, E. O. Hall y N. J. Petch, demostraron que la tensión de fluencia  $\sigma$  aumenta con el incremento de la inversa de la raíz cuadrada del tamaño de grano,  $d$ , en materiales policristalinos según la siguiente ecuación [33, 34]:

$$\sigma = \sigma_0 + k d^{-\frac{1}{2}} \quad (1.1)$$

donde  $k$  se relaciona con la tensión local necesaria para iniciar la deformación plástica y  $\sigma_0$  es la resistencia al movimiento de dislocaciones en el interior del grano [35]. Es decir que, a medida que el tamaño de grano aumenta, la tensión de fluencia disminuye, como se demuestra en la Tabla 1.2.

El tamaño de grano de la austenita previa juega un papel importante en la cinética de transformación de un acero. Como se dijo anteriormente, las transformaciones difusionales en estado sólido están fuertemente afectadas por la tasa de nucleación de las fases que se forman, y, por lo tanto, por la disponibilidad de sitios de nucleación. Mientras mayor sea el tamaño de grano, menor será la disponibilidad de sitios de nucleación. Por otro lado, el tamaño de grano austenítico influye sobre la morfología y distribución de los precipitados difusionales [4].

También existe una gran dependencia de la temperatura de inicio de la transformación martensítica  $M_s$  y el tamaño de grano de la austenita previa. Esto se puede observar en la Figura 1.14 donde, para mayores tamaños de grano, se observa un aumento de la temperatura  $M_s$ . Dicho gráfico corresponde a una aleación con un contenido de carbono de aproximadamente 0,125% [36].



**Figura 1.14** Dependencia entre la temperatura de inicio de la transformación martensítica y el tamaño de grano austenítico (0,125% C-5,02% Ni-2,27% Mn) [36]

La relación entre el tamaño de grano y las transformaciones de estado sólido ha sido estudiada extensivamente en aceros. Sin embargo, este no es el caso para fundiciones de hierro con grafito esferoidal, donde esta influencia no está caracterizada [4].

#### **1.4.2. Revelado del grano austenítico en aceros**

En aceros, el TG de la austenita previa tiene una influencia importante en sus propiedades mecánicas, eléctricas y magnéticas por lo que su determinación se considera de gran importancia. Los métodos para caracterizar la austenita previa pueden ser clasificados en procedimientos directos, basados en la observación directa de la microestructura austenítica a temperaturas elevadas (donde la austenita sea estable), e indirectos, donde se utilizan distintas técnicas metalográficas y tratamientos térmicos para observar distintas características de la microestructura a temperatura ambiente que permitan estimar el TG austenítico [37]. Los procedimientos directos son extremadamente complejos y poco aplicables, por lo que se procura el desarrollo de métodos indirectos. Dentro de los métodos indirectos, existen distintas maneras de observar el grano austenítico, una vez que esta fase ya no está presente:

**Ataque químico:** Las soluciones para el ataque químico se utilizan ampliamente. Por medio de este método, se produce un contraste metalográfico ya sea por facetado de cristales (los granos se atacan a distintas velocidades dependiendo de su orientación cristalográfica) lo cual produce “escalones” en los bordes de granos y diferencias de reflectividad o por ataque de grano o fase, lo cual produce surcos [38].

**Nucleación de ferrita o cementita proeutectoide:** Otro método indirecto utilizado comúnmente para revelar el grano austenítico previo consiste en ajustar las condiciones posteriores al austenizado para promover la formación de ferrita o cementita proeutectoide, homogéneamente precipitada en los límites de grano. Una técnica similar se utiliza en aceros eutectoides. En este caso, los límites de grano se delimitan con perlita. Por otro lado, el método de carburización de McQuaid y Ehn consiste en delimitar el grano austenítico con la precipitación de una red de cementita proeutectoide. La muestra se austeniza, se carburiza a 925°C por 8h y se enfría lentamente hasta temperatura ambiente [37, 39].

**Ataque de oxidación:** El método de ataque de oxidación se usó por muchos años para delinear los límites de grano austeníticos. Esta técnica funciona muy bien con casi cualquier acero, pero está limitado a temperaturas de austenizado debajo de los 1038°C. La técnica consiste en calentar una superficie finamente pulida en un horno con una atmósfera oxidante. Los límites de grano se delimitan por ya sea la acumulación de óxido o la descarburación de los límites de grano [39].

**Ataque térmico:** El método de ataque térmico consiste en calentar hasta la temperatura de austenizado una muestra con una superficie finamente pulida de 5

mm, con una presión de al menos 1 Pa o en una atmósfera inerte. Se forman ranuras en los límites de grano debido a los efectos de tensión superficial y los mecanismos de transporte de materia (evaporación – condensación, difusión volumétrica y difusión superficial). Después del austenizado, la muestra se enfría hasta temperatura ambiente [37, 40].

### **1.4.3. Revelado del grano austenítico en fundiciones de hierro con grafito esferoidal**

Aunque ampliamente estudiado en aceros, el desarrollo de un método de revelado de la austenita previa en fundiciones de hierro con grafito esferoidal ha sido poco incursionado, por lo que no existe un método universal.

Un método posible es nuclear ferrita haciendo uso del intervalo intercrítico. Una vez que se austeniza, se lleva al material al rango intercrítico, donde la nucleación de la ferrita (transformación **austenita** → **ferrita**) comienza en las zonas de elevada de energía. Es decir, la ferrita nuclea en los bordes de grano de la austenita y la interfase grafito-austenita [22]. Esto se explicó en mayor detalle en la *Sección 1.3.2. Intervalo intercrítico*.

En trabajos anteriores se ha investigado esta alternativa, realizando un austenizado completo, seguido de un mantenimiento dentro del rango intercrítico, con un posterior temple en agua. Los tiempos de mantenimiento en el rango intercrítico necesarios para obtener una precipitación marcada de ferrita en el borde de grano austenítico fueron del orden de las 20 h [22]. Aunque por medio de este método se obtenga una delimitación adecuada del BG austenítico (borde de grano), se podría argumentar que los tiempos de mantenimiento son demasiado elevados.

Por otro lado, también se reportan trabajos donde, debido a no poder encontrar un método exitoso para delinear el grano austenítico previo en una matriz martensítica, se propone la caracterización del TG austenítico por medio de la medición de la máxima longitud de las placas martensíticas [5]. Esta técnica se basa en que la martensita nuclea y crece dentro de los granos de la austenita previa, por lo que la máxima longitud observada puede ser una medida del TG austenítico. Aunque esta técnica es sencilla de aplicar, no se obtienen resultados exactos, y puede resultar en la medición de un TG menor al verdadero.

## **1.5. Métodos de caracterización y determinación del tamaño de grano**

Una vez reconstruido el grano austenítico (revelados sus BG), es preciso determinar su tamaño. Para ello, se hace uso de la norma internacional ASTM E112, que describe los métodos estándar para determinar el tamaño de grano promedio (*Standard Test*

Methods for Determining Average Grain Size) [41]. A continuación, se describen algunos de los procedimientos que emplean técnicas manuales avaladas por dicha norma. Estos métodos son independientes de la aleación metálica utilizada.

El “**procedimiento de comparación**” consiste en la comparación de la estructura granular con una serie de imágenes graduadas. Este método permite y genera una inclinación o parcialidad general, ya que la información de tamaño de granos comparados indica generalmente que el grano es más grueso de lo que realmente es.

El “**procedimiento planimétrico**” consiste en un conteo del número de granos en un área determinada. El número de granos por unidad de área ( $N_A$ ) es utilizado para determinar el número de tamaño de grano ASTM (G). La relación entre estas 2 variables es la siguiente:

$$N_{AE} = 2^{G-1} \quad (1.2)$$

donde  $N_{AE}$  se define como el número de granos por pulgada cuadrada con una magnificación de x100. Para obtener el número en milímetros cuadrados con una magnificación de x1, se multiplica por 15,5:

$$N_A = 15,5 * 2^{G-1} \quad (1.3)$$

La precisión del método es función del número de granos contados.

El “**procedimiento de intersección**” consiste en un conteo del número de granos interceptados por una línea o número de bordes de granos que intersecan con esta. El conteo se utiliza para calcular la longitud lineal de intersección promedio, la cual a su vez es usada para obtener el número de tamaño de grano ASTM (G). La precisión de este método es función del número de intersecciones contadas. Este método es más rápido que el planimétrico para el mismo nivel de precisión.

Dentro de los métodos de intersección, existen tanto los lineales (donde se utilizan líneas rectas para intersecar los BG) como los circulares (se utilizan circunferencias). Al utilizar líneas circulares se compensa automáticamente la no equiaxialidad de la forma de los granos, sin pesar más ninguna parte del área involucrada. Dentro de los métodos circulares, es posible utilizar plantillas con 1 o 3 circunferencias. En el presente trabajo, se hace uso de los procedimientos de intersección, debido a razones explicadas en la *Sección 2.2.3. Medición del tamaño de grano austenítico*.



## **CAPÍTULO 2**

### **REVELADO Y MEDICIÓN DEL GRANO DE LA AUSTENITA PREVIA**

---

#### **2.1. Introducción**

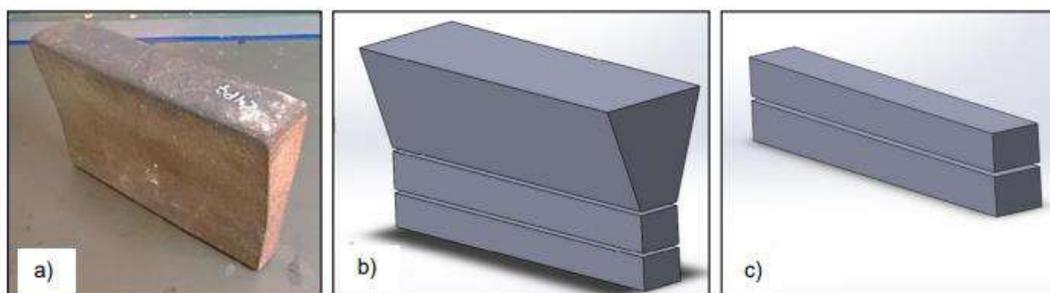
La austenita es una fase que no se encuentra normalmente a temperatura ambiente, lo que hace imposible su observación directa con microscopios convencionales. Es factible nuclear una fase distinta, estable a temperatura ambiente, en las zonas de elevada energía (bordes de grano de la austenita e interfaz austenita-grafito). De esta forma, se puede observar la austenita indirectamente.

En el presente capítulo, se desarrolla un método de delimitación del grano austenítico a partir de la nucleación de ferrita. Una vez delimitado el grano austenítico, se evalúa y determina el método más adecuado para su medición, siguiendo los lineamientos de la norma ASTM E 112 – 96e3.

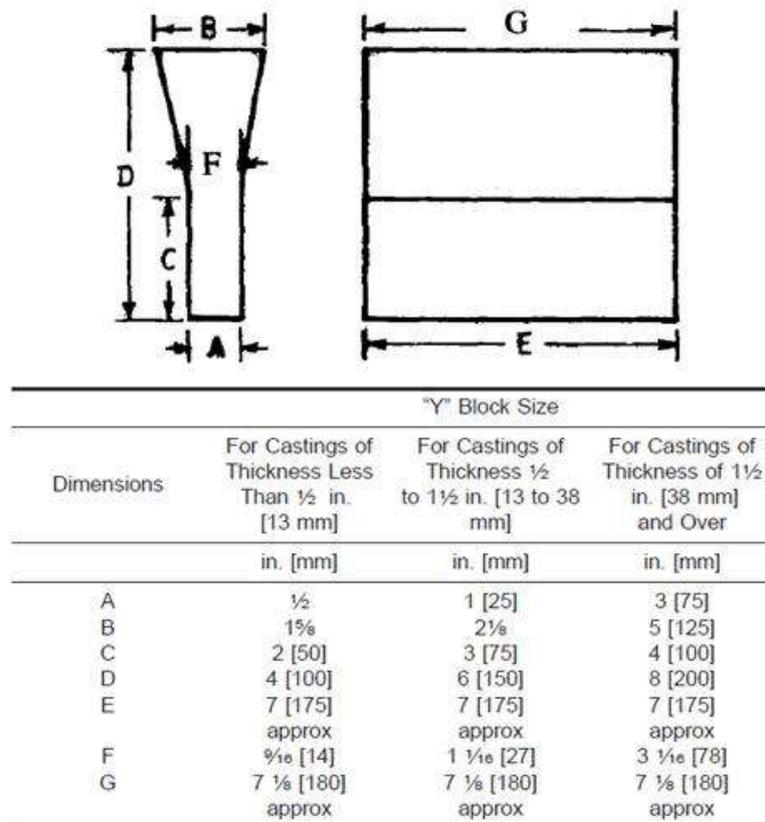
#### **2.2. Metodología experimental**

##### **2.2.1. Material de partida**

El material utilizado proviene de una colada industrial de 3000 kg de FE realizada por la empresa Megafund S.A. Siguiendo técnicas convencionales de fusión, nodulización, inoculación y colada en molde de arena, se obtuvieron bloques Y de FE de 25mm de espesor de zona calibrada, según las especificaciones de la norma ASTM A897M, tal como se observa en las Figuras 2.1 a y 2.2. Las probetas que se utilizan a lo largo del trabajo provienen del seccionamiento del bloque Y tal como se observa en la Figura 2.1 b y c, dónde se ven representadas las zonas calibradas [42, 43].



**Figura 2.1** Bloque Y de 25mm colado en molde de arena a) Bloque Y obtenido b) Esquema del seccionamiento de la zona calibrada c) Zona calibrada para el mecanizado de probetas [42]



**Figura 2.2** Dimensiones de bloque Y [43]

La composición química se determinó empleando un espectrómetro de emisión óptica con excitación por chispa, marca Baird DV6 (Tabla 2.1). Para la caracterización de la microestructura as-cast, muestras metalográficas obtenidas a partir de las zonas calibradas del bloque "Y" se seccionaron e incluyeron en baquelita, para una mejor manipulación. Una vez incluidas, las superficies se desbastaron con lijas al agua desde granulometría 80 a 1000. Posteriormente, se pulieron a espejo con paño, utilizando como abrasivo una suspensión de partículas de alúmina en agua. Se las lavó con alcohol isopropílico y se efectuó un ataque metalográfico utilizando nital al 2% como reactivo químico. Los microconstituyentes, el conteo nodular, nodularidad y tamaños de nódulos (Tabla 2.2) fueron determinados mediante la aplicación de los procedimientos detallados en la Norma ASTM A247 y posteriormente validados mediante la utilización de un microscopio óptico OLYMPUS PMG3 y el software de procesamiento digital de imágenes Image ProPlus, MediaCybernetics. Dichos trabajos se efectuaron en el marco de la tesis doctoral del Dr. Fernandino, y es el material de partida del presente trabajo [42].

**Tabla 2.1** Composición química de la colada (% en peso) [42]

C	Si	Mn	S	P	Mg	Cu	Ni	Cr	CE
3,32	2,36	0,31	0,012	0,016	0,033	0,62	0,025	0,058	4,10

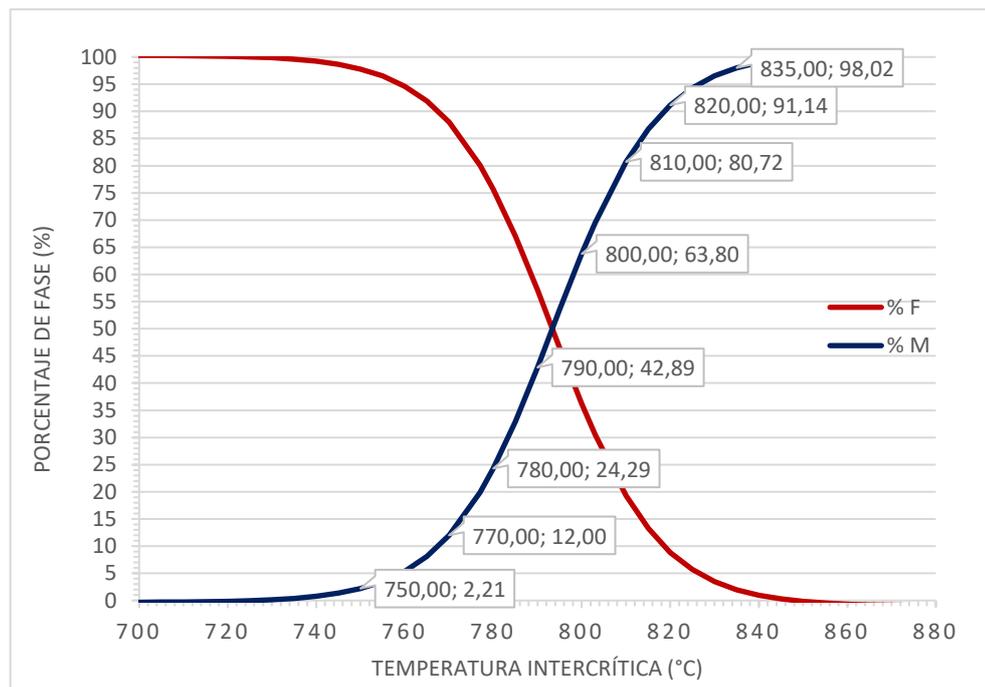
CE: carbono equivalente

**Tabla 2.2** Caracterización de las muestras en Bruto de Colada (ASTM A247) [42]

Conteo nodular [nódulos/mm <sup>2</sup> ]	Nodularidad	Tamaño de nódulo
100	>95%	6

Para finalizar con la caracterización del material de partida requerida para este estudio, es preciso conocer los límites superior e inferior del rango de temperaturas intercrítico, además de los porcentajes de fase esperados en cada punto. Para ello, se determinó el avance de la reacción **ferrita** → **austenita**, durante el calentamiento de muestras ferríticas desde temperatura ambiente hasta distintas temperaturas. Al cabo de cada ciclo de temperatura y tiempo las probetas fueron enfriadas en agua hasta temperatura ambiente y preparadas para su observación metalográfica [44].

Como se mencionó en la *Sección 1.3.2. Intervalo intercrítico*, para la determinación de la  $T_{lower}$  y  $T_{upper}$ , se consideran los puntos en los que se observa 2% y 98% de martensita (austenita templada) respectivamente. En la Figura 2.3 se puede observar el porcentaje de ferrita y martensita para distintas temperaturas que varían desde los 700°C hasta los 880°C [44].



**Figura 2.3** Porcentaje de ferrita (rojo) y martensita (azul) en función de la temperatura intercrítica [44]

En el gráfico, se pueden observar algunos puntos característicos, a partir de los cuales se puede concluir que el rango intercrítico del material se comprende entre las temperaturas  $T_{lower}=750^{\circ}\text{C}$  (2,21% de martensita) y  $T_{upper}=835^{\circ}\text{C}$  (98,02% de martensita). Cabe destacar que, para dichas temperaturas, los porcentajes de ferrita serán de 97,79% y 1,98% respectivamente.

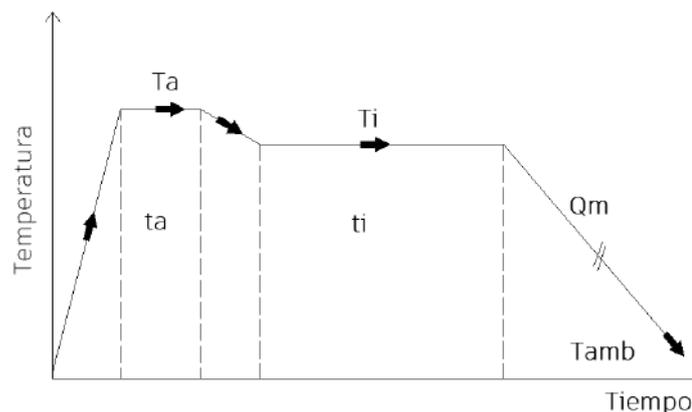
Resulta importante remarcar que los tratamientos térmicos que se proponen en el presente trabajo corresponden a la transformación **austenita** → **ferrita** (enfriamiento), por lo que se espera que los porcentajes de fase obtenidos sean distintos a los reportados en la Figura 2.3. Según se desarrolló en la *Sección 1.3.2. Intervalo intercrítico*, se deberían observar porcentajes de ferrita menores para las mismas temperaturas. En consecuencia, aunque el mantenimiento a las diferentes temperaturas sea prolongado, no se espera lograr aún los porcentajes de fases presentados en la Figura 2.3 [22].

### 2.2.2. Tratamientos térmicos y procesamiento de probetas

Se desarrollaron tratamientos térmicos tendientes a generar una microestructura que permita revelar los límites de grano de la austenita previa a partir de la nucleación y crecimiento de ferrita en los bordes de grano de la austenita. Con este fin, se emplearon probetas de 10x10x40mm seccionadas a partir de las zonas calibradas de los bloques Y de 25 mm, como se esquematiza en la Figura 2.1c. Se debe notar que, en el desarrollo de este trabajo, el término austenita previa deriva de la austenita que se forma en la etapa de austenización, es decir, recristalización de la austenita “as cast”, en estado sólido, durante el ciclo térmico propuesto. Para ello, se debe llevar el material a una temperatura por encima de  $T_{upper}$ .

La metodología propuesta consistió en una primera etapa de exploración, con un austenizado a 920°C por 1 hora, seguido de un tratamiento isotérmico a temperaturas dentro del intervalo intercrítico (entre 750°C y 835°C). Las temperaturas y tiempos de dicho tratamiento isotérmico se variaron para procurar cambios en el porcentaje de ferrita resultante, y determinar una combinación de estas variables que permitan luego una correcta medición y caracterización del tamaño de grano. Una vez finalizado el tiempo de mantenimiento a la temperatura determinada, se procedió a extraer y enfriar las probetas hasta temperatura ambiente. El medio de enfriamiento posterior al austenizado también es una variable a tener en cuenta, por lo que se propuso el uso de agua (temple) y aire (normalizado) a fines de comparación.

Un esquema general de los tratamientos térmicos llevados a cabo se muestra en la Figura 2.4 donde  $T_a$  y  $t_a$  son la temperatura y tiempo de austenizado respectivamente,  $T_i$  y  $t_i$  son la temperatura y tiempo de mantenimiento en el intercrítico y  $Q_m$  es el medio de enfriamiento hasta temperatura ambiente (*Quenching Medium*).



**Figura 2.4** Representación del ciclo de tratamientos térmicos

Realizados los tratamientos térmicos mencionados, se cortaron las probetas con el objetivo de llevarlas a un tamaño compatible con su inclusión en baquelita. Una vez incluidas, las probetas se pulieron. Se utilizaron inicialmente lijas al agua de granulometrías desde 80 hasta 1000, para concluir con el pulido en paño, utilizando una suspensión de partículas de alúmina de  $0,3 \mu\text{m}$  como abrasivo. Luego, se lavaron las probetas con alcohol isopropílico y se efectuó un ataque químico metalográfico con Nital al 2% como reactivo químico. Las observaciones metalográficas se realizaron por medio de microscopía óptica usando un microscopio Leica DMI3000 M y las fotografías se obtuvieron por medio de una cámara Leica MC120HD adosada al microscopio.

### 2.2.3. Medición del tamaño de grano austenítico

Una vez que se logró obtener una delimitación del grano austenítico, se procedió a medir el TG, referenciando la norma ASTM E 112-96e3 [41]. El método de medición desarrollado en el presente trabajo es de carácter manual, aunque resultaría factible en un futuro desarrollar un método automático de procesamiento digital de imágenes. A continuación, se describe la metodología utilizada.

En principio, se demarcó el borde de grano de la austenita previa (donde sea visible la ferrita), realizando un primer procesamiento de la imagen (Image-Pro Plus) y luego una segmentación por medio de la utilización de capas (*layers*). De esta manera, es posible aislar los bordes de grano delimitados de los demás elementos de la microestructura. Cabe aclarar que sólo se remarcaron las zonas con ferrita visible, es decir, en ningún caso se completaron totalmente los BG.

Luego, resulta necesario escoger el método de medición del TG. Para ello, se propone explorar los métodos presentados en la norma ASTM E 112-96, los cuales ya fueron descritos parcialmente en el primer capítulo. Dichos métodos son los procedimientos de comparación, planimétrico y de intercepción (o intersección).

Para escoger el método más adecuado se deben tener en cuenta las limitaciones que podrían existir en las microestructuras resultantes. Una de ellas es el hecho de que la totalidad de los granos no esté delimitada. En estos casos, se considera que el método planimétrico (que consiste en el conteo del número de granos dentro de un área específica) podría ser muy sensible al error de interpretación de los bordes de grano que no están suficientemente delimitados, ya que no es posible saber exactamente el número de granos en una zona.

Por otro lado, para escoger entre el uso de los procedimientos de comparación e intercepción, se tuvo en cuenta que, según la norma, en caso de disputa el procedimiento de intercepción debe ser la referencia. Por ello se decide seleccionar el método de intercepción (o intersección), debido a la precisión y efectividad.

Es preciso distinguir ahora entre una **intercepción** y una **intersección**. Una intercepción es un segmento de una línea de prueba que está en superposición con un grano, mientras que una intersección es un punto donde una línea de prueba es cortada por un límite de grano. En los métodos que se detallarán a continuación, se pueden contar tanto intercepciones como intersecciones. Sin embargo, se decidió contar **intersecciones** debido a que, en el caso en que los límites de grano de la austenita previa no estén completamente delimitados, el número de granos (y por lo tanto el número de intercepciones) no podrían determinarse claramente. En cambio, los límites visibles harían posible la medición por intersecciones. Por otro lado, este último método es también más sencillo, debido a que solo se debe analizar si el arreglo de líneas cruza la ferrita nucleada.

De lo anterior, la propuesta es analizar los métodos de intersección lineal y circular. En ambos casos, el objetivo es el mismo. Se cuentan las intersecciones entre ya sea rectas o círculos y los límites de grano, para luego calcular la longitud media de intersección. Las relaciones entre estas variables son:

$$\bar{P}_L = \frac{P_i}{L/M} \quad (2.1)$$

$$\bar{l} = \frac{1}{\bar{P}_L} \quad (2.2)$$

Donde:

- $\bar{P}_L$  es el número de intersecciones de borde de grano por unidad de longitud de la línea de prueba
- $P_i$  es el número de intersecciones contados
- $L$  es la longitud total de la línea de prueba

- M es la magnificación
- $\bar{l}$  es la longitud media de intersección/intercepción (o valor medio de intercepción lineal)

Una vez que se tiene el valor de la longitud media, es posible calcular el número de tamaño de grano ASTM, G, como:

$$G = -3,2877 - 6,6439 \log_{10} \bar{l} \quad (2.3)$$

También puede ser calculado como:

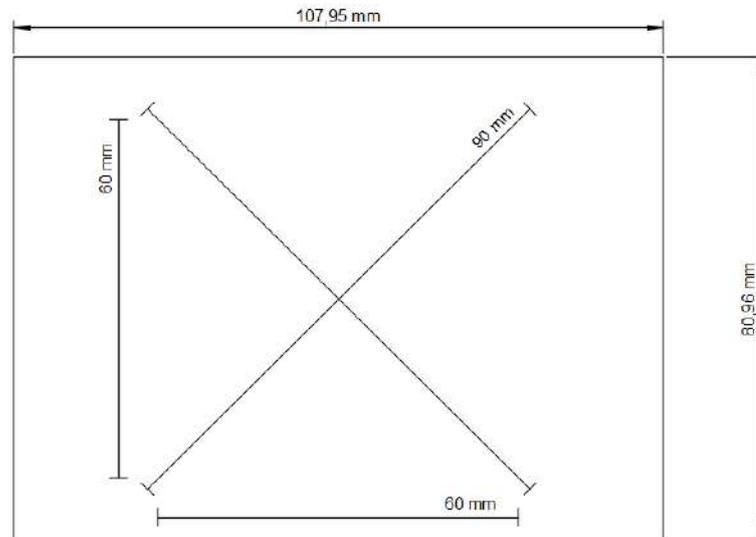
$$G = -3,2877 + 2 \log_2 \bar{P}_L \quad (2.4)$$

### **Procedimiento de intersección lineal de Heyn**

El método lineal utilizado es el “**procedimiento de intersección lineal de Heyn**”. Este consiste en estimar el TG promedio por medio del conteo del número de granos interceptados o el número de límites de grano intersecados por una o más líneas rectas, con una longitud suficiente para que se obtengan al menos 50 intersecciones. Algunos puntos para tener en cuenta de este método son:

- Se debe realizar el proceso en 3 a 5 zonas distintas, escogidas al azar y ampliamente separadas para obtener un promedio razonable en la muestra a analizar.
- Cuando se cuentan intersecciones, los extremos de una línea de prueba **no** son intersecciones, y no se deben contar a menos que el extremo parezca caer exactamente en un límite de grano, en cuyo caso se contará como  $\frac{1}{2}$  intersección.
- Una intersección tangencial con un límite de grano debe contarse como una intersección.
- Una intersección que aparentemente coincide con la juntura de 3 granos debe contarse como  $1 \frac{1}{2}$ .
- Los efectos de una desviación moderada de una estructura equiaxial pueden ser eliminados utilizando arreglos con líneas en 4 o más direcciones. La forma del arreglo no es crítica, siempre que todas las porciones del campo se midan con aproximadamente el mismo peso. Un arreglo con todas las líneas radiando desde un punto común no es por lo tanto adecuado. El número de intersecciones se debe contar para todo el arreglo, luego obteniéndose valores de  $\bar{P}_L$  y  $\bar{l}$ , determinados para cada arreglo como un todo.

Para un conteo de 50 intersecciones, se utilizó una magnificación de x100. Con esto en cuenta, y basándose en la norma, se propuso un arreglo de líneas (ver Figura 2.5) que luego fue superpuesto a las micrografías para realizar el conteo de intersecciones.



**Figura 2.5** Arreglo correspondiente al procedimiento de intersección lineal de Heyn

### Procedimientos de intersección circulares

Por otro lado, se analizan también los “**procedimientos de intersección circulares**” cuyo uso fue defendido por sobre el lineal por Underwood, Hilliard y Abrams [41]. Los arreglos circulares compensan automáticamente la desviación de estructuras equiaxiales, sin pesar más ciertas zonas que otras. En dichos métodos, también se debe realizar el mismo proceso en aproximadamente 5 zonas distintas para llegar a un valor de precisión aceptable.

Dentro de los métodos circulares existen distintas variantes. Una de ellas es el “**procedimiento de Hilliard de un círculo único**” en el cual se puede utilizar cualquier círculo de circunferencia conocida, teniendo en cuenta que el diámetro nunca debe ser más chico que el grano más grande observado. Hilliard recomienda condiciones de prueba que produzcan 35 intersecciones por círculo.

Por otro lado, existe el “**procedimiento de Abrams de tres círculos**”, en el cual el patrón utilizado consiste en 3 círculos concéntricos e igualmente espaciados con una circunferencia total de 500 mm (entre los 3 círculos). Se deben dar las condiciones para que, en cada ubicación del arreglo, se cuenten de 40 a 100 intersecciones o intersecciones. La magnificación ideal es aquella que rinde 100 conteos por arreglo. Sin embargo, mientras el conteo aumenta los errores al contar se vuelven más probables. Para evitar dichos errores, se marcaron las intersecciones a medida que fueron contadas, por lo que un conteo algo mayor a 100 puede ser aceptado.

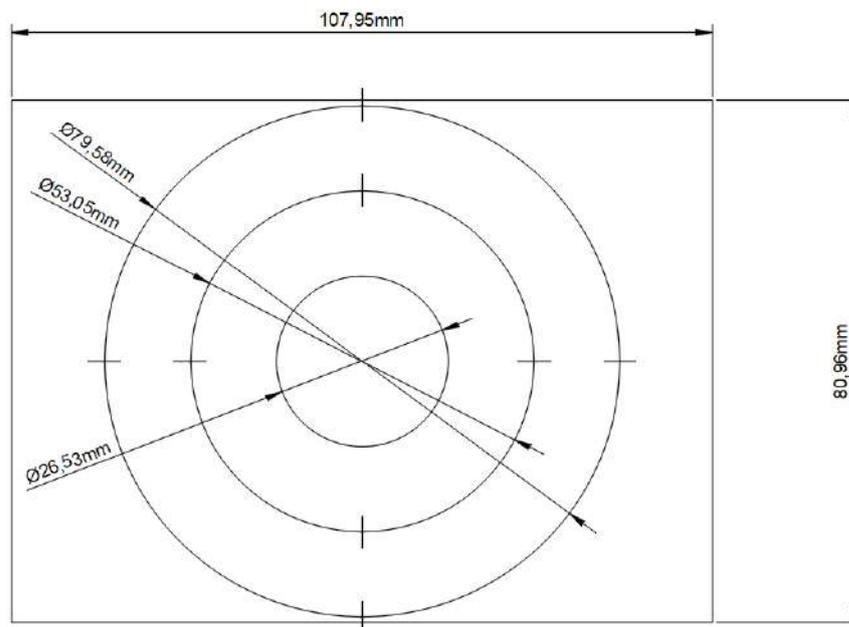
Para que la circunferencia total sea de 500 mm, los diámetros de los círculos deben ser los siguientes:

$$D_1 = 79,58 \text{ mm}$$

$$D_2 = 53,05 \text{ mm}$$

$$D_3 = 26,53 \text{ mm}$$

Dada la cantidad de intersecciones necesarias para tener una medida precisa del TG, se decidió analizar sólo el procedimiento de 3 círculos de Abrams, dado que este resulta en un mayor conteo en una misma área, en comparación al método de 1 círculo de Hilliard. Nuevamente, se utilizó una magnificación de x100 para realizar la medición. El arreglo que se superpuso a las micrografías se observa en la Figura 2.6.



**Figura 2.6** Arreglo correspondiente al procedimiento de Abrams de 3 círculos

Como se mencionó anteriormente, a la hora de remarcar el grano sólo se consideran las zonas con ferrita visible (no se completan granos incompletos). En consecuencia, y con el objetivo de no introducir errores humanos en el proceso de cuantificación, al momento de contar intersecciones sólo se contemplan aquellos límites claramente remarcados. Sin embargo, se debe tener en cuenta que esto conlleva a que no se cuenten algunas intersecciones que podrían existir, resultando en un conteo menor, el cual debe ser contemplado como una sobreestimación del TG.

## 2.3. Resultados y discusiones

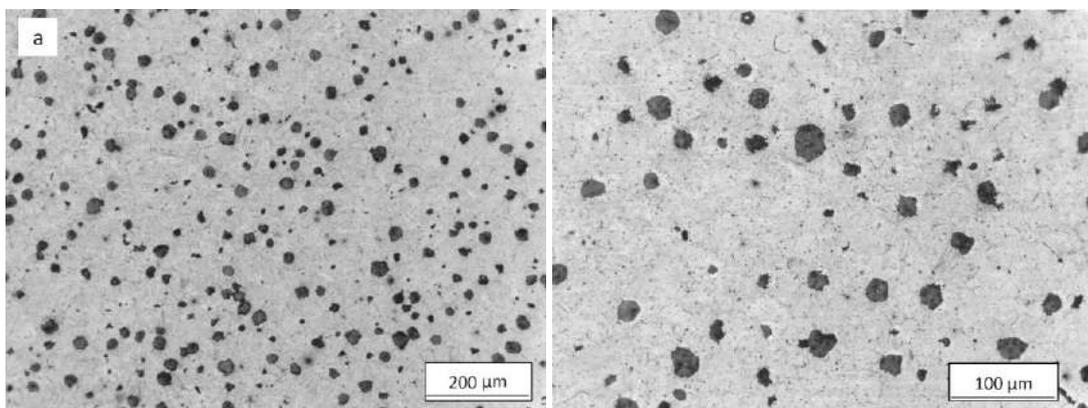
### 2.3.1. Tratamientos térmicos

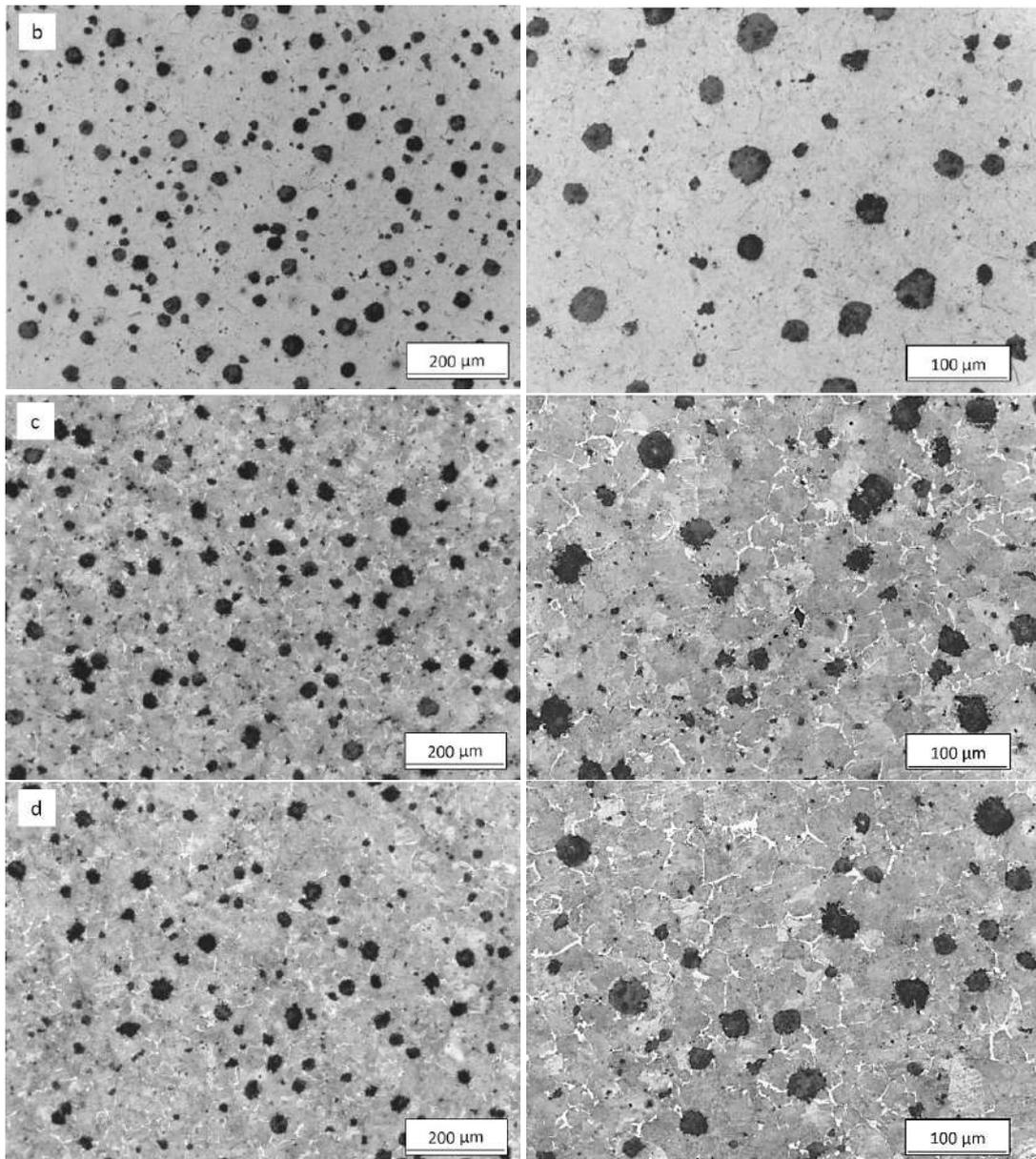
Siguiendo el esquema observado anteriormente en la Figura 2.4, se propusieron los ciclos térmicos que se listan en la Tabla 2.3. Las temperaturas intercríticas escogidas, corresponden a porcentajes de ferrita de 36,2% (800°C), 57,1% (790°C) y 75,7% (780°C) según el gráfico obtenido de la transformación **ferrita** → **austenita** (Ver Figura 2.2). Como ya se mencionó, se espera que estos porcentajes sean menores para la transformación **austenita** → **ferrita**.

**Tabla 2.3** Ciclos de tratamientos térmicos

	Ta [°C]	ta [h]	Ti [°C]	ti [h]	Qm
Ciclo 1	920	1	800	17	Agua
Ciclo 2	920	1	800	23	Agua
Ciclo 3	920	1	800	17	Aire
Ciclo 4	920	1	800	23	Aire
Ciclo 5	920	1	790	20	Agua
Ciclo 6	920	1	790	20	Aire
Ciclo 7	920	1	790	1	Aire
Ciclo 8	920	1	790	5	Aire
Ciclo 9	920	1	780	1	Aire
Ciclo 10	920	1	780	5	Aire

En la Figura 2.7 se observan las microestructuras obtenidas luego de realizar los ciclos 1 a 4 (Ver Tabla 2.3). En estos ciclos, la temperatura intercrítica es de 800°C, la cual según información del intervalo intercrítico determinado convencionalmente desde una matriz ferrítica como microestructura de partida, corresponde a un porcentaje de ferrita del 36,2%.





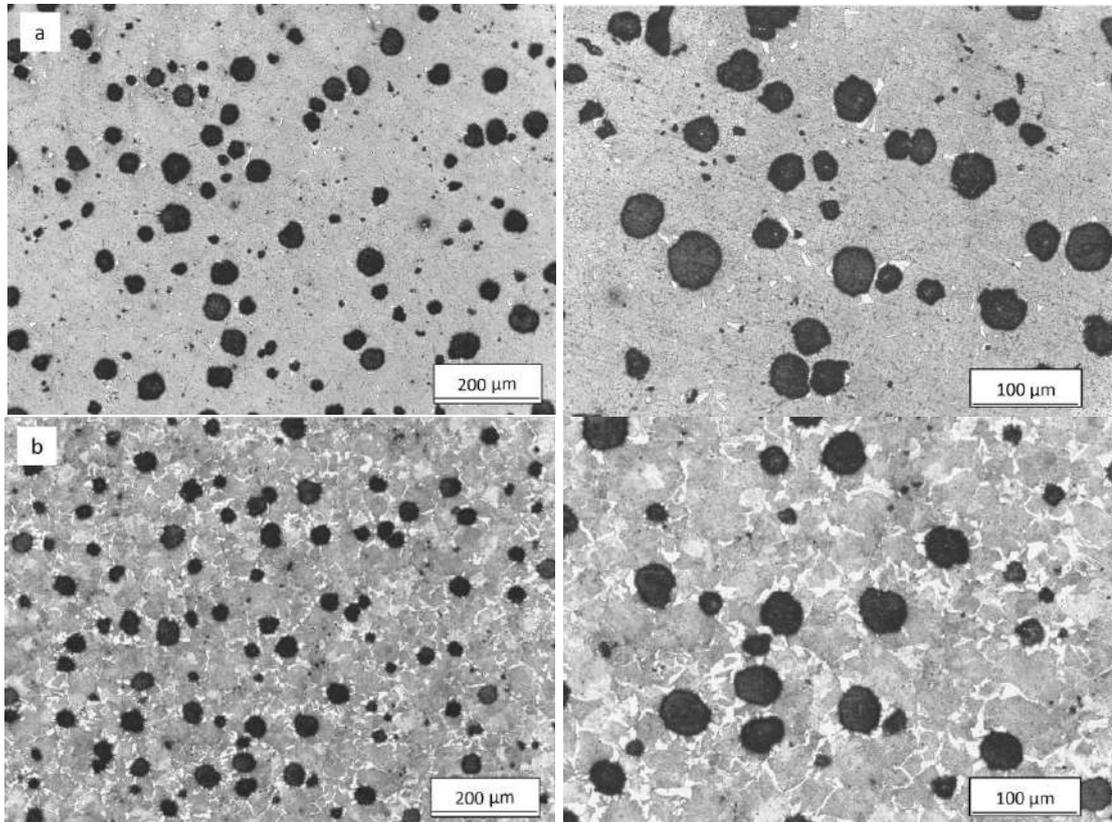
**Figura 2.7** Microestructura de probetas tratadas según los ciclos de tratamientos térmicos 1 a 4. a) Ciclo 1, b) ciclo 2, c) ciclo 3, d) ciclo 4

Las Figuras 2.7 a y b, (probetas enfriadas en agua hasta temperatura ambiente), no muestran presencia de ferrita (fase blanca). Esto se puede deber a distintas causas. En primer lugar, es posible que haya nucleado ferrita, pero en una cantidad no apreciable por medio del microscopio óptico. Por otro lado, también es posible que, a 800°C, sólo 35°C por debajo de la temperatura crítica superior (835°C), no exista suficiente fuerza impulsora para la nucleación de ferrita.

En cambio, las Figuras 2.7 c y d presentan ferrita, observándose una demarcación de BG de la austenita previa. Es posible que ésta haya nucleado y crecido durante el enfriamiento en aire, cuando las muestras atraviesan el intervalo intercrítico de manera más lenta que en el caso de las Figuras 2.7 a y b (enfriamiento en agua), o

aún a temperaturas por debajo de la crítica inferior. De cualquier manera, la presencia de ferrita en BG es auspiciosa, ya que es lo que se desea obtener.

En la Figura 2.8 se observan las microestructuras obtenidas luego de los ciclos 5 a 6 (ver Tabla 2.3).



**Figura 2.8** Microestructura de probetas tratadas según los ciclos de tratamientos térmicos 5 y 6. a) Ciclo 5, b) ciclo 6

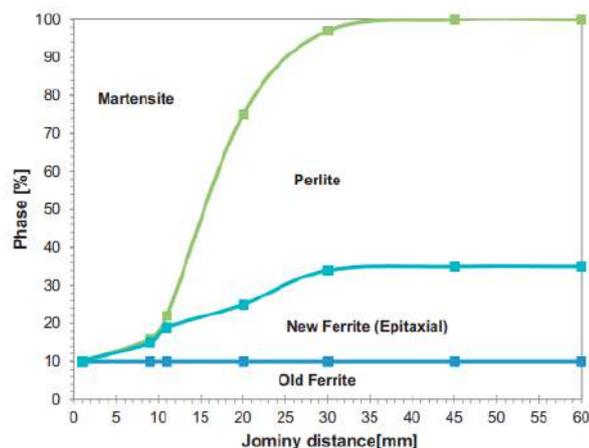
Observando comparativamente las microestructuras de las probetas mantenidas a temperaturas intercríticas de 800°C y 790°C, Figuras 2.7 y 2.8 respectivamente, pueden surgir ciertas discusiones.

En primer lugar, se observa que, para una misma temperatura intercrítica y un mismo medio de enfriamiento, aumentando el tiempo de mantenimiento aumenta también la cantidad de ferrita en los bordes de grano. En la probeta mantenida a 800°C por 17 h y enfriada en aire, se observa una menor delimitación que en la mantenida por 23 h y enfriada en aire (Figura 2.7 c y d).

Por otro lado, se observa que hay una clara diferencia en la cantidad de ferrita cuando se disminuye la temperatura del período isotérmico dentro del intervalo intercrítico. A tiempos similares (23 h y 20 h) la presencia de ferrita en la probeta de 790°C es visiblemente mayor que en la de 800°C. Esto es consistente con la curva de transformación de la ferrita a austenita en el intervalo intercrítico y significa que, si se

disminuye la temperatura intercrítica, los tiempos de mantenimientos también podrían acortarse, permitiendo así acortar los tratamientos térmicos.

Por último, se aprecia una gran diferencia entre las probetas enfriadas en aire y en agua. Cuando se utilizó aire como medio de enfriamiento la cantidad de ferrita observada fue mucho mayor en ambos casos (temperaturas intercríticas de 800°C y 790°C). Este fenómeno fue observado también en trabajos anteriores, en los cuales se desarrollaron ensayos Jominy sobre muestras de FE austenizadas parcialmente (a temperaturas dentro del intervalo intercrítico) con el fin de evaluar la cinética de transformación de la austenita en microestructuras compuestas por una matriz metálica ferrítica-austenítica. Los resultados evidenciaron un incremento del contenido de ferrita a medida que disminuye la velocidad de enfriamiento, el cual fue atribuido al crecimiento epitaxial de una denominada “nueva ferrita” (*new ferrite*) a partir de la ferrita previamente formada en el intercrítico llamada “vieja ferrita” (*old ferrite*) [45]. Al realizar un enfriamiento más lento, por lo tanto, es posible que el contenido de ferrita aumente a partir de la ferrita nucleada en el intercrítico. En la Figura 2.9 se puede observar la evolución microestructural en función de la velocidad de enfriamiento.

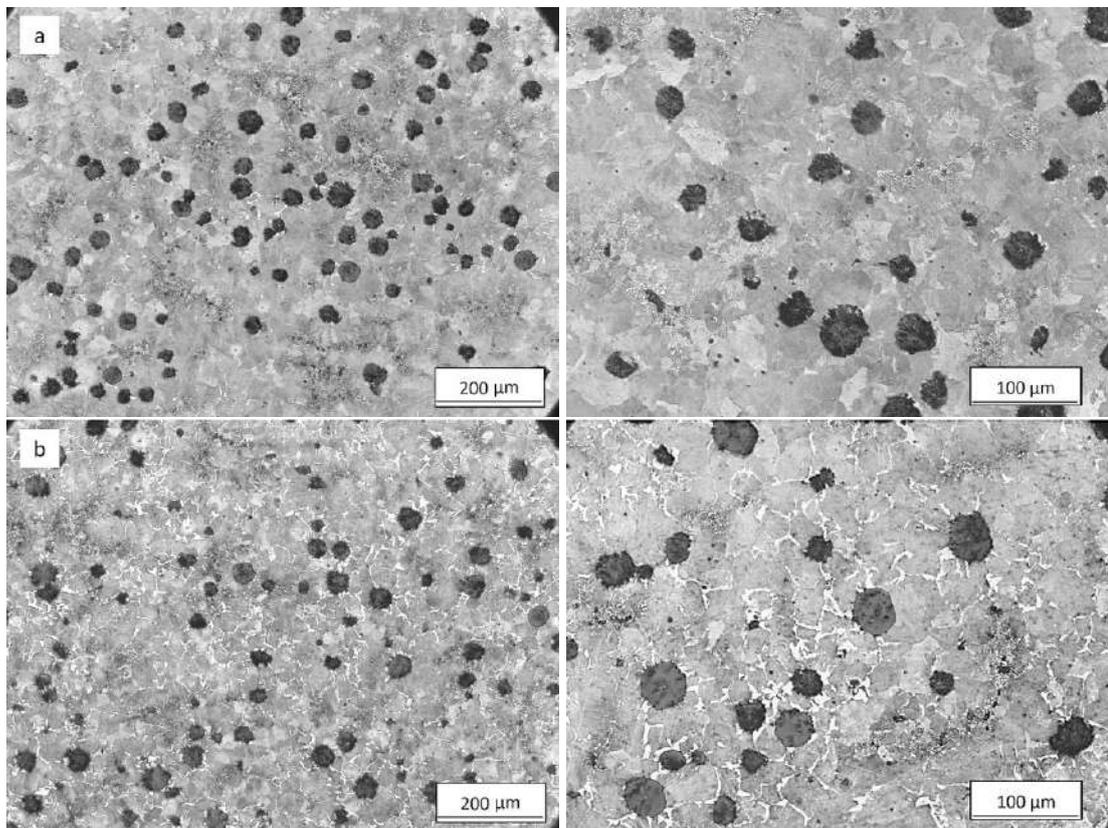


**Figura 2.9** Porcentaje de fases en función de la distancia Jominy [45]

Considerando lo expresado en los párrafos anteriores, los siguientes ciclos de tratamientos térmicos fueron realizados a temperaturas de austenizado menores a 800°C, en muestras enfriadas en aire.

En la Figura 2.10 se observan las microestructuras obtenidas luego de realizar los ciclos 7 y 8 (ver Tabla 2.3), los cuales corresponden a una temperatura intercrítica de 790°C. Se observa, en principio, que efectivamente, manteniendo las probetas a una temperatura de 790°C, los tiempos necesarios son menores que si la temperatura fuese de 800°C. Con un mantenimiento de 1 hora a 790°C (Figura 2.10 a), no se observa una precipitación significativa de ferrita. En cambio, cuando el tiempo en el

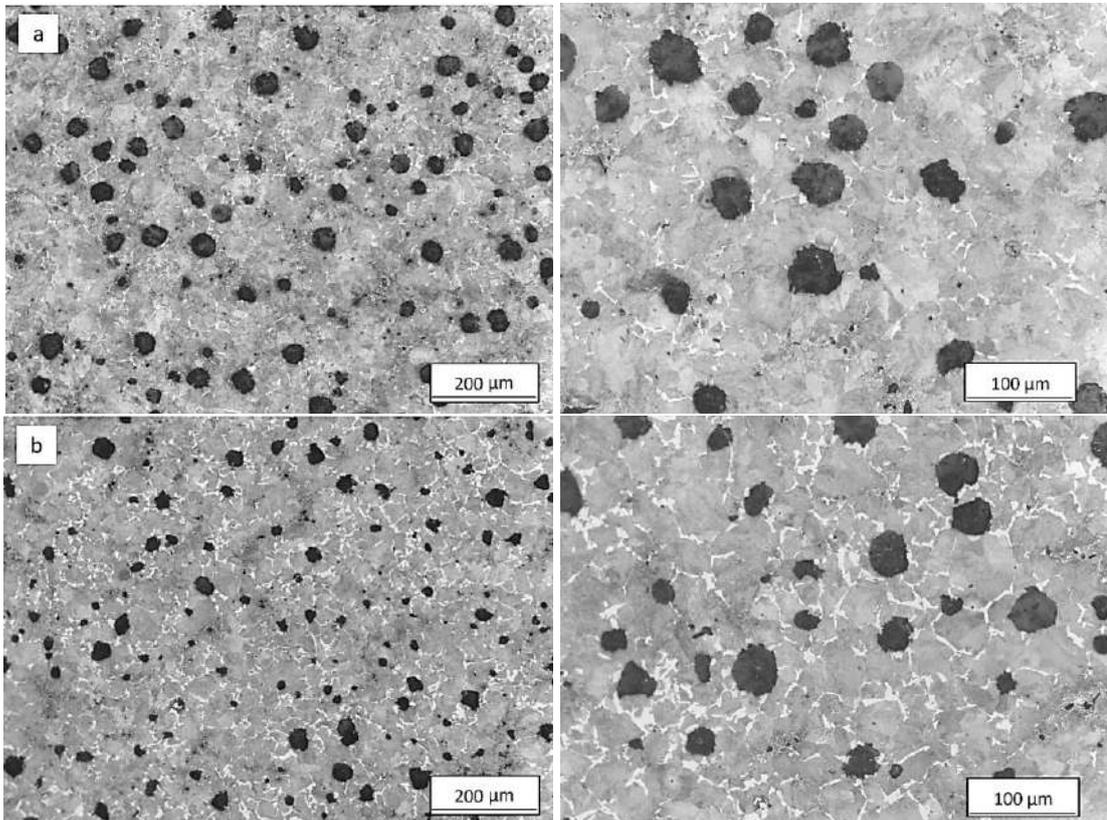
intervalo intercrítico es de 5 horas (Figura 2.10 b), se observa una delimitación de grano similar a aquella observada para 800°C y 23 horas.



**Figura 2.10** Microestructura de probetas tratadas según los ciclos de tratamientos térmicos 7 y 8. a) Ciclo 7, b) ciclo 8

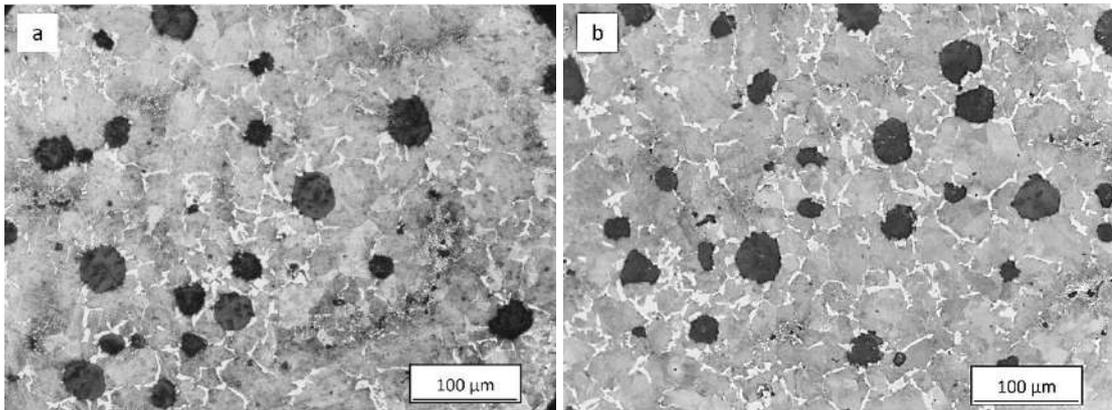
En esta etapa del estudio, no se puede definir con claridad los motivos del incremento de ferrita con el tiempo de mantenimiento intercrítico a 790°C. Por una parte, podría especularse que el mayor tiempo de mantenimiento permite la nucleación y crecimiento de ferrita. Sin embargo, los experimentos anteriores de interrupción de los períodos isotérmicos por temple (enfriamiento en agua), no mostraron crecimiento de ferrita, lo que parecería invalidar esta especulación. Una segunda alternativa sería que durante la etapa isotérmica se verifique una nucleación de ferrita con escaso o nulo crecimiento, lo que daría lugar a un crecimiento más notable de la ferrita alrededor de esos núcleos durante el enfriamiento posterior, contorneando así el grano. Por último, podría especularse que durante el proceso isotérmico se produce precipitación (crecimiento) de grafito, disminuyendo así el contenido de carbono de la austenita, lo que causaría un corrimiento de las curvas de transformación (TTT) hacia menores tiempos, posibilitando así la precipitación de ferrita durante el enfriamiento posterior. La dilucidación clara del mecanismo que gobierna la precipitación de ferrita está más allá de los objetivos del presente estudio. No obstante, este hecho no invalida la técnica experimental desarrollada.

Se decidió realizar el proceso una vez más, pero empleando una temperatura intercrítica menor, para así poder determinar el método más adecuado para la delimitación del grano austenítico. En la Figura 2.11 se observan las microestructuras obtenidas luego de realizar los ciclos 9 y 10 (ver Tabla 2.3), en los cuales la temperatura intercrítica es de 780°C.



**Figura 2.11** Microestructura de probetas tratadas según los ciclos de tratamientos térmicos 9 y 10. a) Ciclo 9, b) ciclo 10

Observando las microestructuras, se concluye que la probeta que fue mantenida por 5 horas a 780°C (Figura 2.11 b) presenta granos más delimitados que aquella que fue mantenida por 1 hora (Figura 2.11 a). Se procede ahora a comparar las microestructuras de las probetas de 780°C-5hs (ciclo 10) y 790°C-5hs (ciclo 8), las cuales pueden ser observadas en la Figura 2.12.



**Figura 2.12** Micrografías de las probetas mantenidas por 5 h a distintas temperaturas intercríticas. a) 790°C, b) 780°C

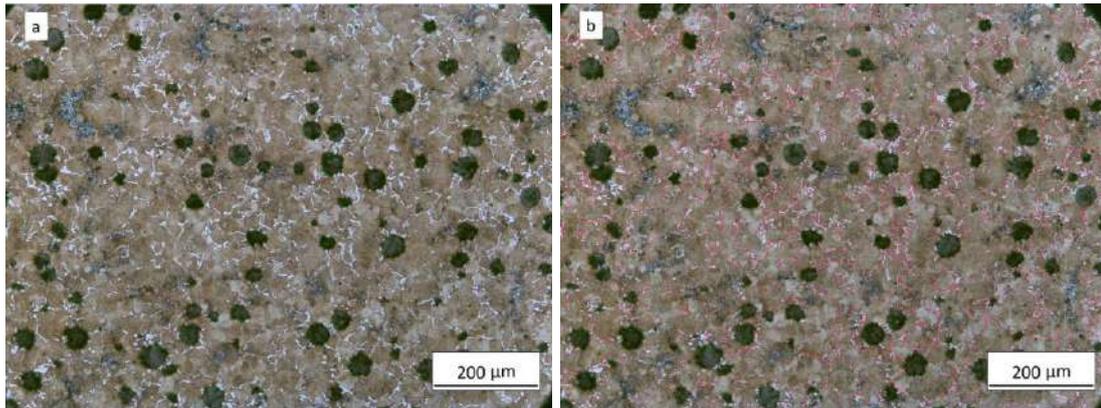
A simple vista, se observa un grano más delimitado en el caso en que la temperatura del intercrítico fue de 780°C, sin embargo, para escoger el método adecuado de delimitación, el siguiente paso es comparar el proceso de medición del TG de las probetas.

### **2.3.2. Medición del tamaño de grano austenítico**

En la sección anterior, se realizaron una serie de tratamientos térmicos con el objetivo de encontrar el mejor método para delimitar el grano de la austenita previa. Para poder escoger un proceso que dé como resultado una microestructura con el límite de grano suficientemente marcado, se debe pensar en la siguiente etapa: su medición y caracterización.

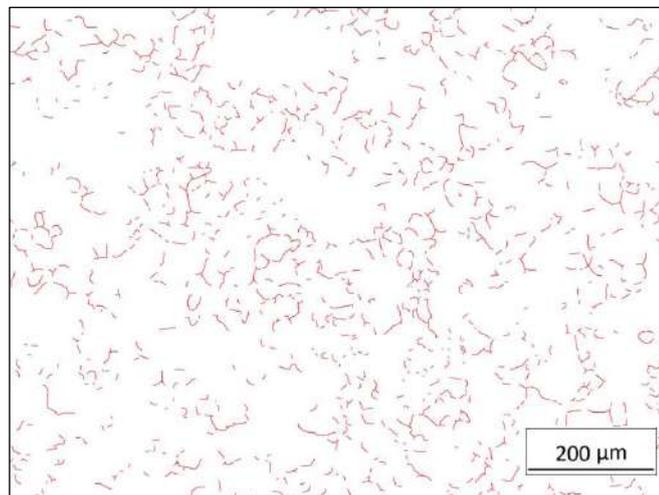
En principio, a modo de comparación, se escogieron aquellos tratamientos térmicos que produjeron mejores resultados. Con este objetivo, se comparan las microestructuras de las probetas correspondientes a los ciclos 8 a 10 (790°C por 5 horas y 780°C por 1 y 5 horas). Las demás probetas, por presentar microestructuras sin suficiente ferrita, no son tenidas en cuenta en esta sección.

En la Figura 2.13a se puede observar la micrografía de la probeta tratada térmicamente según el ciclo 8. En la imagen a la derecha (Figura 2.13 b) se observa la misma micrografía con los límites de grano remarcados en rojo.



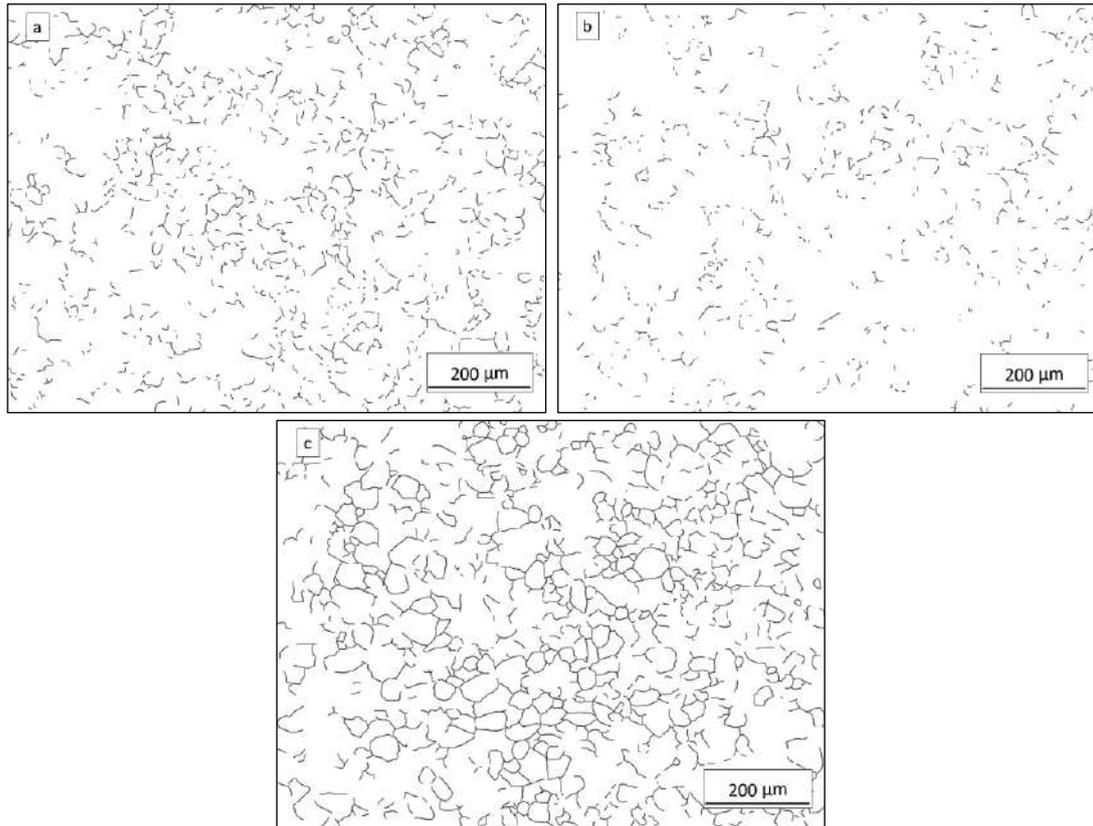
**Figura 2.13** a) Microestructura de la probeta tratada según el ciclo 8 y b) misma microestructura con límites de grano austeníticos remarcados en rojo

Para que la observación sea más clara, se aísla la capa del grano delimitado. Esto puede ser observado en la Figura 2.14.



**Figura 2.14** Límites de grano remarcados sobre la microestructura de la probeta tratada térmicamente según el ciclo 8

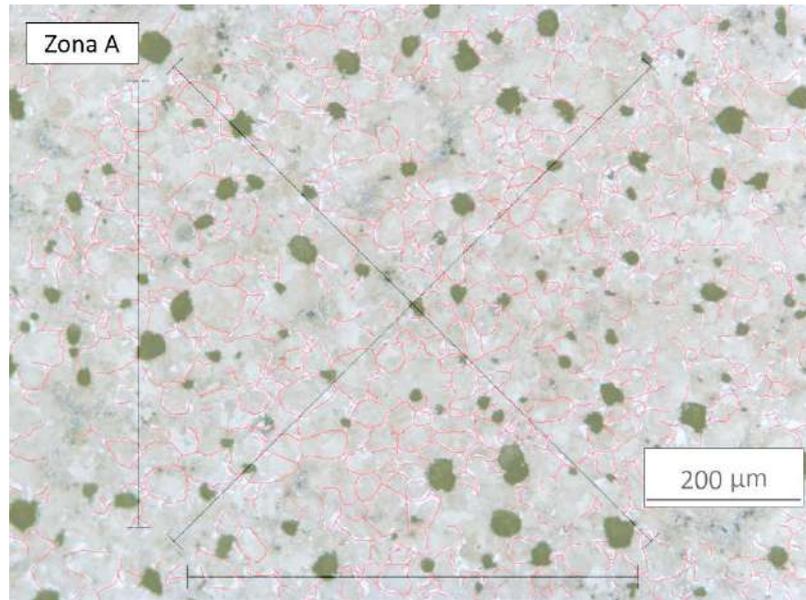
Este mismo proceso se realizó para el resto de las probetas mencionadas. Una vez que se tienen los bordes de grano delimitados y aislados, se pueden comparar las imágenes correspondientes a cada una de las probetas (ver Figura 2.15). Se debe tener en cuenta que se busca que la medición del grano (a partir del método que se escogerá más adelante en esta misma sección) sea lo más sencilla, precisa y clara posible.



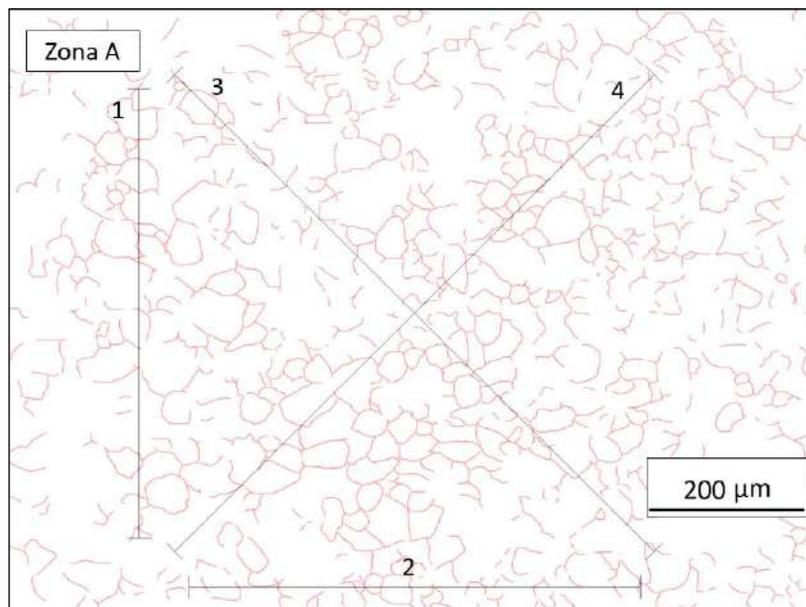
**Figura 2.15** Comparación de delimitación de grano en probetas tratadas los ciclos 8 a 10. a) Ciclo 8, b) ciclo 9, c) ciclo 10

Observando las imágenes anteriores, se puede concluir que la probeta que fue llevada a una temperatura de 780°C por 5 horas es la que presenta mejores resultados (Figura 2.15 c). Aunque no todos los granos estén completamente delimitados, sí lo están en un gran porcentaje. Probar con un tiempo más elevado de mantenimiento engrosaría demasiado la ferrita, hasta el punto en que la medición del TG no sería clara. Por otro lado, tiempos más bajos no presentan una delimitación tan marcada. Es por ello que se escoge la temperatura de 780°C con un mantenimiento de 5 horas (ciclo 10) como el método óptimo para la observación del límite de grano de la austenita previa para el material utilizado.

En la Figura 2.16, se observa la superposición del arreglo escogido para llevar a cabo el **procedimiento de intersección lineal de Heyn** (ver la *Sección 2.2.3. Medición del tamaño de grano austenítico*) con la micrografía de la probeta correspondiente al ciclo 10. Dicha micrografía se obtuvo de una sección de la probeta que se denominará “Zona A”.



**Figura 2.16** Superposición de la plantilla del procedimiento de intersección lineal de Heyn y la micrografía de la probeta tratada térmicamente según el ciclo 10

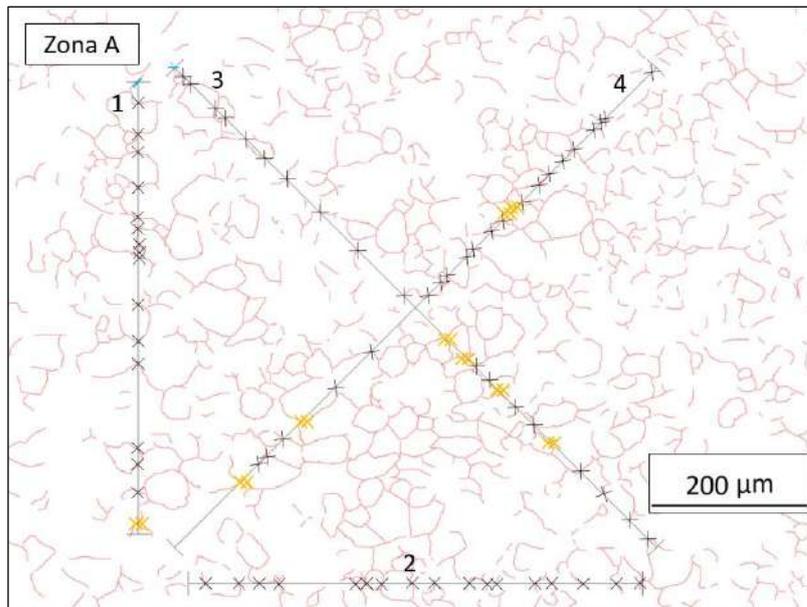


**Figura 2.17** Superposición de la plantilla del procedimiento de intersección lineal de Heyn y los BG remarcados de la probeta tratada térmicamente según el ciclo 10

Se puede observar en la Figura 2.17 que las líneas rectas están numeradas. Esto se hizo para luego poder dividir el conteo para cada recta. En la Figura 2.19 se observan las intersecciones marcadas, donde:



**Figura 2.18** Marcadores de intersecciones y su significado



**Figura 2.19** Conteo de intersecciones de probeta tratada térmicamente según el ciclo 10

La cantidad de intersecciones para cada línea se plasma en la Tabla 2.4 (junto con la longitud de las rectas). Luego, se utilizó el conteo y la longitud totales para calcular los parámetros correspondientes.

**Tabla 2.4** Número de intersecciones por la línea de prueba

Zona A		
Línea	Pi	L [mm]
L1	17	60
L2	17	60
L3	24,5	90
L4	27	90
<b>Total</b>	<b>85,5</b>	<b>300</b>

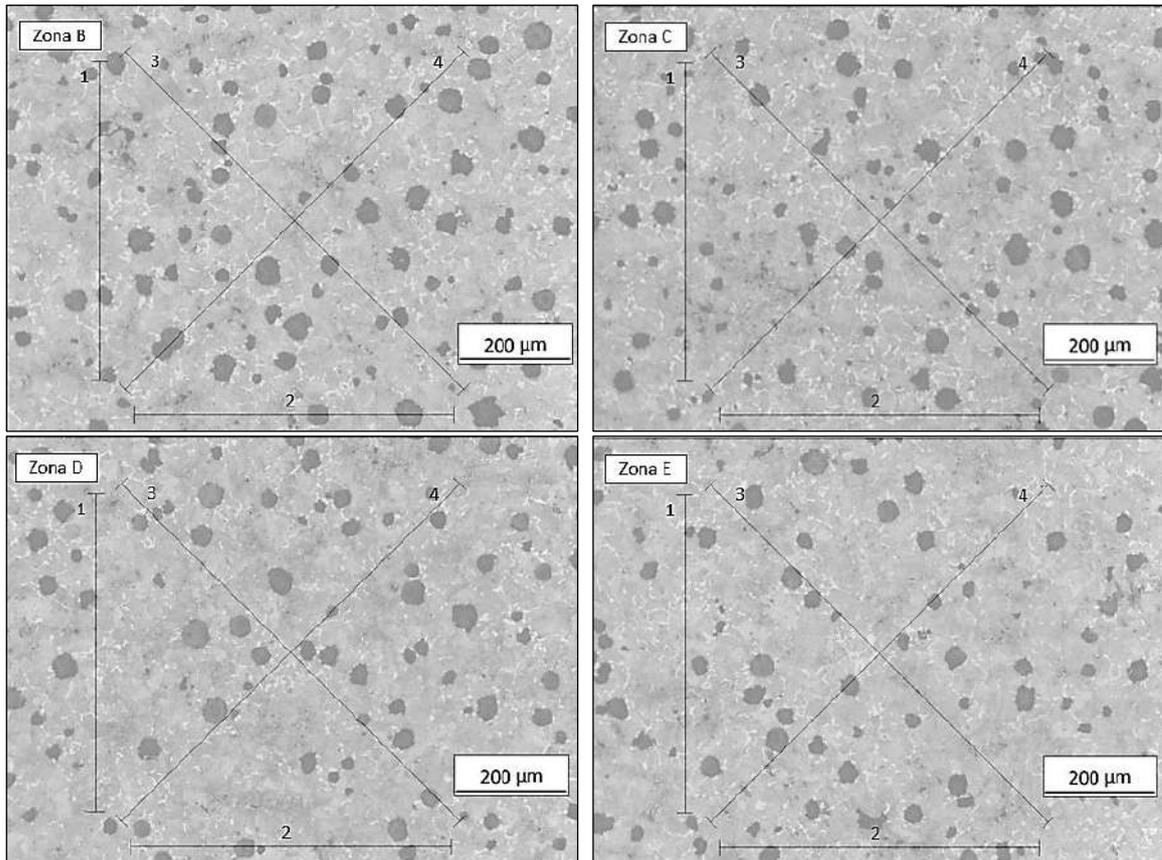
Se calculó el número de intersecciones de borde de grano por unidad de longitud de la línea de prueba de la Zona A, a partir de la ecuación 2.1.:

$$\overline{P_{LA}} = \frac{P_{iA}}{L/M} = \frac{85,5 \text{ [intersecciones]}}{300 \text{ [mm]}/100} = 28,5 \text{ intersecciones/mm}$$

La longitud media de intersección se obtuvo a partir de la ecuación 2.2.:

$$\bar{l}_A = \frac{1}{P_{L,A}} = 0,03509 \text{ mm}$$

Este proceso se realizó en 5 zonas de la probeta distintas, siendo las micrografías de las distintas áreas las que se observan en la Figura 2.20.



**Figura 2.20** Superposición de la plantilla del procedimiento de intersección lineal de Heyn y la micrografía de las zonas B a E

Se llevó a cabo el conteo para cada línea de cada zona, y se calcularon los parámetros correspondientes. Estos valores se plasmaron en la Tabla 2.5.

**Tabla 2.5** Cantidad de intersecciones y valores de  $\overline{P_L}$  y  $\overline{l}$  calculados para cada zona de prueba

	Línea	Pi [int]	L [mm]	$\overline{P_L}$ [int/mm]	$\overline{l}$ [mm]
Zona A	L1	17	60		
	L2	17	60		
	L3	24,5	90		
	L4	27	90		
	<b>Total</b>	<b>85,5</b>	<b>300</b>	<b>28,50</b>	<b>0,03509</b>
Zona B	L1	19	60		
	L2	13	60		
	L3	27,5	90		
	L4	25	90		
	<b>Total</b>	<b>84,5</b>	<b>300</b>	<b>28,17</b>	<b>0,03550</b>
Zona C	L1	21	60		
	L2	19,5	60		
	L3	22	90		
	L4	27	90		
	<b>Total</b>	<b>89,5</b>	<b>300</b>	<b>29,83</b>	<b>0,03352</b>
Zonda D	L1	21,5	60		
	L2	15	60		
	L3	28	90		
	L4	30	90		
	<b>Total</b>	<b>94,5</b>	<b>300</b>	<b>31,50</b>	<b>0,03175</b>
Zona E	L1	18	60		
	L2	21,5	60		
	L3	22	90		
	L4	26	90		
	<b>Total</b>	<b>87,5</b>	<b>300</b>	<b>29,17</b>	<b>0,03429</b>

Una vez que se calcularon los valores del número de intersecciones de borde de grano por unidad de longitud de la línea de prueba ( $\overline{P_L}$ ) y de longitud media de intersección ( $\overline{l}$ ) para cada zona, se obtuvieron los parámetros medios como se observa a continuación:

$$\overline{P_{L\text{ medio}}} = \frac{\overline{P_{LA}} + \overline{P_{LB}} + \overline{P_{LC}} + \overline{P_{LD}} + \overline{P_{LE}}}{5} = 29,43 \text{ intersecciones/mm}$$

$$\overline{l_{\text{ medio}}} = \frac{\overline{l_A} + \overline{l_B} + \overline{l_C} + \overline{l_D} + \overline{l_E}}{5} = 0,03403 \text{ mm}$$

Antes de calcular el número de tamaño de grano ASTM, se debió verificar que la precisión de los valores sea aceptable. Para ello, debe asegurarse que la precisión relativa porcentual (%RA) sea menor a un 10%. El proceso para llegar a este valor se detalla en el *Anexo I: Análisis estadístico de la medición del tamaño de grano*. Para el

procedimiento de intersección lineal de Heyn, el valor obtenido para la precisión relativa porcentual es de un 5,57% en la medición de  $\overline{P}_L$  y de 5,42% en la medición de  $\overline{l}$ . Dado que estos valores son menores al 10% requerido, se procedió con el cálculo del número de tamaño de grano ASTM (G), por medio de las ecuaciones obtenidas de la norma (Ecuaciones 2.3. y 2.4):

$$G = -3,2877 - 6,6439 \log_{10} \overline{l} = 6,4666$$

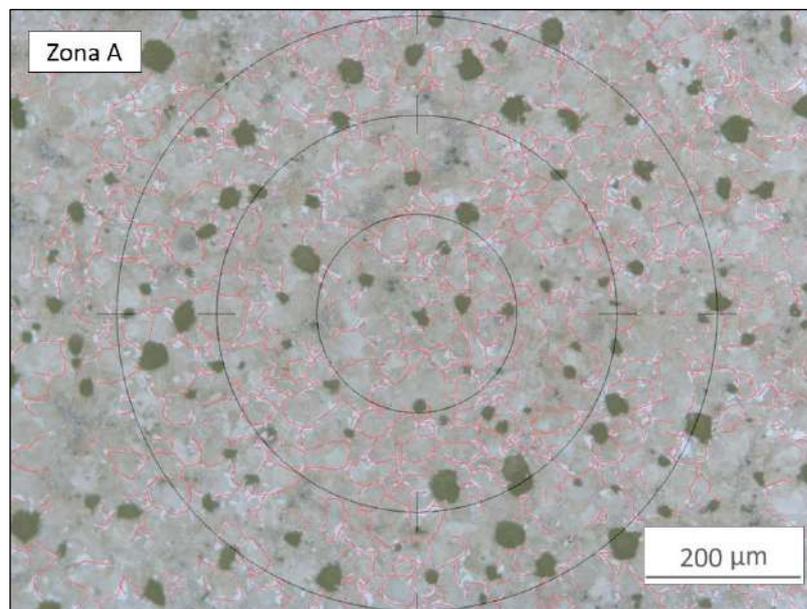
También puede ser calculado como:

$$G = -3,2877 + 2 \log_2 \overline{P}_L = 6,4703$$

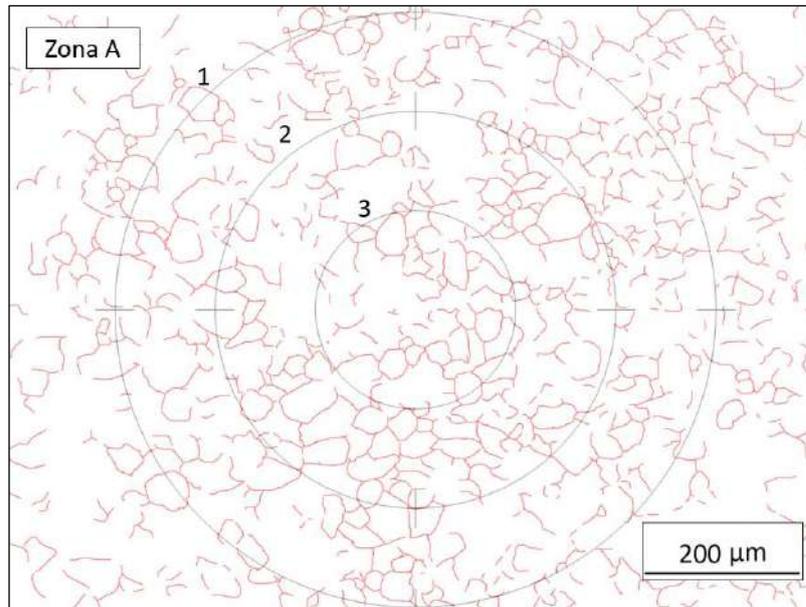
Con el objetivo de normalizar el valor de G, se redondea a **6,5**.

Una vez realizado el procedimiento de intersección lineal, se continuó con el **procedimiento de Abrams de tres círculos** para comparar los resultados de ambos métodos.

En la Figura 2.21, se superpuso el arreglo escogido de tres círculos concéntricos, a la micrografía de la probeta tratada según el ciclo 10. Nuevamente, dicha micrografía es la correspondiente a la “Zona A” de la probeta.

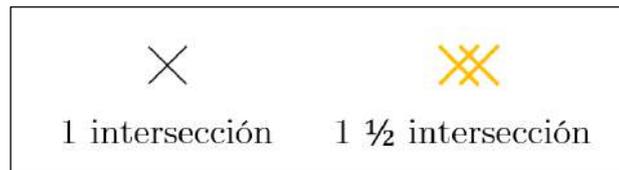


**Figura 2.21** Superposición de la plantilla del procedimiento de intersección lineal de Heyn y la micrografía de la probeta tratada térmicamente según el ciclo 10

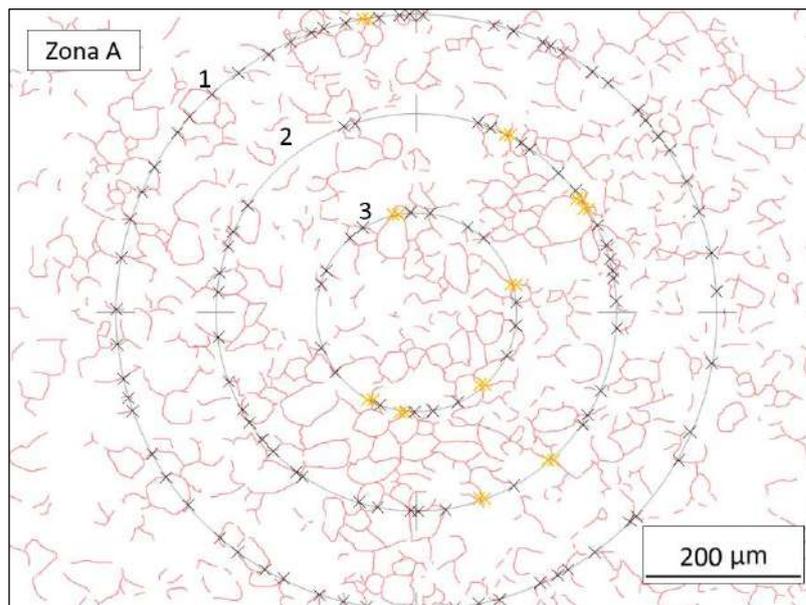


**Figura 2.22** Superposición de la plantilla del procedimiento de intersección lineal de Heyn y los BG remarcados de la probeta tratada térmicamente según el ciclo 10

Nuevamente, se marcaron las intersecciones como se observa en la Figura 2.24, donde:



**Figura 2.23** Marcadores de intersecciones y su significado



**Figura 2.24** Conteo de intersecciones de probeta tratada térmicamente según el ciclo 10

Por cada una de las circunferencias se contaron la cantidad de intersecciones. Los valores se plasmaron en la Tabla 2.6 (junto con los diámetros (D) y perímetros (L) de las circunferencias). Luego, se utilizó el conteo y la longitud totales para calcular los parámetros correspondientes.

**Tabla 2.6** Número de intersecciones por circunferencia de prueba

Circunferencia	Zona A		
	Pi	D [mm]	L [mm]
C1	61,5	79,58	250,0
C2	44,5	53,05	166,7
C3	24,5	26,53	83,3
<b>Total</b>	<b>130,5</b>		<b>500,0</b>

Se calculó el número de intersecciones de borde de grano por unidad de longitud de la línea de prueba de la Zona A:

$$\overline{P_{LA}} = \frac{P_{iA}}{L/M} = \frac{130,5 \text{ [intersecciones]}}{500 \text{ [mm]}/100} = 26,1 \text{ intersecciones/mm}$$

La longitud media de intersección se obtiene como:

$$\overline{l_A} = \frac{1}{\overline{P_{LA}}} = 0,03832 \text{ mm}$$

Este proceso se realizó en 5 zonas distintas de la probeta. Los valores de los conteos para cada circunferencia de cada zona, y los parámetros correspondientes se observan en la Tabla 2.7.

**Tabla 2.7** Parámetros correspondientes de cada zona (procedimiento de Abrams de tres círculos)

	Circunferencia	Pi [int]	D [mm]	L [mm]	$\overline{P}_L$ [int/mm]	$\overline{l}$ [mm]
Zona A	C1	61,5	79,58	250,0		
	C2	44,5	53,05	166,7		
	C3	24,5	26,53	83,3		
	<b>Total</b>	<b>130,5</b>		<b>500,0</b>	<b>26,10</b>	<b>0,03832</b>
Zona B	C1	66	79,58	250,0		
	C2	45,5	53,05	166,7		
	C3	22	26,53	83,3		
	<b>Total</b>	<b>133,5</b>		<b>500,0</b>	<b>26,70</b>	<b>0,03745</b>
Zona C	C1	70	79,58	250,0		
	C2	37,5	53,05	166,7		
	C3	26	26,53	83,3		
	<b>Total</b>	<b>133,5</b>		<b>500,0</b>	<b>26,70</b>	<b>0,03745</b>
Zona D	C1	63,5	79,58	250,0		
	C2	39,5	53,05	166,7		
	C3	21,5	26,53	83,3		
	<b>Total</b>	<b>124,5</b>		<b>500,0</b>	<b>24,90</b>	<b>0,04016</b>
Zona E	C1	61,5	79,58	250,0		
	C2	39,5	53,05	166,7		
	C3	21	26,53	83,3		
	<b>Total</b>	<b>122</b>		<b>500,0</b>	<b>24,40</b>	<b>0,04098</b>

Con los valores del número de intersecciones de borde de grano por unidad de longitud de la línea de prueba y de longitud media de intersección ( $\overline{l}$ ) para cada zona, se obtuvieron los parámetros medios como se observa a continuación:

$$\overline{P}_{L\text{ medio}} = \frac{\overline{P}_{LA} + \overline{P}_{LB} + \overline{P}_{LC} + \overline{P}_{LD} + \overline{P}_{LE}}{5} = 25,76 \text{ intersecciones/mm}$$

$$\overline{l}_{\text{ medio}} = \frac{\overline{l}_A + \overline{l}_B + \overline{l}_C + \overline{l}_D + \overline{l}_E}{5} = 0,03887 \text{ mm}$$

Nuevamente, se debió verificar que el valor de la precisión relativa porcentual (%RA) sea menor a un 10%. Los valores obtenidos de %RA son de 5,10% para  $\overline{P}_L$  y de 5,16% para  $\overline{l}$ . Luego, se procede con el cálculo de G (número de tamaño de grano ASTM), a partir de las ecuaciones 2.3 y 2.4:

$$G = -3,2877 - 6,6439 \log_{10} \overline{l} = 6,0828$$

También puede ser calculado como:

$$G = -3,2877 + 2 \log_2 \overline{P}_L = 6,0863$$

Con el objetivo de normalizar el valor de G, se redondea a **6**.

## Comparación y selección de método

Ambos métodos, (el procedimiento de intersección lineal de Heyn y el procedimiento de Abrams de tres círculos) arrojaron resultados similares y precisos. La longitud media de intersección obtenida del método lineal resultó de 0,0340 mm (34,0  $\mu\text{m}$ ), mientras que para el método de circunferencias resultó de 0,0389 mm (38,9  $\mu\text{m}$ ). Es decir, con el método de Abrams se midió un tamaño de grano levemente mayor. Esto se traduce a números de tamaño de grano ASTM de aproximadamente 6,5 (procedimiento de Heyn) y 6 (procedimiento de Abrams).

Por otro lado, el valor de la precisión relativa porcentual de ambos métodos resultó dentro del 10% requerido por la norma ASTM, resultando algo menor en el caso del método de Abrams (5,16% contra 5,42% del método lineal).

Dado que los resultados son similares, se decidió trabajar en adelante con el procedimiento de Abrams de tres círculos. Esto se debe a que, al ser la línea de prueba mayor en el método de circunferencias (500 mm contra 300 mm) la medición es más representativa. Con un mayor conteo de intersecciones, se espera tener un menor error en los valores calculados de tamaño de grano, en comparación a los valores reales.

Además, en el procedimiento de intersección lineal de Heyn existen zonas medidas 2 veces (centro de la zona de la probeta). Esto no ocurre en el procedimiento de Abrams de tres círculos, por lo que se concluye que este último abarca una mayor sección de la zona de prueba.

## 2.4. Conclusiones

A partir de las actividades desarrolladas a lo largo del capítulo, surgen las siguientes conclusiones:

- Se logró desarrollar un método adecuado para la observación del grano de la austenita previa. Se concluyó que, al austenizar una muestra de una fundición de hierro con grafito esferoidal (con las características detalladas en la *Sección 2.2.1. Material de partida*) a 920°C por 1 hora, el procedimiento óptimo para la delimitación de grano es; un tratamiento isotérmico a 780°C (dentro del rango intercrítico) por 5 horas y un enfriamiento en aire hasta temperatura ambiente. Con este método, la ferrita nucleada en los límites de grano de la austenita previa es suficiente para medir el TG.
- Se logró escoger un método, entre los descritos en la norma ASTM E 112 – 96e3, para la cuantificación del TG de la austenita previa. Dado que la longitud de las líneas de prueba es mayor en el procedimiento de Abrams de tres círculos, se

concluyó que este es el método más representativo, debido a que involucra a una mayor parte de la zona estudiada en la probeta. Además, en este método no se repiten zonas (como sí en el procedimiento de intersección lineal de Heyn), por lo que el área abarcada es mayor.

- Por último, se logró familiarizarse con las fundiciones de hierro, las variables involucradas en los tratamientos térmicos y el concepto de intervalo intercrítico. Se estudió la influencia de las temperaturas intercríticas y el medio de enfriamiento en el porcentaje de ferrita observada.

## **CAPÍTULO 3**

### **MODIFICACIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO**

---

#### **3.1. Introducción**

El objetivo de este capítulo es explorar las variables que promueven cambios en el tamaño de grano de la austenita previa. A partir de este estudio, se busca observar un engrosamiento o refinamiento del grano.

La propuesta consiste en realizar diferentes ciclos de austenizado, variando la temperatura ( $T_a$ ) y el tiempo de mantenimiento ( $t_a$ ). En aceros, está perfectamente estudiado que estas son las variables principales que gobiernan el crecimiento del grano austenítico. Para tiempos iguales, a mayores temperaturas de austenizado, se debería observar un mayor tamaño de grano. De la misma manera, para temperaturas iguales, a mayores tiempos de mantenimiento, el grano tiene más tiempo para crecer y debería tener mayor tamaño.

Por otro lado, para observar un refinamiento del grano, se realizan ciclos de normalizado previo, seguidos de un austenizado. Por medio del normalizado, es posible refinar la microestructura previa al austenizado, por lo que aumenta la densidad de sitios para la nucleación de austenita en el calentamiento, y, entonces, debería observarse un TG austenítico menor que en las probetas sin normalizado previo.

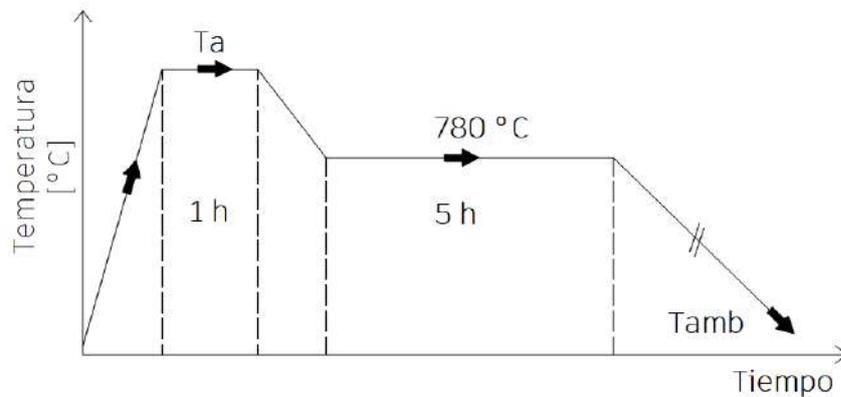
#### **3.2. Metodología experimental**

##### **3.2.1. Tratamientos térmicos**

Los procedimientos realizados en el presente capítulo constan de ciclos de austenizado, seguidos de un período en el rango intercrítico (correspondiente al ciclo escogido en el *Capítulo 2. Revelado y medición del grano de la austenita previa*), para observar el BG.

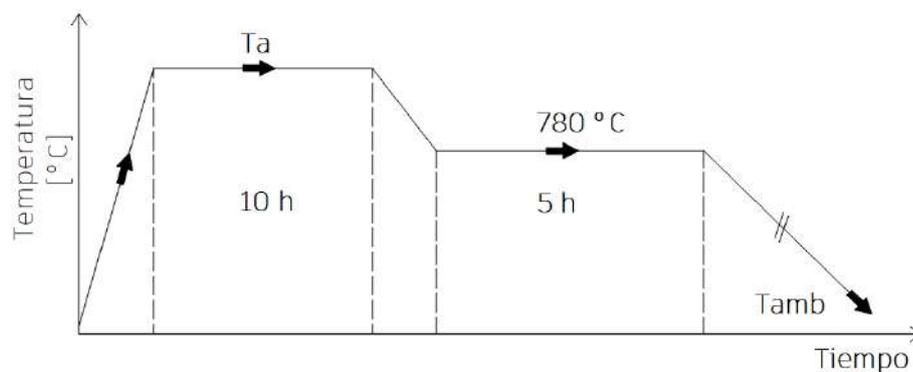
La primera serie de tratamientos está orientada a la identificación del efecto de la temperatura de austenización sobre el TG austenítico previo. Consiste en austenizar el material (Ver *Sección 2.2.1. Material de partida*) por 1 h, a distintas temperaturas que varían entre los 860°C y los 980°C. Las temperaturas de austenizado utilizadas fueron: 860°C, 920°C, 940°C, 960°C y 980°C. Una vez terminado el período de austenizado, se llevaron las probetas a una temperatura de 780°C por 5 h (rango intercrítico), según se decidió en el *Capítulo 2. Revelado y medición del grano de la*

austenita previa. Finalmente, se las enfrió en aire hasta temperatura ambiente. En la Figura 3.1 se puede observar cualitativamente el ciclo térmico descrito.



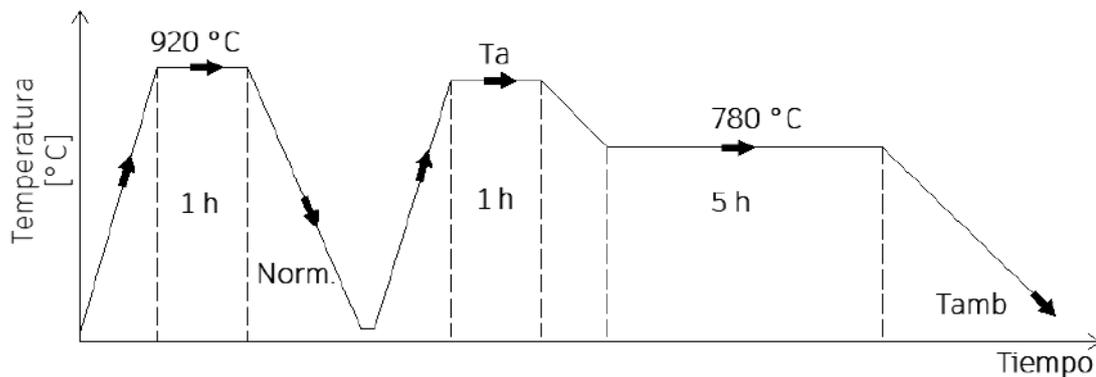
**Figura 3.1** Ciclos de austenizado con temperatura variable

La segunda serie de tratamientos tuvo por objetivo la identificación de la influencia del tiempo de austenización sobre el TG austenítico previo. Esta consistió en austenizar nuevamente a 3 de las temperaturas ya utilizadas (860°C, 920°C y 980°C) y aumentar el tiempo de mantenimiento de 1 h a 10 h. Este ciclo se observa en la Figura 3.2.



**Figura 3.2** Ciclos de austenizado con temperatura variable

Por último, se realizó una tercera serie de tratamientos térmicos con normalizado previo, a fin de refinar el grano. Para ello, primero se austenizaron a 920°C todas las muestras por 1 h, y luego se normalizaron (enfriamiento en aire hasta temperatura ambiente). Posteriormente, se volvieron a austenizar a distintas temperaturas (860°C, 920°C y 980°C) por 1 h y por último se llevaron a una temperatura de 780°C por 5 h. Este ciclo se observa en la Figura 3.3.



**Figura 3.3.** Ciclos de austenizado con normalizado previo

En la Tabla 3.1 se listan los parámetros de los tratamientos térmicos realizados. En aquellos ciclos en los cuales se realizó un normalizado previo, a fin de refinar el grano, se observan las siglas NP.

**Tabla 3.1** Descripción de los tratamientos térmicos realizados

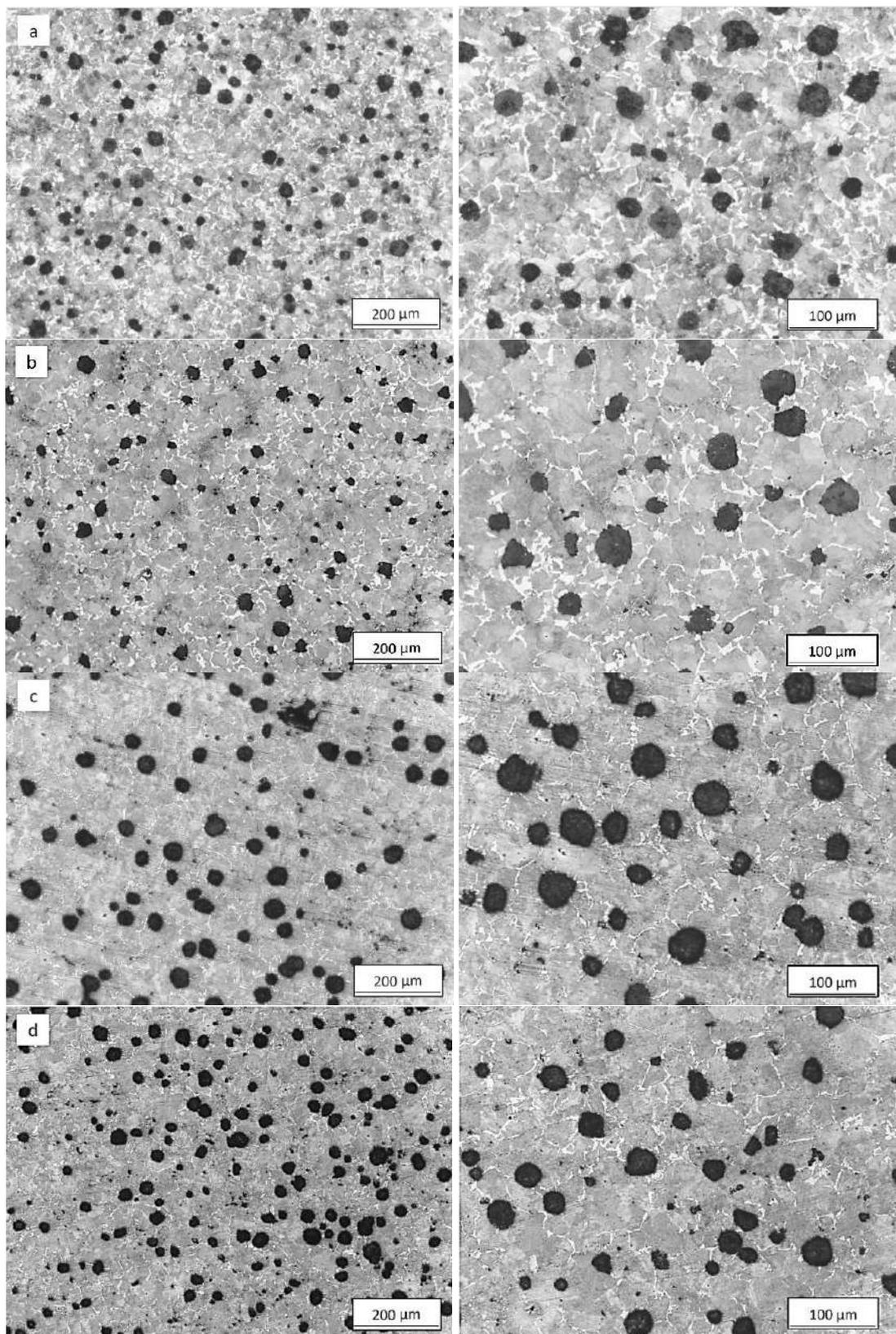
	Ta [°C]	ta [h]	Ti [°C]	ti [h]	Qm
Ciclo 11	860	1	780	5	Aire
Ciclo 12	920	1	780	5	Aire
Ciclo 13	940	1	780	5	Aire
Ciclo 14	960	1	780	5	Aire
Ciclo 15	980	1	780	5	Aire
Ciclo 16	860	10	780	5	Aire
Ciclo 17	920	10	780	5	Aire
Ciclo 18	980	10	780	5	Aire
Ciclo 19	860 (NP)	1	780	5	Aire
Ciclo 20	920 (NP)	1	780	5	Aire
Ciclo 21	960 (NP)	1	780	5	Aire

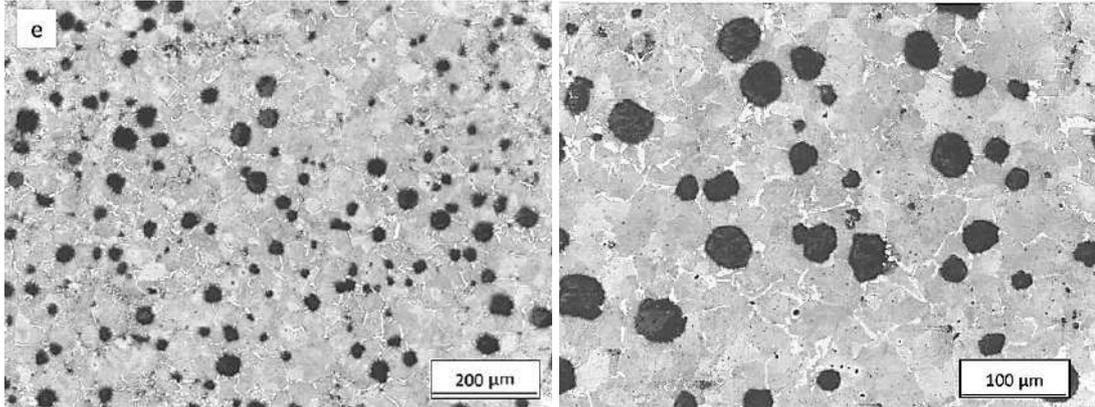
### 3.2.2. Medición del tamaño de grano austenítico

Se empleó el método seleccionado en la Sección 2.3.2. *Medición del tamaño de grano austenítico* (procedimiento de Abrams de tres círculos) para la medición del TG.

## 3.3. Resultados y discusiones

A continuación, se observan las microestructuras de las probetas correspondientes a los ciclos de tratamientos térmicos 11 a 15 (Tabla 3.1), es decir, austenizadas a temperaturas dentro de un rango de 860°C a 980°C por 1 hora.

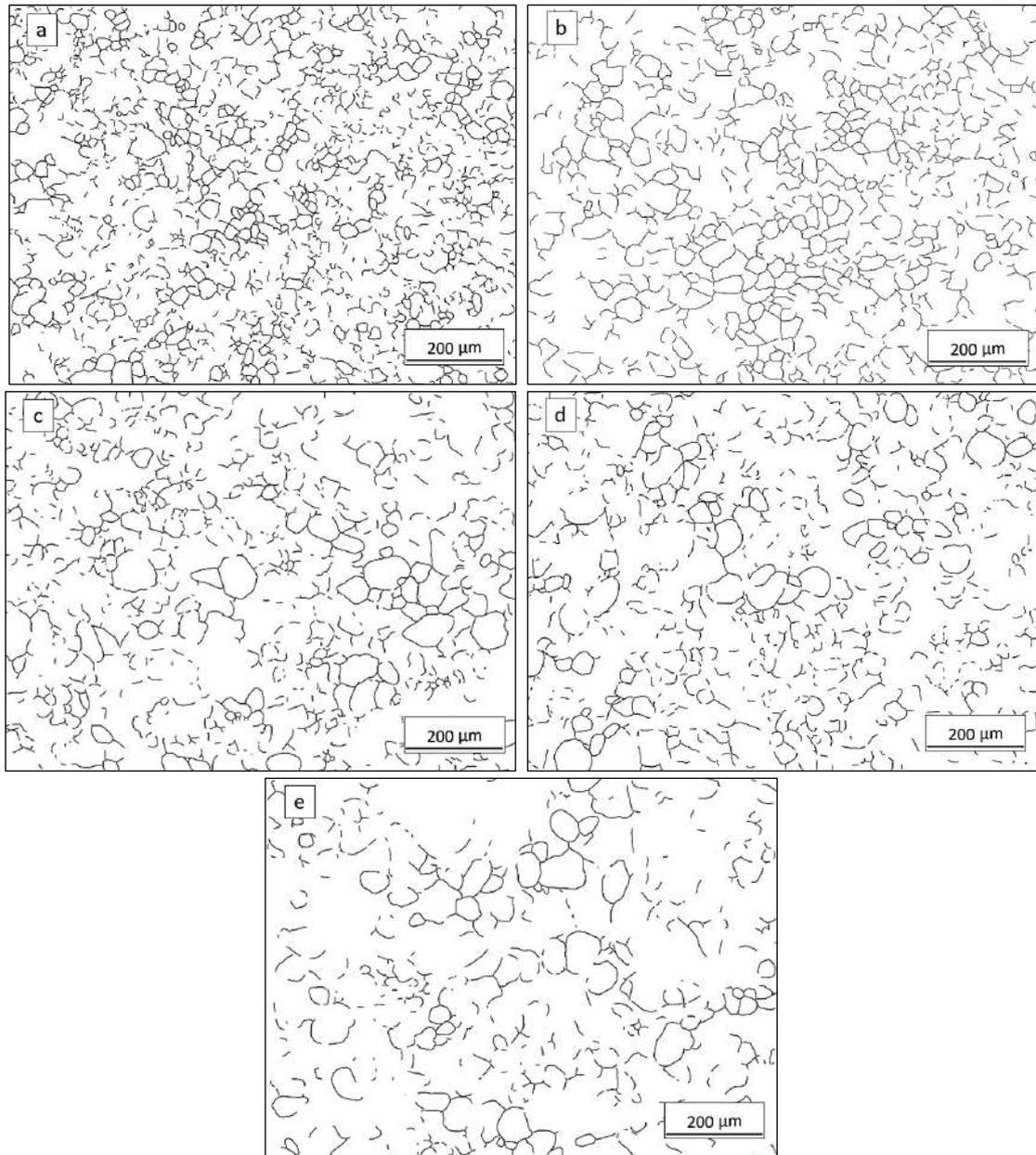




**Figura 3.4** Micrografías de las probetas tratadas térmicamente según los ciclos 11 a 15. a)  $T_a=860^\circ\text{C}$ , b)  $T_a=920^\circ\text{C}$ , c)  $T_a=940^\circ\text{C}$ , d)  $T_a=960^\circ\text{C}$ , e)  $T_a=980^\circ\text{C}$  ( $t_a=1$  h)

La cantidad de ferrita observada en las Figuras 3.4. parece ser, en principio, suficiente para la medición del tamaño de grano austenítico. La probeta austenizada a  $980^\circ\text{C}$  por 1 hora (Figura 3.4 e), es la que aparenta tener menor cantidad de ferrita en los bordes de grano. Esto se puede deber al TG (cuando el tamaño de grano es mayor, existen menos sitios que favorezcan la nucleación de la ferrita) y al contenido de carbono de la austenita (al austenizar a distintas temperaturas, el contenido de carbono varía, siendo mayor a mayores temperaturas, lo que desfavorece la nucleación de ferrita).

Los límites de grano remarcados se observan en la Figura 3.5. Se puede notar una clara diferencia entre el tamaño de grano de la probeta austenizada a  $860^\circ\text{C}$  por 1 hora (a), en comparación a la austenizada a  $980^\circ\text{C}$  por 1 hora (e). Esto se debe a que, en coincidencia a lo ocurrido en aceros, como se mencionó en la *Sección 1.4. Grano austenítico*, el tamaño de grano aumenta con la temperatura de austenizado (para un mismo tiempo de mantenimiento).



**Figura 3.5** Bordes de grano aislados de las micrografías correspondientes a los ciclos de tratamientos térmicos 11 a 15. a)  $T_a=860^{\circ}\text{C}$ , b)  $T_a=920^{\circ}\text{C}$ , c)  $T_a=940^{\circ}\text{C}$ , d)  $T_a=960^{\circ}\text{C}$ , e)  $T_a=980^{\circ}\text{C}$

Los resultados de aplicar el procedimiento de Abrams de tres círculos se listan en la Tabla 3.2, donde;  $P_i$  es la cantidad de intersecciones contadas en la Zona  $i$ ,  $L$  es la longitud de la línea de prueba (suma de las circunferencias),  $\overline{P}_L$  es el número de intersecciones de borde de grano por unidad de longitud de la línea de prueba y  $\bar{l}$  es la longitud media de intersección.

**Tabla 3.2** Parámetros correspondientes a cada zona (A a E) de cada muestra (ciclos 11 a 15)

Ta [°C]	ta [h]	Zona	Pi [int]	L [mm]	$\overline{P_L}$ [int/mm]	$\bar{l}$ [μm]
<b>860</b>	<b>1</b>	A	161,5	500,0	32,30	30,96
		B	169	500,0	33,80	29,59
		C	158	500,0	31,60	31,65
		D	160	500,0	32,00	31,25
		E	171,5	500,0	34,30	29,16
<b>920</b>	<b>1</b>	A	130,5	500,0	26,10	38,31
		B	133,5	500,0	26,70	37,45
		C	133,5	500,0	26,70	37,45
		D	124,5	500,0	24,90	40,16
		E	122	500,0	24,40	40,98
<b>940</b>	<b>1</b>	A	111,5	500,0	22,30	44,84
		B	106	500,0	21,20	47,17
		C	105	500,0	21,00	47,62
		D	106	500,0	21,20	47,17
		E	107,5	500,0	21,50	46,51
<b>960</b>	<b>1</b>	A	97	500,0	19,40	51,55
		B	105	500,0	21,00	47,62
		C	95	500,0	19,00	52,63
		D	97,5	500,0	19,50	51,28
		E	104	500,0	20,80	48,08
<b>980</b>	<b>1</b>	A	76,5	500,0	15,30	65,36
		B	78,5	500,0	15,70	63,69
		C	86,5	500,0	17,30	57,80
		D	83,5	500,0	16,70	59,88
		E	90	500,0	18,00	55,56

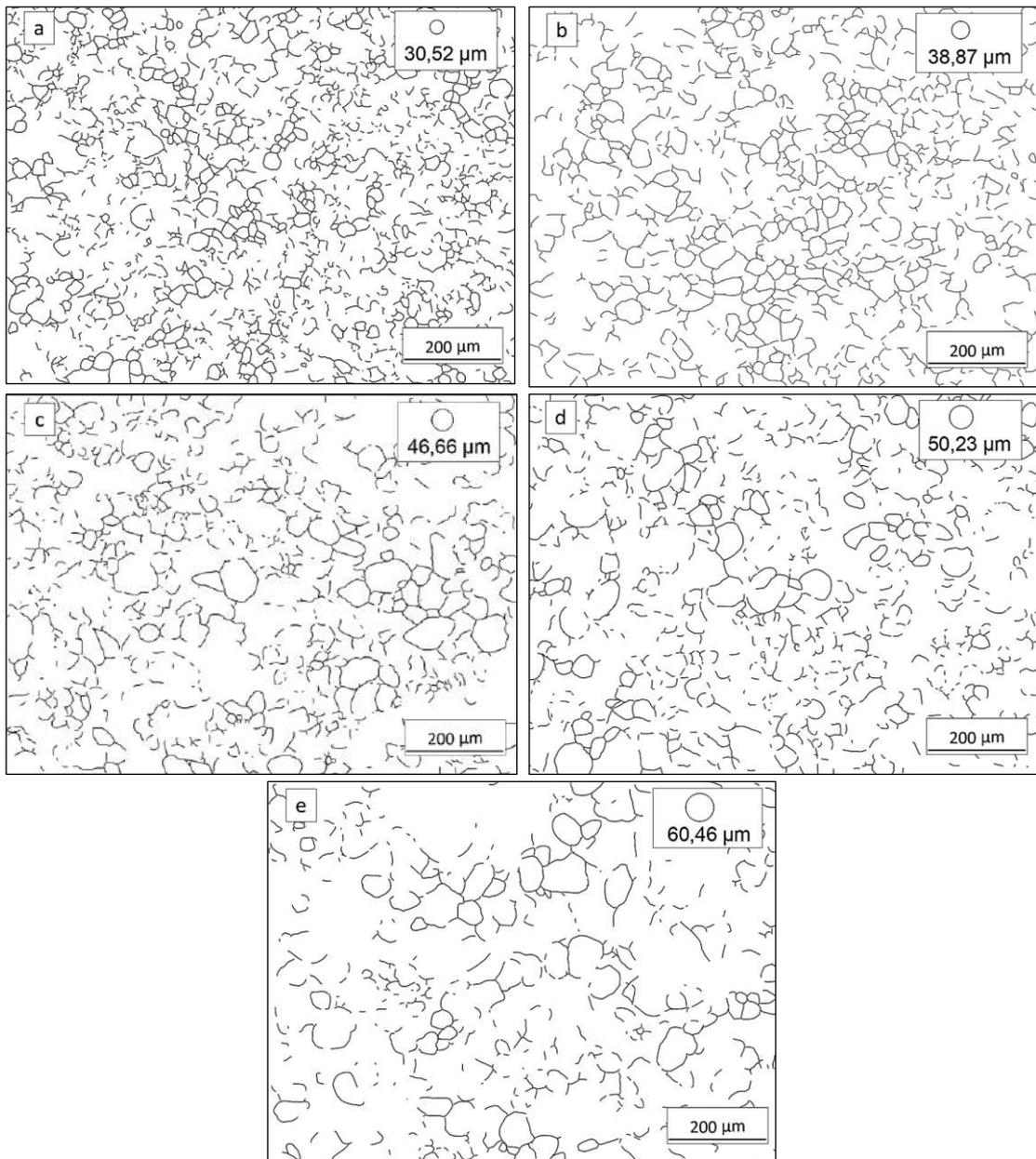
A partir de esta información, se llegó a los valores promedio  $\overline{P_L}$  (valor medio del número de intersecciones de borde de grano por unidad de longitud de la línea de prueba) y  $\bar{l}$  (valor medio de la longitud media de intersección). Con ellos se calculó el número de tamaño de grano ASTM y la precisión relativa porcentual %RA. El cálculo detallado de la precisión relativa porcentual puede encontrarse en el *Anexo I: Análisis estadístico de la medición del tamaño de grano*. Todos estos valores se pueden observar en la Tabla 3.3.

**Tabla 3.3** Valores calculados de  $\overline{P}_L$ ,  $\overline{l}$  y número ASTM en función de la temperatura de austenizado y precisión relativa porcentual de las mediciones

Ta [°C]	$\overline{P}_L$ [int/mm]	$\overline{l}$ [µm]	N° ASTM	%RAP	%RA1
<b>860</b>	32,80	30,52	6,78	4,47	4,42
<b>920</b>	25,76	38,87	6,08	5,10	5,16
<b>940</b>	21,44	46,66	5,56	2,97	2,90
<b>960</b>	19,94	50,23	5,34	5,60	5,53
<b>980</b>	16,60	60,46	4,81	8,33	8,34

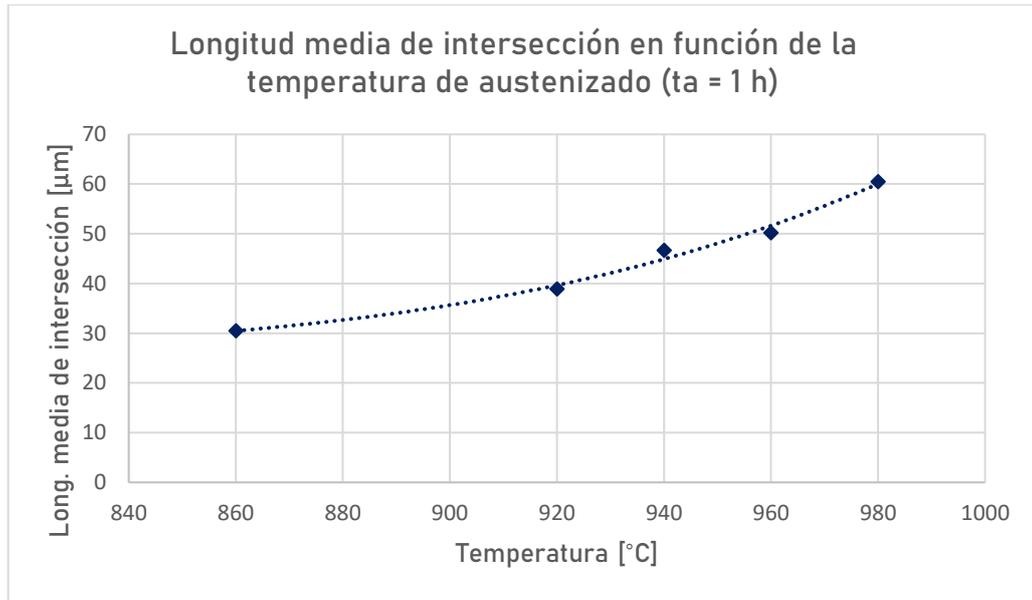
Tal como se apreció en la Figura 3.5, el tamaño de grano de la probeta austenizada a 860°C por 1 h es menor a aquel de la probeta austenizada a 980°C por 1 h; la longitud media de intersección pasa de 30,52 µm a 60,46 µm. Esto representa aproximadamente un 100% de variación y se traduce en un número de tamaño de grano ASTM que varía desde 6,78 a 4,81.

A continuación (Figura 3.6) se agregan circunferencias de diámetro igual a la longitud media de intersección obtenida de cada muestra, a las imágenes de los límites de grano remarcado. De esta manera, se busca permitir la comparación de los valores obtenidos con los granos reales.



**Figura 3.6** Bordes de grano aislados de las micrografías correspondientes a los ciclos 11 a 15 junto con circunferencias de diámetro igual a  $\bar{l}$ . a)  $T_a=860^\circ\text{C}$ , b)  $T_a=920^\circ\text{C}$ , c)  $T_a=940^\circ\text{C}$ , d)  $T_a=960^\circ\text{C}$ , e)  $T_a=980^\circ\text{C}$

La variación de la longitud de intersección en función de la temperatura se puede apreciar en la Figura 3.7.



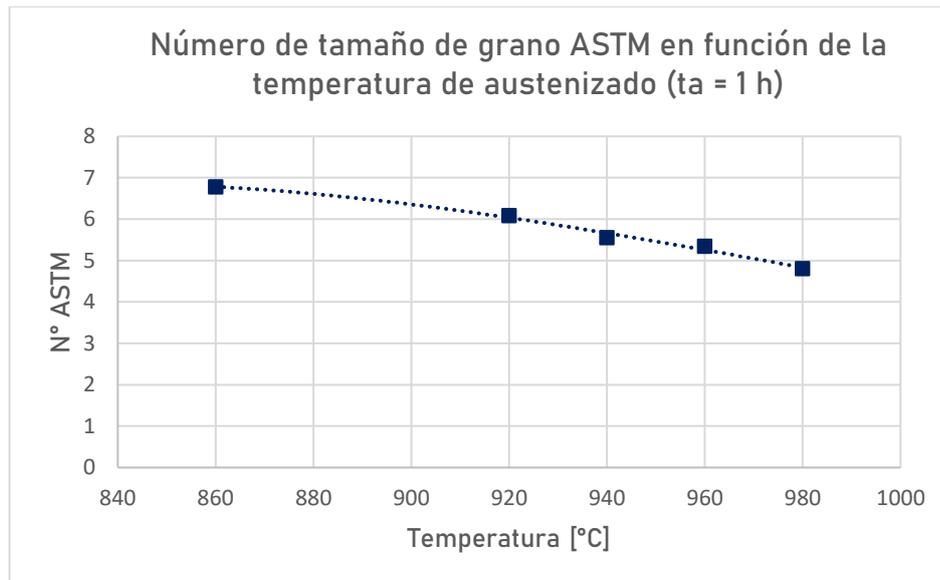
**Figura 3.7** Variación de la longitud media de intersección en función de la temperatura de austenizado (tiempo de austenizado de 1 h)

En la Figura 3.7, se puede observar una clara tendencia al aumento del tamaño de grano de la austenita con la temperatura de austenizado. No parece, al menos en el rango de temperaturas ensayado, existir una convergencia a un tamaño de grano específico. En cambio, al aumentar la temperatura, la pendiente de la curva aumenta, indicando que a mayores temperaturas mayor será la variación observable.

A partir de los puntos graficados, se logra obtener una curva polinómica (grado 3) que se acomoda a los valores experimentales. La ecuación de la longitud media de intersección en función de la temperatura de austenizado, para un tiempo de austenizado de 1 hora, y en un rango de temperaturas de entre 860°C y 980°C resulta:

$$\bar{l} = 5 * 10^{-6} T_a^3 - 0,0115 T_a^2 + 9,3646 T_a - 2532,4 \quad (3.1)$$

Por otro lado, se analiza ahora la Figura 3.8, donde se observa la variación del número de grano ASTM en función de la temperatura de austenizado. Dicho número se calculó a partir de la longitud de intersección según la Ecuación 2.3.



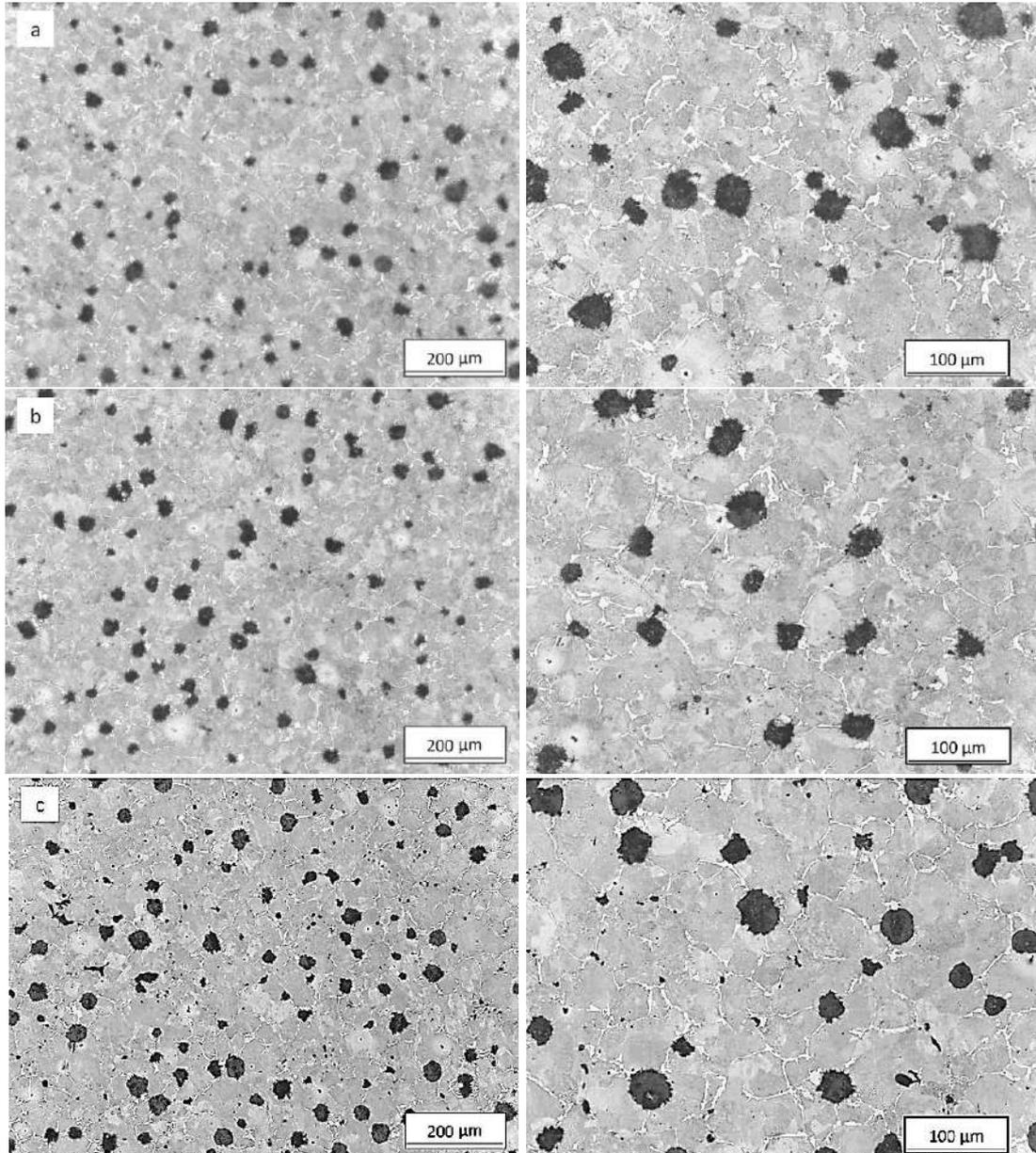
**Figura 3.8** Variación del número de tamaño de grano ASTM en función de la temperatura de austenizado (tiempo de austenizado de 1 h)

Se puede observar que, a mayores temperaturas, el número ASTM disminuye, lo que corresponde a un aumento en el tamaño de grano (como se analizó anteriormente). Dado que este número depende del logaritmo (base 10) de la longitud de intersección, su variación no es tan marcada.

La ecuación del número de tamaño de grano ASTM en función de la temperatura de austenizado, para un tiempo de austenizado de 1 hora, y en un rango de temperaturas de entre 860°C y 980°C resulta:

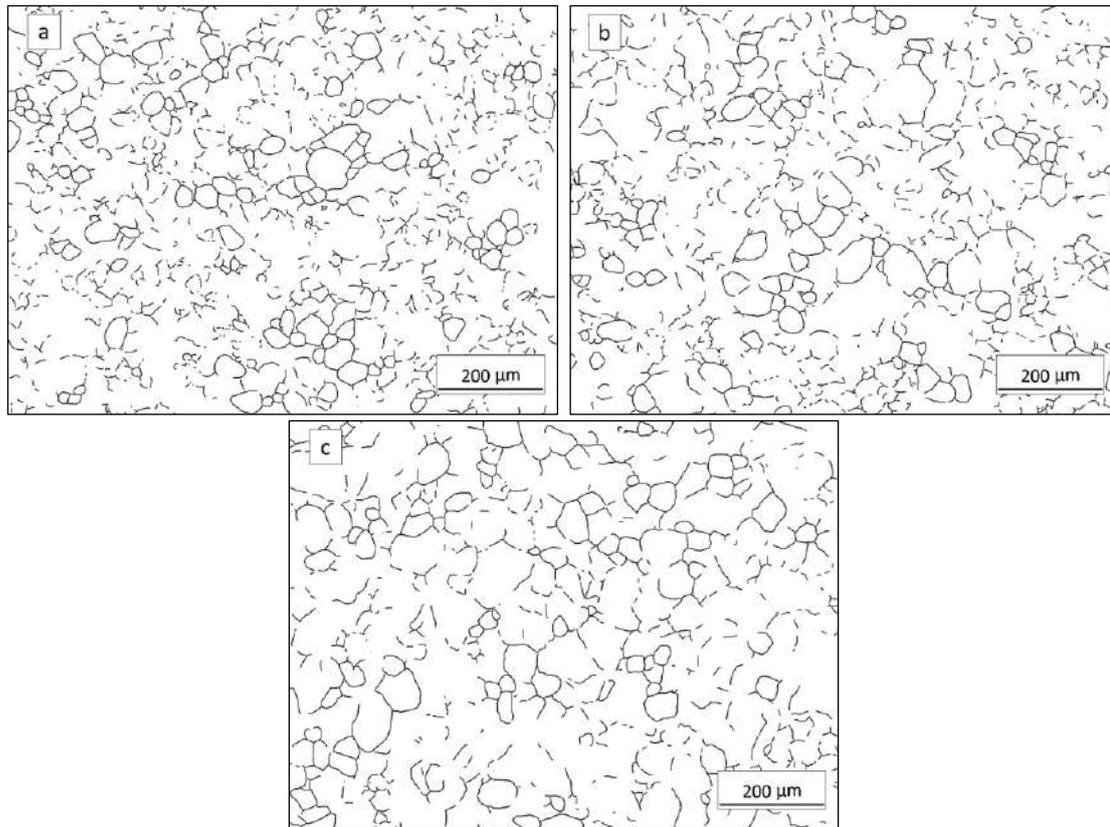
$$N^{\circ} ASTM = 3 * 10^{-7} T_a^3 - 0,001 T_a^2 + 0,9423 T_a - 290,03 \quad (3.2)$$

Una vez analizada la relación entre el tamaño de grano de la austenita y la temperatura de austenizado para un tiempo de mantenimiento de 1 h, se procedió a variar este período a 10 h. A continuación, se observan las microestructuras de las probetas correspondientes a los ciclos de tratamientos térmicos 16 a 18 (Tabla 3.1), es decir, austenizadas a temperaturas dentro de un rango de 860°C a 980°C por 10 horas.



**Figura 3.9** Micrografías de las probetas tratadas térmicamente según los ciclos 16 a 18. a)  $T_a=860^{\circ}\text{C}$ , b)  $T_a=920^{\circ}\text{C}$ , c)  $T_a=980^{\circ}\text{C}$  ( $t_a=10$  h)

Se puede observar, a simple vista, una cantidad adecuada de ferrita en los bordes de grano austeníticos. En la Figura 3.10, se observan dichos granos remarcados.



**Figura 3.10** Bordes de grano aislados de las micrografías correspondientes a los ciclos 16 a 18. a)  $T_a=860^\circ\text{C}$ , b)  $T_a=920^\circ\text{C}$ , c)  $T_a=980^\circ\text{C}$  ( $t_a=10$  h)

Nuevamente empleando el procedimiento de Abrams de tres círculos, se obtuvieron los valores listados en la Tabla 3.4.

**Tabla 3.4** Parámetros correspondientes a cada zona (A a E) de cada muestra (ciclos 16 a 18)

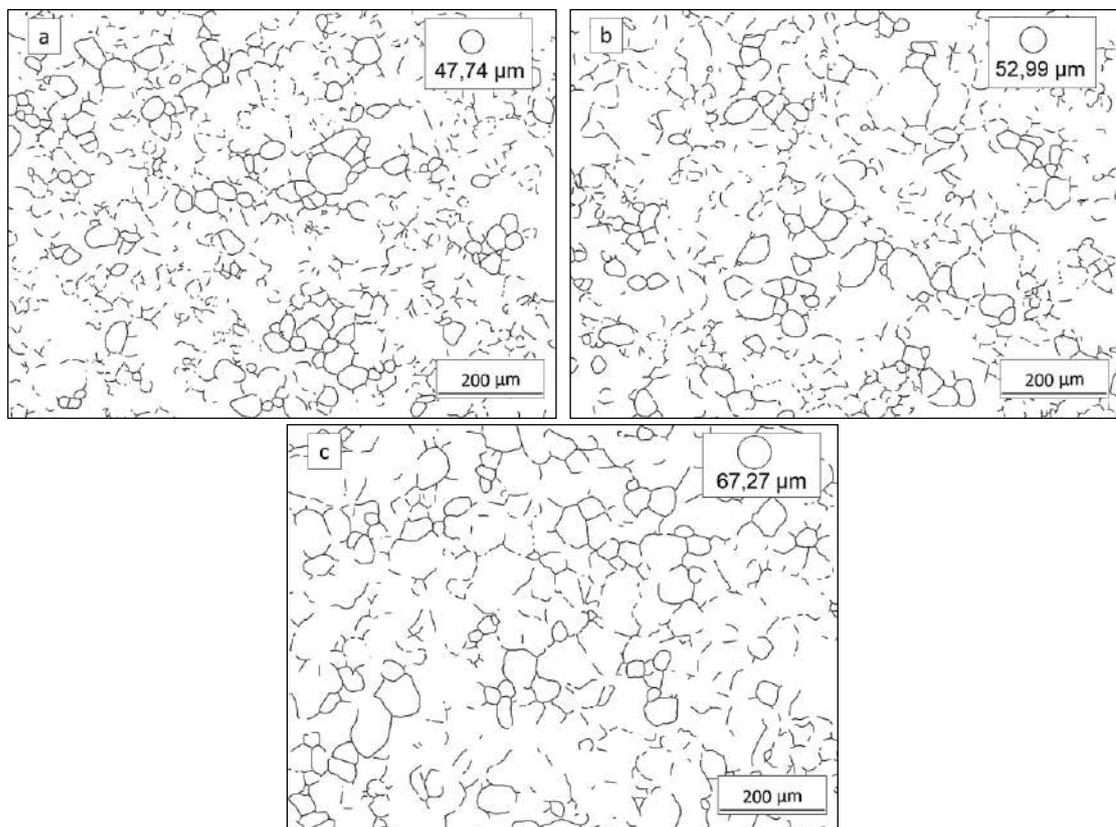
$T_a$ [ $^\circ\text{C}$ ]	$t_a$ [h]	Zona	$P_i$ [int]	L [mm]	$\bar{P}_L$ [int/mm]	$\bar{l}$ [ $\mu\text{m}$ ]
860	10	A	100,5	500,0	20,10	49,75
		B	118,5	500,0	23,70	42,19
		C	102	500,0	20,40	49,02
		D	107	500,0	21,40	46,73
		E	98	500,0	19,60	51,02
920	10	A	91	500,0	18,20	54,95
		B	95,5	500,0	19,10	52,36
		C	96	500,0	19,20	52,08
		D	96,5	500,0	19,30	51,81
		E	93	500,0	18,60	53,76
980	10	A	69	500,0	13,80	72,46
		B	79,5	500,0	15,90	62,89
		C	82,5	500,0	16,50	60,61
		D	72	500,0	14,40	69,44
		E	70,5	500,0	14,10	70,92

Luego, se llegó a los valores promedio  $\overline{P_L}$  (valor medio del número de intersecciones de borde de grano por unidad de longitud de la línea de prueba) y  $\overline{l}$  (valor medio de la longitud media de intersección). Con ellos se calculó el número de tamaño de grano ASTM y la precisión relativa porcentual %RA. Todos estos valores se pueden observar en la Tabla 3.5.

**Tabla 3.5** Valores calculados de  $\overline{P_L}$ ,  $\overline{l}$  y número ASTM en función de la temperatura de austenizado y precisión relativa porcentual de las mediciones

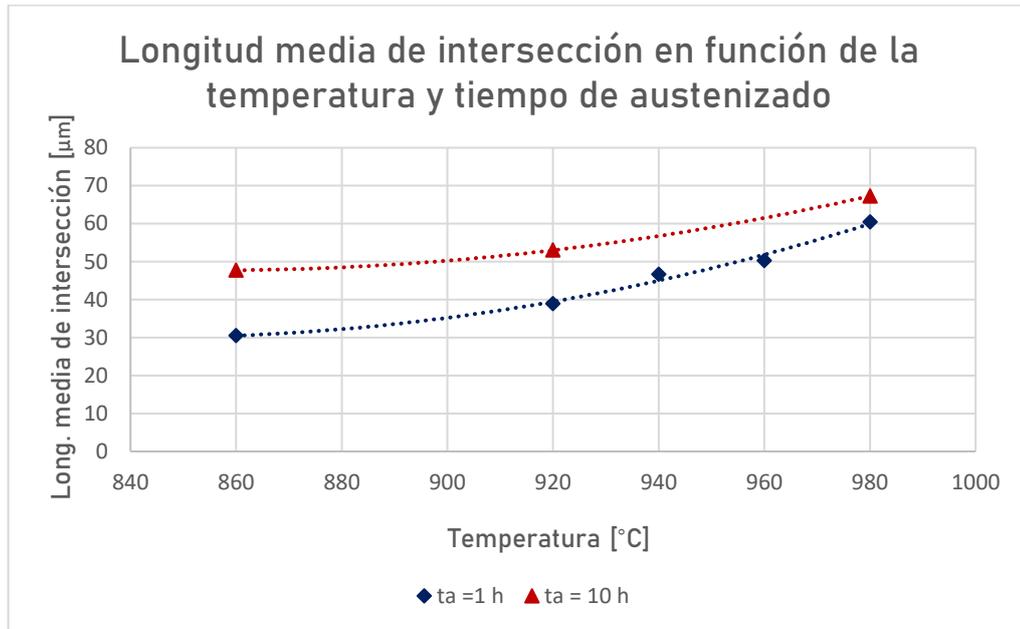
Ta [°C]	$\overline{P_L}$ [int/mm]	$\overline{l}$ [μm]	N° ASTM	%RAP	%RAI
860	21,04	47,74	5,49	9,59	9,03
920	18,88	52,99	5,19	3,06	3,11
980	14,94	67,27	4,50	9,88	9,62

A continuación (Figura 3.11) se encuentran circunferencias de diámetro igual a la longitud media de intersección obtenida de cada muestra, superpuestas a las imágenes de los límites de grano remarcado. Nuevamente, de esta manera, se busca permitir la comparación de los valores obtenidos con los granos reales.



**Figura 3.11** Bordes de grano aislados de las micrografías correspondientes a los ciclos 16 a 18 junto con circunferencias de diámetro igual a  $\overline{l}$ . a) Ta=860°C, b) Ta=920°C, c) Ta=980°C

Los valores de longitud media de intersección para cada temperatura de austenizado (860°C, 920°C y 980°C) son mayores en el caso de un mantenimiento por 10 h, en comparación a 1 h. Esto era de esperarse, ya que el tamaño de grano austenítico aumenta con el incremento del tiempo. En la Figura 3.12 se observan las curvas de la longitud media de intersección en función de la temperatura para cada tiempo de austenizado.



**Figura 3.12** Longitud media de intersección en función de la temperatura y tiempo de austenizado

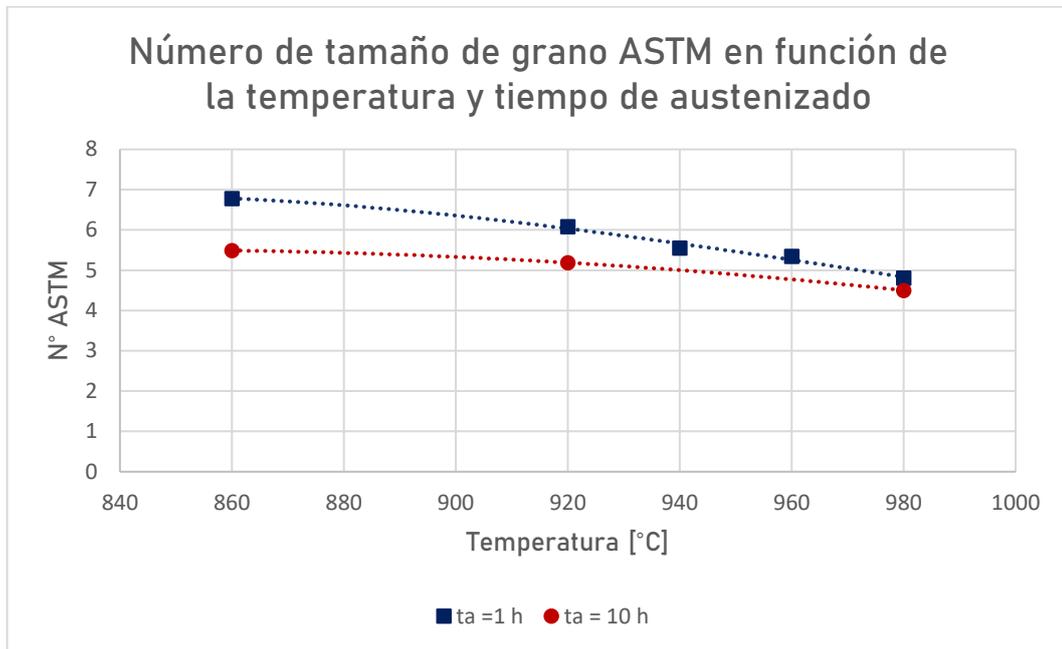
En la Figura 3.12 se puede observar que, aunque el tamaño de grano siempre es mayor para las muestras austenizadas a 10 h, la diferencia disminuye a medida que la temperatura aumenta. Austenizando a 860°C por 1 h y 10 h, se obtienen granos de 30,5 μm y 47,7 μm respectivamente. Es decir, existe una diferencia de aproximadamente 17 μm. Sin embargo, austenizando a 980°C esta diferencia baja a casi 7 μm (60,5 μm por 1h y 67,3 μm por 10h).

Esto podría significar que para mayores temperaturas de austenizado, el tiempo a temperatura tiene menor influencia en el tamaño de grano, como sí la tiene a menores temperaturas.

La ecuación de la longitud media de intersección en función de la temperatura de austenizado, para un tiempo de austenizado de 10 horas, y en un rango de temperaturas de entre 860°C y 980°C resulta:

$$\bar{l} = 0,0013 T_a^2 - 2,1436 T_a + 964,19 \quad (3.3)$$

La representación del número de tamaño de grano ASTM para tiempos de austenizado de 1 h y 10 h en función de  $T_a$  se observa en la Figura 3.13.

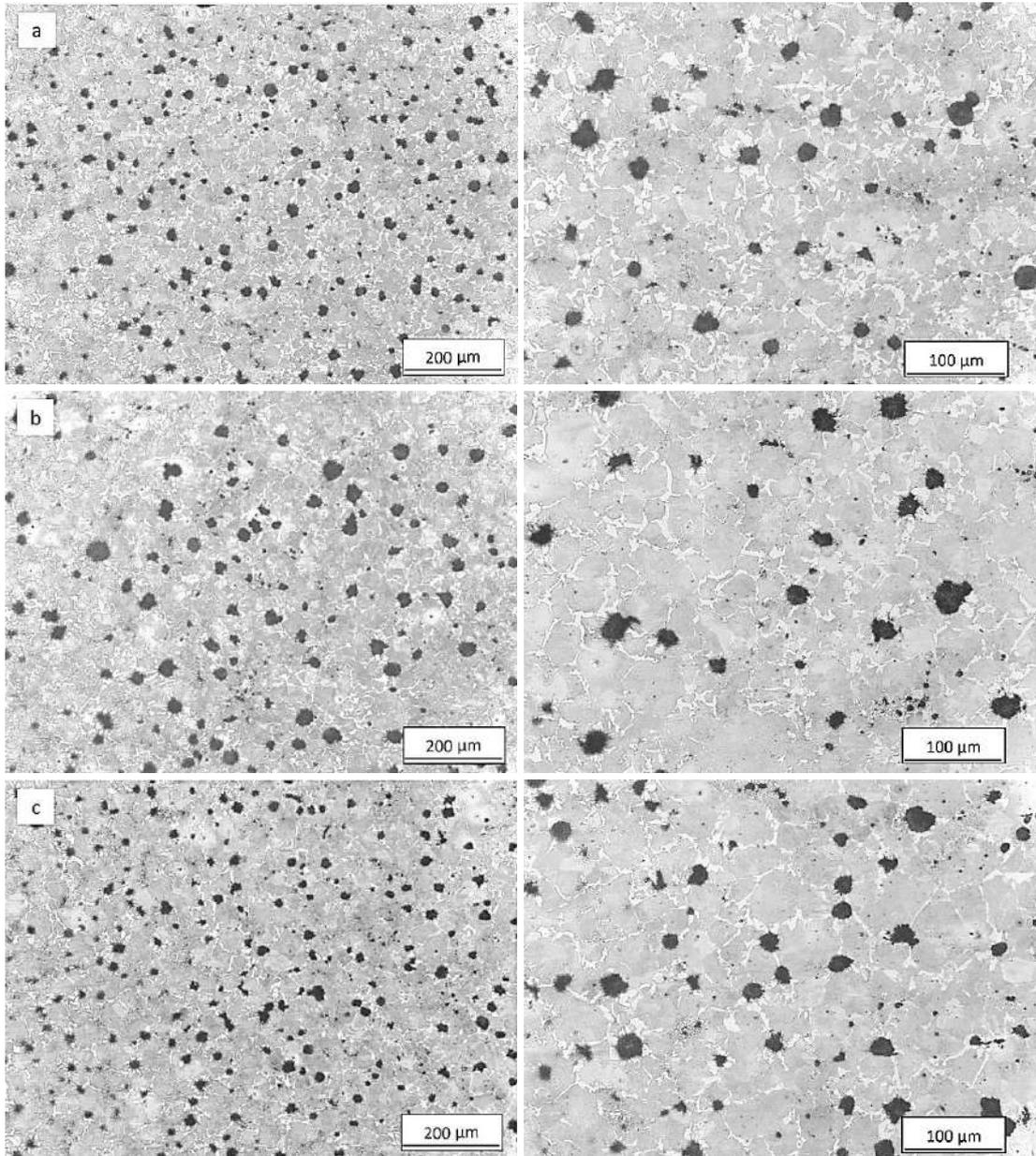


**Figura 3.13** Número de tamaño de grano ASTM en función de la temperatura y tiempo de austenizado

Dado el carácter logarítmico del número de tamaño de grano ASTM, se puede observar que lo que antes era una diferencia de 7  $\mu\text{m}$  (980°C, 1 h y 10 h) ahora se traduce a 0,3 unidades de N° ASTM. Es decir, esta variable no se ve muy afectada por el tiempo. Su ecuación, para un tiempo de austenizado de 10 horas, y en un rango de temperaturas de entre 860°C y 980°C resulta:

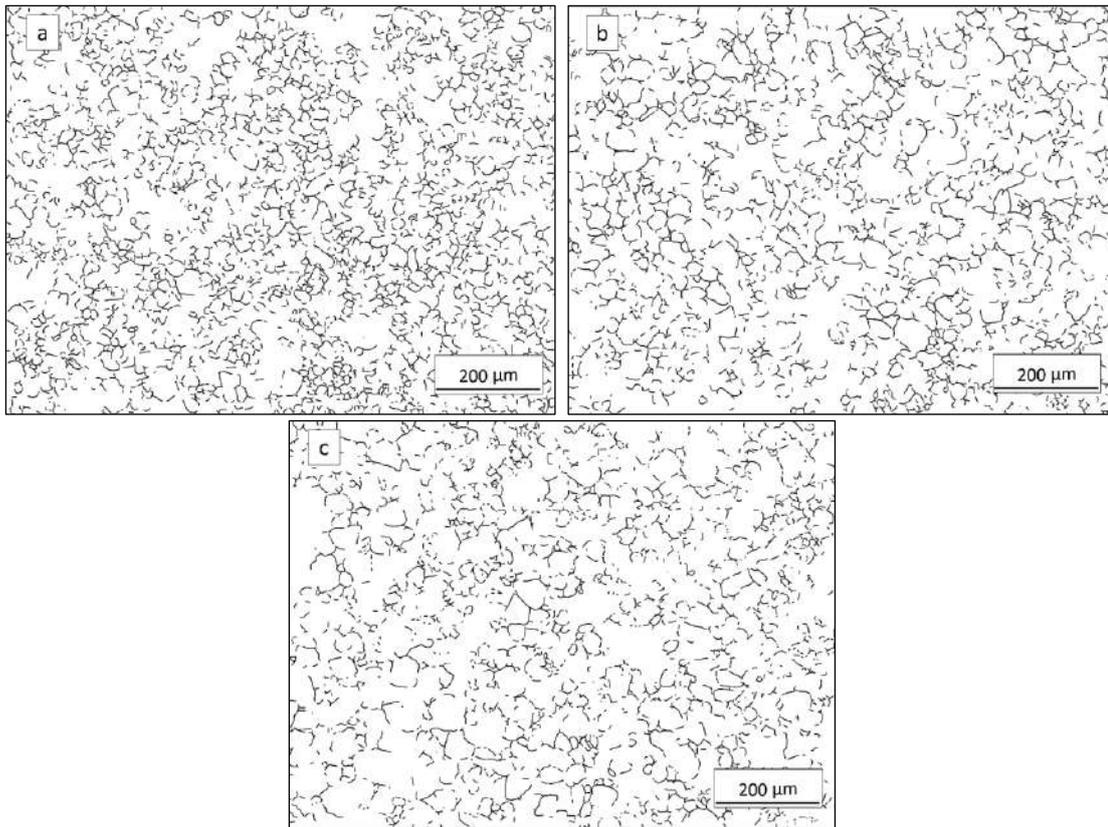
$$N^{\circ} ASTM = -5 * 10^{-5} T_a^2 + 0,0907 T_a - 32,745 \quad (3.4)$$

Una vez analizada la relación entre el tamaño de grano de la austenita y la temperatura de austenizado para un tiempo de mantenimiento de 10 h, se procedió a intentar refinar el grano. A continuación, se observan las microestructuras de las probetas correspondientes a los ciclos de tratamientos térmicos 19 a 21 (Tabla 3.1), es decir, austenizadas a temperaturas dentro de un rango de 860°C a 980°C por 1 hora, con un normalizado previo.



**Figura 3.14** Micrografías de las probetas tratadas térmicamente según los ciclos 19 a 21 (normalizado previo). a)  $T_a=860^{\circ}\text{C}$ , b)  $T_a=920^{\circ}\text{C}$ , c)  $T_a=980^{\circ}\text{C}$  ( $t_a=1$  h)

La cantidad de ferrita observada es adecuada para la medición de grano. En la Figura 3.15 se observan los límites aislados.



**Figura 3.15** Bordes de grano aislados de las micrografías correspondientes a los ciclos 19 a 21 (normalizado previo). a)  $T_a=860^{\circ}\text{C}$ , b)  $T_a=920^{\circ}\text{C}$ , c)  $T_a=980^{\circ}\text{C}$  ( $t_a=1\text{h}$ )

El grano observado en la Figura 3.15.c) es notablemente mayor a aquel de la Figura 3.15.a). Este resultado es esperado debido a que se aumenta la temperatura de austenizado. Se busca ahora medir el tamaño de grano de las probetas normalizadas previamente, para comparar con aquellas sin tratamiento previo. Los valores obtenidos de  $P_i$ ,  $L$ ,  $\overline{P}_L$  y  $\bar{l}$  se listan en la Tabla 3.6.

**Tabla 3.6** Parámetros correspondientes a cada zona (A a E) de cada muestra (ciclos 19 a 21)

Ta [°C]	ta [h]	Zona	Pi [int]	L [mm]	$\overline{P}_L$ [int/mm]	$\overline{l}$ [μm]
<b>860 (NP)</b>	<b>1</b>	A	190	500,0	38,00	26,32
		B	205,5	500,0	41,10	24,33
		C	212,5	500,0	42,50	23,53
		D	222	500,0	44,40	22,52
		E	189,5	500,0	37,90	26,39
<b>920 (NP)</b>	<b>1</b>	A	146	500,0	29,20	34,25
		B	151,5	500,0	30,30	33,00
		C	154	500,0	30,80	32,47
		D	145	500,0	29,00	34,48
		E	138,5	500,0	27,70	36,10
<b>980 (NP)</b>	<b>1</b>	A	116	500,0	23,20	43,10
		B	114	500,0	22,80	43,86
		C	114	500,0	22,80	43,86
		D	103,5	500,0	20,70	48,31
		E	108	500,0	21,60	46,30

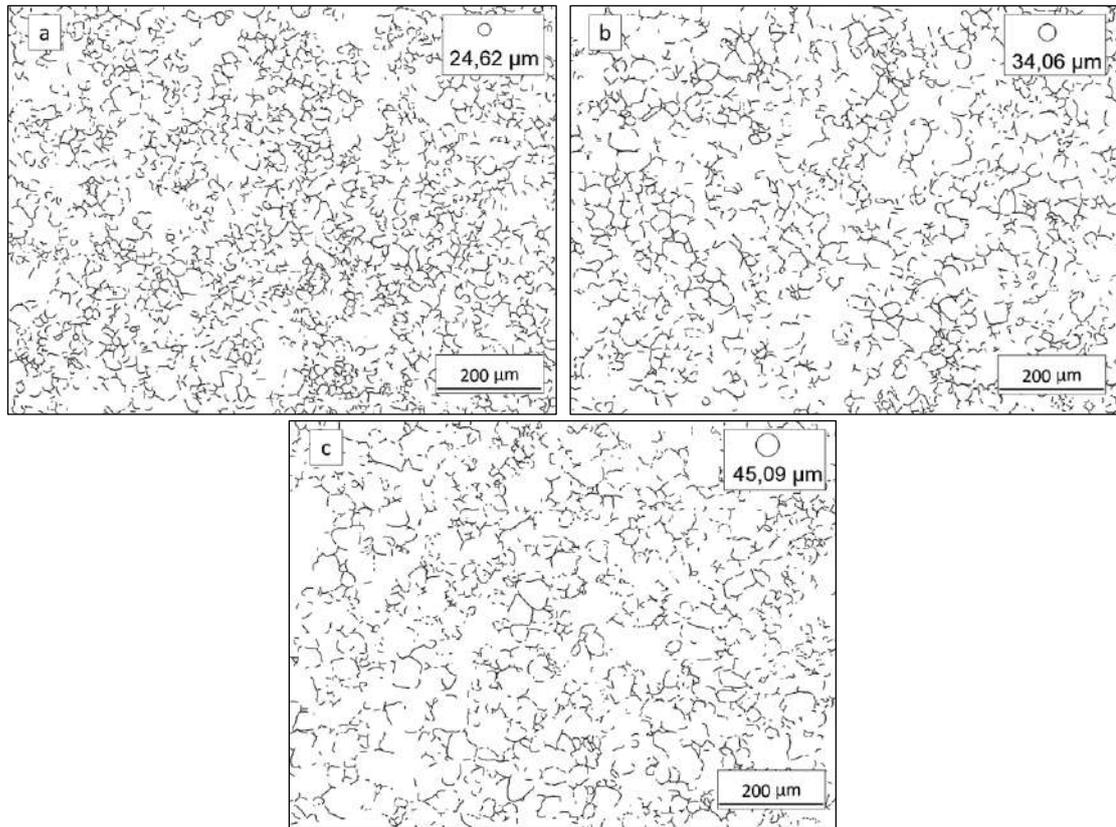
Luego, se llegó a los valores promedio  $\overline{P}_L$  (valor medio del número de intersecciones de borde de grano por unidad de longitud de la línea de prueba) y  $\overline{l}$  (valor medio de la longitud media de intersección). Posteriormente, se calculó el tamaño de grano ASTM y la precisión relativa porcentual %RA. Todos estos valores se pueden observar en la Tabla 3.7.

**Tabla 3.7** Valores calculados de  $\overline{P}_L$ ,  $\overline{l}$  y número ASTM en función de la temperatura de austenizado y precisión relativa porcentual de las mediciones

Ta [°C]	$\overline{P}_L$ [int/mm]	$\overline{l}$ [μm]	N° ASTM	%RAP	%RA1
<b>860</b>	40,78	24,62	7,40	8,64	8,61
<b>920</b>	29,40	34,06	6,46	5,11	5,17
<b>980</b>	22,22	45,09	5,65	5,81	5,97

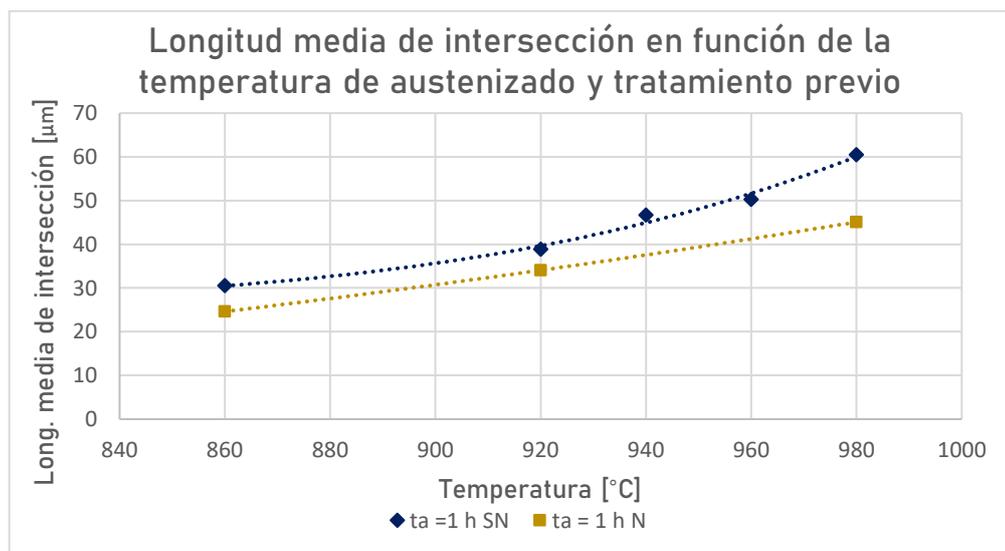
Los valores calculados demuestran que la microestructura refina al realizarse un tratamiento de normalizado previo al austenizado. A modo de ejemplo, para una Ta de 980°C y un ta de 1 h, el tamaño de grano austenítico pasa de 60,46 μm a 45,09 μm cuando se realiza un normalizado.

A continuación (Figura 3.16) se observan circunferencias de diámetro igual a la longitud media de intersección obtenida de cada muestra (ángulo superior derecho), superpuestas a las imágenes de los límites de grano remarcado.



**Figura 3.16** Bordes de grano aislados de las micrografías correspondientes a los ciclos 19 a 21 (normalizado previo) junto con circunferencias de diámetro igual a  $\bar{l}$ .  
a)  $T_a=860^\circ\text{C}$ , b)  $T_a=920^\circ\text{C}$ , c)  $T_a=980^\circ\text{C}$

A partir de los valores listados en la Tabla 3.7, se grafica la curva de longitud media de intersección en función de la temperatura para cada tiempo de austenizado y tratamiento previo (Figura 3.17). Esta curva se superpone con aquella correspondiente a austenizados de 1 h sin normalizado previo (SN).



**Figura 3.17** Longitud media de intersección en función del ciclo realizado

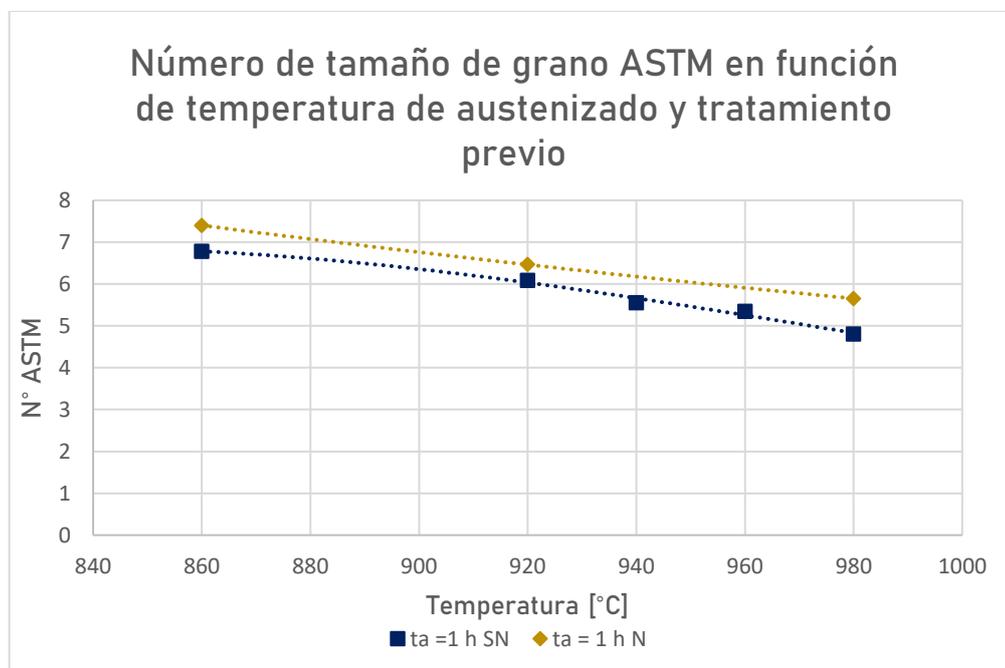
En la Figura 3.17 se observa que las probetas normalizadas tienen un tamaño de grano austenítico menor (a todas las temperaturas de austenizado) que aquellas sin tratamiento previo. Estos resultados permiten verificar que el normalizado efectivamente refina el grano.

Se puede observar que la curva correspondiente a las probetas normalizadas (curva amarilla) tiene un carácter casi lineal. Esto significa que la variación del tamaño de grano con la temperatura de austenizado es menor que en el caso de las probetas no normalizadas y austenizadas por la misma cantidad de tiempo (curva azul). Se podría decir entonces que el normalizado “protege” contra los cambios del tamaño de grano austenítico posteriores, debidos a variaciones en los ciclos de tratamientos térmicos de austenizado.

La ecuación de la longitud media de intersección en función de la temperatura de austenizado, para un tiempo de austenizado de 1 hora, con un normalizado previo, en un rango de temperaturas de entre 860°C y 980°C resulta:

$$\bar{l} = 0,0002 T_a^2 - 0,2337 T_a + 63,097 \quad (3.5)$$

En la Figura 3.18 se observan la variación del número de tamaño de grano ASTM en función de la temperatura, tiempo de austenizado y tratamiento térmico previo.



**Figura 3.18** Número de tamaño de grano ASTM en función del ciclo realizado

La ecuación del número de tamaño de grano ASTM, para un tiempo de austenizado de 1 hora, con un normalizado previo y en un rango de temperaturas de entre 860°C y 980°C resulta:

$$N^{\circ} ASTM = 2 * 10^{-5} T_{\alpha}^2 - 0,0472 T_{\alpha} + 34,867 \quad (3.6)$$

### **3.4. Conclusiones**

Los resultados obtenidos permiten alcanzar las siguientes conclusiones:

- Se logró observar y cuantificar la variación del tamaño de grano austenítico en función de la temperatura de austenizado. A partir del aumento de la temperatura, para un mismo tiempo de mantenimiento, el tamaño de grano austenítico también aumenta, observándose también un incremento en su variación (pendiente de la curva) en el caso de las muestras no normalizadas.
- Se logró analizar la influencia del tiempo de austenizado sobre el TG austenítico. Incrementando el tiempo, para mismas temperaturas de austenizado, el tamaño de grano aumenta. Sin embargo, en el caso de las muestras sin normalizar, la diferencia se reduce a medida que aumentan las temperaturas de austenizado. Es decir, para  $T_{\alpha}$  más elevadas, el tiempo tiene menor influencia sobre el tamaño de grano.
- Se logró observar la variación del tamaño de grano austenítico cuando se realiza un tratamiento térmico previo de normalizado. Para distintas temperaturas de austenizado, aquellas probetas normalizadas presentaron menor variación del tamaño de grano, en comparación a aquellas no normalizadas. Es decir, el tratamiento previo (normalizado) protegió contra el crecimiento de grano debido a tratamientos posteriores (austenizado a temperaturas variables).

## **CAPÍTULO 4**

### **INFLUENCIA DEL TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO EN LA CINÉTICA DE TRANSFORMACIÓN**

---

#### **4.1. Introducción**

El objetivo del presente capítulo es identificar las diferencias en las transformaciones de la austenita durante su enfriamiento continuo al variar el tamaño de grano austenítico previo. Para ello, se comparan las transformaciones de una muestra de grano refinado con las de una de grano grueso, determinando la evolución de la dureza y la microestructura en función de la velocidad de enfriamiento.

Para observar la variación en la microestructura, se realizó un ensayo Jominy, a partir del cual es posible analizar el efecto de la velocidad de enfriamiento. A partir de los resultados obtenidos del Capítulo 3, se escogieron dos tratamientos térmicos correspondientes a tamaños de grano que se encuentren en los extremos del rango obtenido.

Se debe tener en cuenta que, el contenido de carbono disuelto en la austenita depende de la temperatura de austenizado. Esto puede influir sobre la microestructura. Dado que en el presente capítulo se busca analizar la influencia del tamaño de grano de la austenita, y no de su contenido de carbono, se toman medidas para eliminar esta variable.

#### **4.2. Metodología experimental**

##### **4.2.1. Tratamientos térmicos**

Los tratamientos térmicos realizados en el presente capítulo consisten en un austenizado por un tiempo determinado y un enfriamiento acorde al ensayo Jominy (Ver *Sección 1.3.5. Templabilidad – Ensayo Jominy*). A partir de los resultados obtenidos en el Capítulo 3 se decidió realizar los siguientes tratamientos:

Para analizar la influencia de un grano austenítico refinado, a la primera probeta Jominy se le realizó un normalizado. Este proceso constó de un primer austenizado a 920°C y un enfriamiento posterior en aire. Luego, la probeta se austenizó a 860°C (temperatura con la cual se obtuvo el menor tamaño de grano) por 1 h y finalmente se realizó el ensayo Jominy.

Para analizar la influencia de un grano austenítico grueso, la segunda probeta Jominy se austenizó a 980°C por 1 h (dado que no se vió una gran diferencia entre la probeta

austenizada por 1 h y 10 h se escogió el menor tiempo de mantenimiento). Como ya se mencionó, al austenizar a 980°C, el contenido de carbono de la austenita es mayor que austenizando a 860°C. Es por ello que, una vez que el grano creció (manteniendo por 1 h a la temperatura de austenizado), se trasladó la probeta Jominy a una segunda mufla, a una temperatura de 860°C, por 1 h. Por medio de este proceso, el contenido de carbono se igualó para ambas probetas, y es posible ver el efecto aislado del tamaño de grano austenítico. Esto se debe a que, una vez que el grano crece, aunque se lo lleve a una temperatura menor, no podrá reducirse el TG, pero su contenido de carbono sí disminuye. Una vez que la segunda probeta Jominy se llevó a 860°C por 1 h, se realizó el ensayo Jominy.

En la Tabla 4.1 se observan los tratamientos realizados a cada una de las probetas (Probeta 1: grano refinado – Probeta 2: grano grueso) donde  $T_c$  y  $t_c$  se refieren a la temperatura y el tiempo de mantenimiento para lograr un porcentaje de carbono igual en ambos casos.

**Tabla 4.1** Descripción de tratamientos térmicos realizados a dos probetas Jominy

	Tratamiento térmico previo	Ta [°C]	ta [h]	Tc [°C]	tc [h]	Enfriamiento
Probeta 1	Normalizado	860	1	-	-	Según ensayo Jominy
Probeta 2	-	920	1	860	1	

#### **4.2.2. Medición de dureza y análisis microestructural**

Luego del ensayo, en cada probeta Jominy se rectificaron dos generatrices ubicadas 180° una de otra. En una de las caras, se tomaron mediciones de dureza, para así obtener dos curvas Jominy. La segunda cara se pulió metalográficamente para así poder observar las diferencias en la evolución microestructural a medida que se baja la velocidad de enfriamiento (aumenta la distancia Jominy).

Para medir durezas a lo largo de las caras rectificadas se utilizó el método Rockwell, el cual es uno de los métodos más utilizados para determinar dureza. Esto se debe a que es un método simple, rápido y puede ser utilizado para la mayoría de los metales y aleaciones. Este método consiste en la medición (automática) de la profundidad adicional que penetra un indentador debido a una carga, más allá de la profundidad obtenida por medio de una precarga previamente aplicada. La precarga otorga al método una mayor precisión. El método Rockwell cuenta con distintas escalas (relacionadas a la carga aplicada y el tipo de indentador utilizado) cuyo uso depende del tipo de material en cuestión y objetivo de la medición. En la Tabla 4.2 se detallan las aplicaciones de cada una de las escalas Rockwell. Dado que el material utilizado es una fundición de hierro, se empleó el método Rockwell C [46].

**Tabla 4.2** Aplicaciones de las escalas Rockwell [46]

Scale(a)	Typical applications
B	Copper alloys, soft steels, aluminum alloys, malleable iron
C	Steel, hard cast irons, pearlitic malleable iron, titanium, deep case-hardened steel, and other materials harder than HRB 100
A	Cemented carbides, thin steel, and shallow case-hardened steel
D	Thin steel and medium case-hardened steel and pearlitic malleable iron
E	Cast iron, aluminum and magnesium alloys, bearing metals
F	Annealed copper alloys, thin soft sheet metals
G	Phosphor bronze, beryllium copper, malleable irons. Upper limit is HRG 92, to avoid possible flattening of ball.
H	Aluminum, zinc, lead
K, L, M, P, R, S, V	Bearing metals and other very soft or thin materials. Use smallest ball and heaviest load that do not give anvil effect.

(a) The N scales of a superficial hardness tester are used for materials similar to those tested on the Rockwell C, A, and D scales, but of thinner gage or case depth. The T scales are used for materials similar to those tested on the Rockwell B, F, and G scales, but of thinner gage. When minute indentations are required, a superficial hardness tester should be used. The W, X, and Y scales are used for very soft materials.

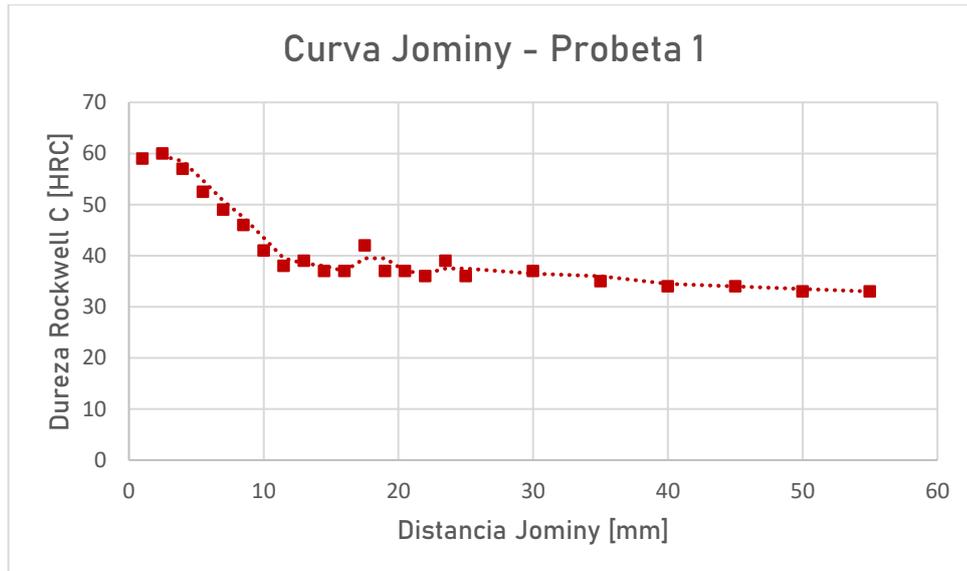
La medición de durezas se llevó a cabo siguiendo las normativas del ensayo Jominy. En un extremo rectificado, se midió la dureza a 1 mm del extremo templado (extremo enfriado directamente con agua), y a partir de este punto, se midió cada 1,5 mm hasta llegar a los 25 mm. Luego, se avanzó cada 5 mm hasta los 55 mm de distancia del extremo templado (dj).

Con respecto al análisis metalográfico, una vez que la segunda cara rectificada (de cada probeta) se pulió, se las atacó con Nital al 2%, y se analizaron las micrografías a distancias del extremo templado correspondientes a las mediciones de dureza.

Por otro lado, por medio del análisis microestructural, es posible observar la diferencia en el tamaño de grano de la austenita previa, es decir, verificar si las muestras efectivamente tienen los tamaños de grano de austenita previa deseados. Con este objetivo se utilizaron dos métodos. Esta verificación es necesaria para aseverar que la variación de resultados entre las dos probetas se deba, efectivamente, a una diferencia en el tamaño de grano previo. Los métodos utilizados para obtener un valor aproximado del tamaño de grano austenítico consistieron en la medición de la máxima longitud de las placas martensíticas y la determinación del diámetro de algunos granos cuyos límites estaban delimitados por ferrita.

### 4.3. Resultados y discusiones

Los resultados de las mediciones de dureza en función de la distancia al extremo templado de la probeta 1 (grano refinado de aproximadamente 24,62  $\mu\text{m}$ ) se pueden observar en la Figura 4.1.



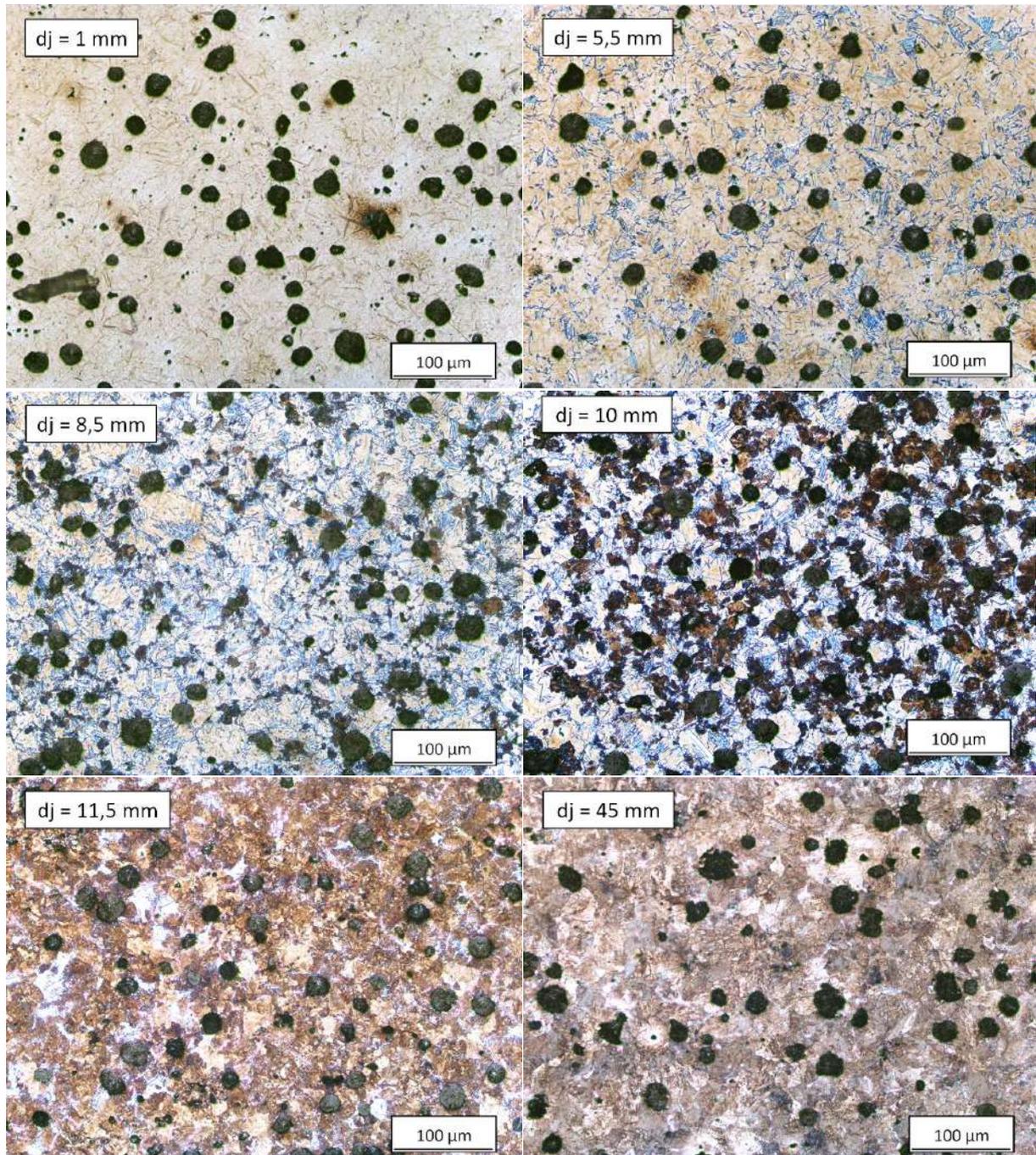
**Figura 4.1** Curva de dureza en función de la distancia al extremo templado de la probeta 1 (grano refinado)

Según lo visto en la *Sección 1.3.5. Templabilidad*, en las curvas Jominy, se observa el valor máximo de dureza alrededor del extremo templado. Esto se debe a la presencia de martensita, por rápido enfriamiento de la superficie. Una vez que nos alejamos de dicho extremo, la velocidad de enfriamiento es menor y, en consecuencia, una vez que se alcanza una distancia crítica, la dureza comienza a disminuir, hasta llegar a un valor aproximadamente constante. En la Figura 4.1 se observa que la dureza disminuye rápidamente, conservando un valor de aproximadamente 60 HRC por sólo los primeros 4 mm desde el extremo templado. A partir de este valor, la dureza comienza a disminuir con una pendiente elevada, hasta los 11,5 mm donde se hace casi constante.

Este comportamiento (rápida y temprana disminución de la dureza) corresponde a un material con baja templabilidad. Es decir, es necesaria una alta velocidad de enfriamiento para obtener martensita.

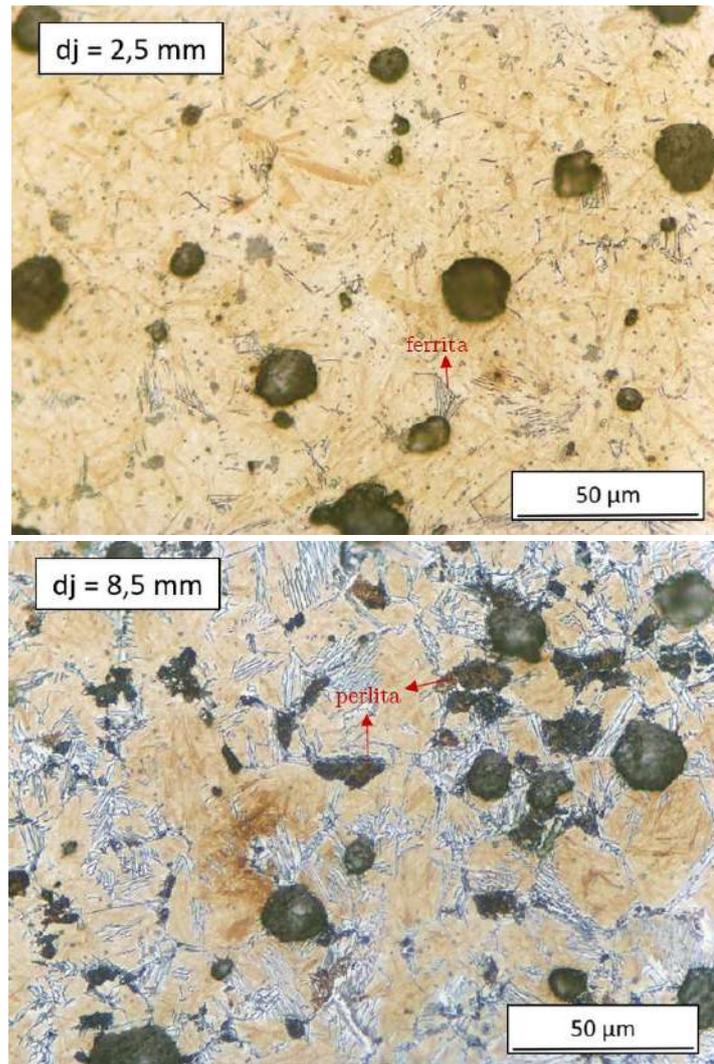
A fines de analizar la influencia de la microestructura en la dureza, en la Figura 4.2 se observan las micrografías correspondientes a distintas distancias del extremo templado. Cerca del extremo templado, se observa una microestructura completamente martensítica ( $d_j = 1$  mm). A medida que la distancia aumenta, se comienza a observar ferrita ( $d_j = 5,5$  mm) en la microestructura, la cual crece en los bordes de grano y se extiende hacia adentro de los mismos. La disminución del porcentaje de martensita (alta dureza) y el incremento del de ferrita (baja dureza) explican la caída en la curva Jominy (Figura 4.1). Alejándose más del extremo, se comienzan a observar las primeras colonias de perlita ( $d_j = 8,5$  mm). El porcentaje de perlita sigue aumentando hasta que la microestructura es casi completamente perlítica ( $d_j = 11,5$  mm). Una vez que se llega a este punto, la dureza deja de disminuir tan

abruptamente, y, a distancias mucho mayores ( $d_j = 45$  mm) su valor se conserva en aproximadamente 35 HRC. Esto ocurre debido a que ya no existen cambios considerables en la microestructura, productos de la variación de la velocidad de enfriamiento.



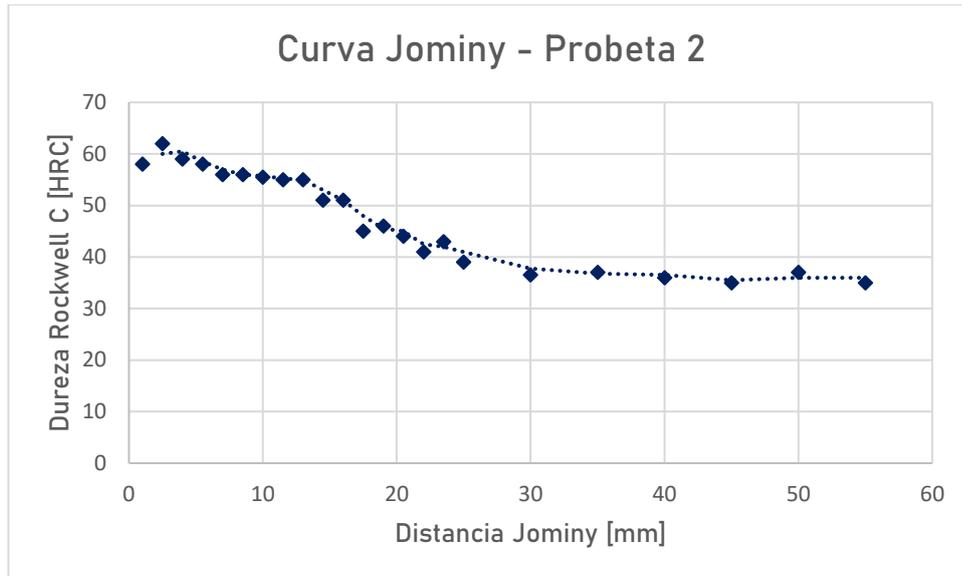
**Figura 4.2** Micrografías de la probeta Jominy 1 (grano refinado) a distintas distancias del extremo templado

A continuación, se observan imágenes de la primera ferrita ( $d_j = 2,5$  mm) y las primeras colonias de perlita ( $d_j = 8,5$  mm).



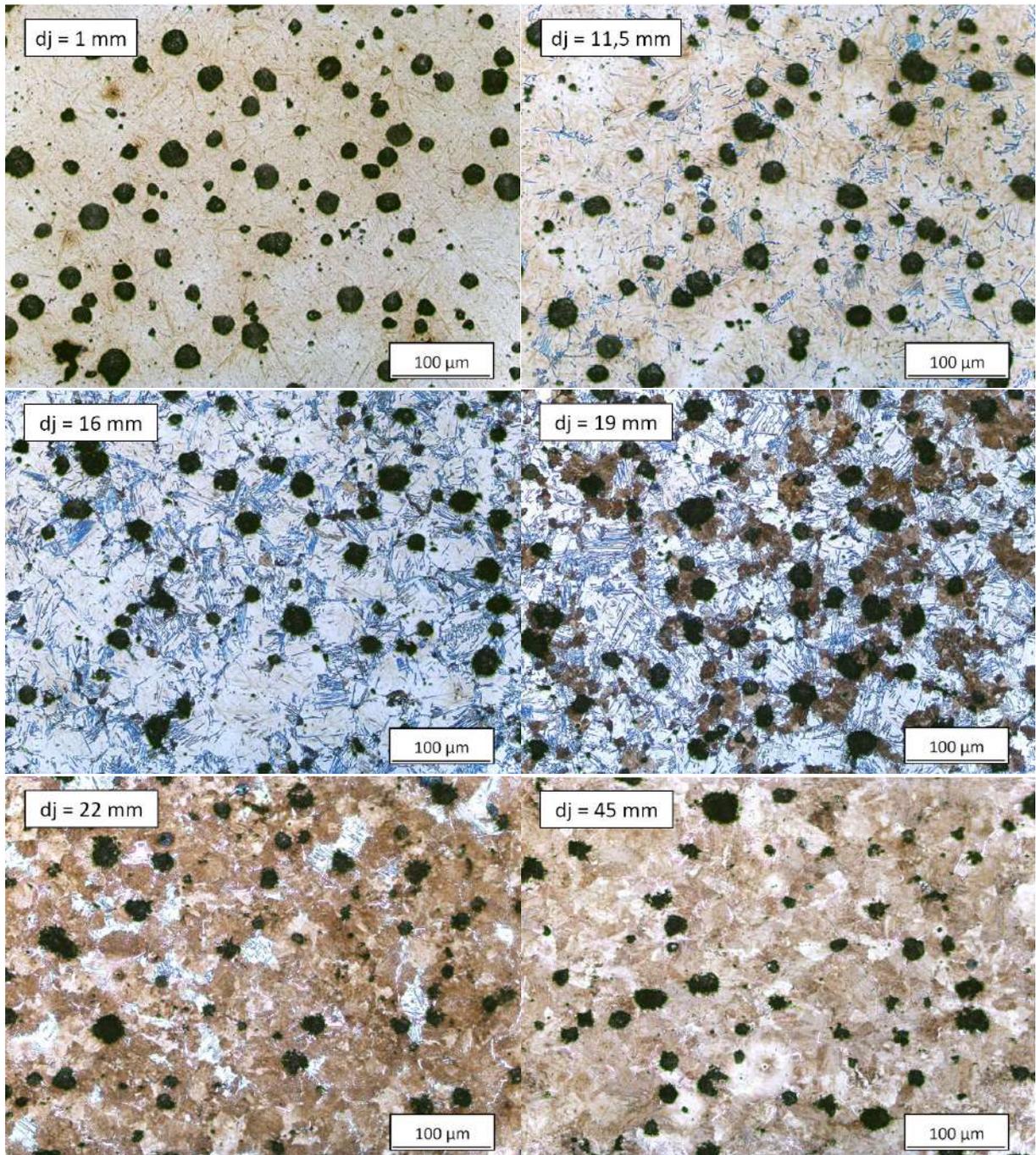
**Figura 4.3** Primera ferrita y perlita observada en la probeta Jominy 1

Por otro lado, se presenta la curva Jominy de la probeta 2 (grano grueso de aproximadamente 60,46 μm) en la Figura 4.4. Se observa que el valor de dureza permanece aproximadamente constante hasta una distancia al extremo templado de 13 mm. A partir de este valor, la dureza disminuye lentamente, hasta llegar a un valor final de 35 HRC. Este comportamiento (lenta y tardía disminución de la dureza) corresponde a un material de alta templabilidad. En este tipo de materiales, las velocidades de enfriamiento necesarias para generar martensita son relativamente bajas.



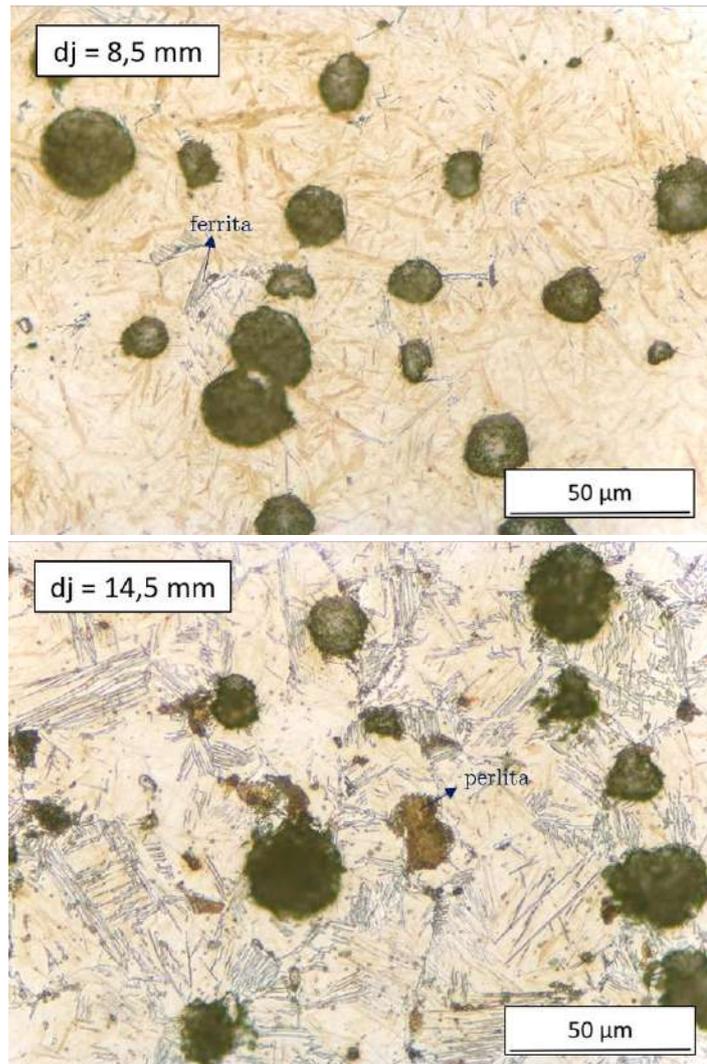
**Figura 4.4** Curva de dureza en función de la distancia al extremo templado de la probeta 2 (grano grueso)

En la Figura 4.5 se observan las micrográficas de la probeta 2, a distintas distancias del extremo templado. En las cercanías del extremo templado ( $d_j = 1$  mm), se aprecia una microestructura totalmente martensítica, la cual se mantiene hasta los 11,5 mm aproximadamente, distancia a la cual se empieza a observar ferrita. Una vez que este porcentaje de ferrita se hace considerable, se comienza a ver un efecto en la curva de dureza. Esto ocurre a los 13 mm según ya se mencionó. Avanzando más sobre la probeta, aparecen algunas colonias de perlita ( $d_j = 16$  mm). El porcentaje de perlita aumenta, y, a los 22 mm del extremo templado, la estructura es casi completamente perlítica.



**Figura 4.5** Micrografías de la probeta Jominy 2 (grano grueso) a distintas distancias del extremo templado

A continuación, se observan imágenes de la primera ferrita ( $d_j = 8,5 \text{ mm}$ ) y las primeras colonias de perlita ( $d_j = 14,5 \text{ mm}$ ).



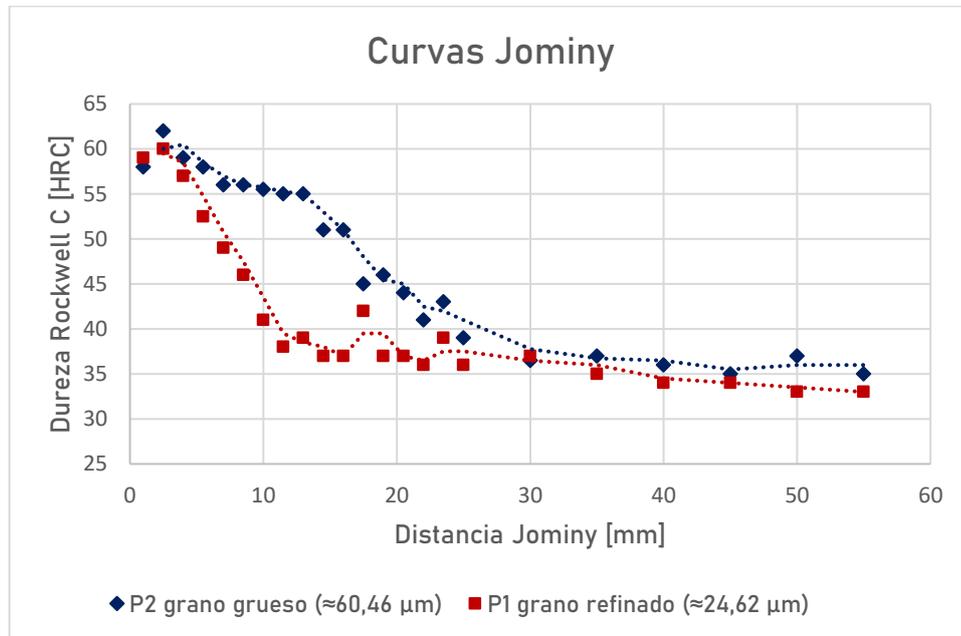
**Figura 4.6** Primera ferrita y perlita observada en la probeta Jominy 2

Una vez analizadas las curvas de manera independiente, se procede a comparar ambas curvas de dureza, y las microestructuras correspondientes. En la Figura 4.7 se observan ambas curvas (probetas 1 y 2) superpuestas.

Como ya fue mencionado, la templabilidad de la probeta 2 (grano grueso) es mayor a la de la probeta 1, dada la diferencia en la disminución de la dureza. Según lo explicado en la *Sección 1.3.5. Templabilidad*, esto se debe a que, mientras más fino sea el grano, existen más sitios para que nucleee ferrita o perlita, proporcionados por los bordes de grano de la austenita. La nucleación y crecimiento de microconstituyentes de alta temperatura, como ferrita y perlita, aunque sea parcial (no alcance a transformar la totalidad de la austenita) reducen la dureza resultante, y, en consecuencia, disminuye la templabilidad [27].

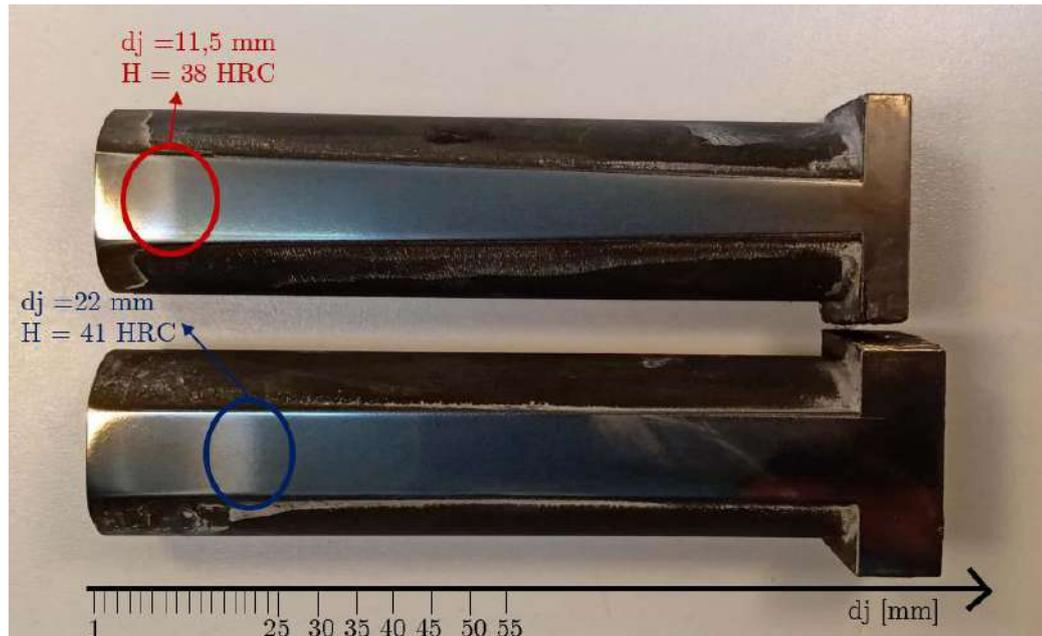
Por otro lado, se observa que los valores iniciales (extremo templado) y finales (55 mm del extremo templado) de ambas probetas son muy similares. Esto es esperable, ya que la dureza de la martensita depende en mayor medida del contenido de C de la

austenita y el tratamiento térmico procuró que ambas muestras tuvieran el mismo valor antes de su enfriamiento. La influencia del tamaño de grano sobre la dureza de la martensita es muy baja. De la misma manera, la dureza lejos del extremo templado es la que corresponde a la perlita, cuya dureza depende mayormente del espaciamiento interlaminar, y en escasa medida del tamaño de las colonias.



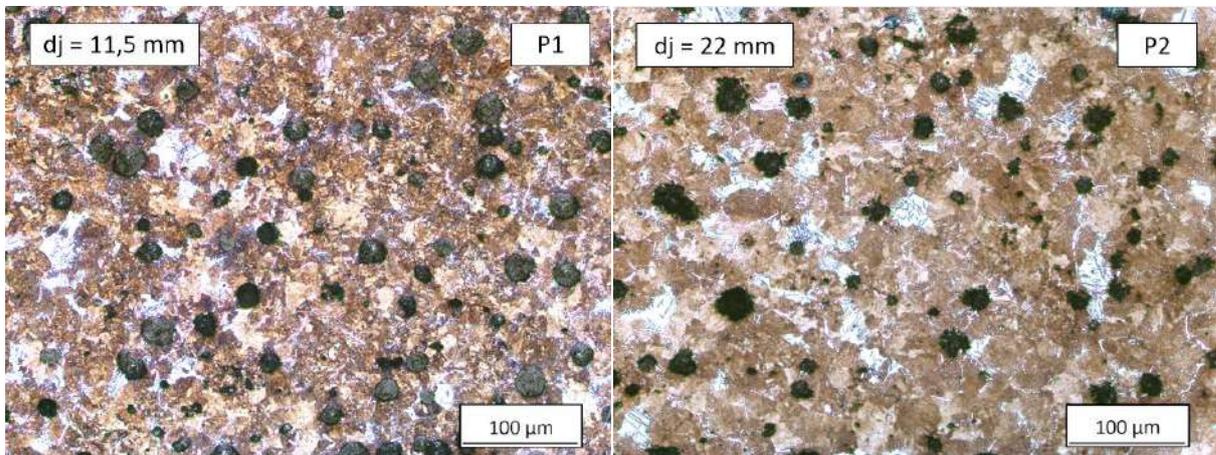
**Figura 4.7** Curva de dureza en función de la distancia al extremo templado (Probetas 1 y 2)

El cambio en la templabilidad no sólo se puede observar en la curva de dureza, sino que se puede ver a simple vista en las probetas atacadas con Nital 2% (Figura 4.8). Como se puede apreciar, en ambas probetas existe un cambio de opacidad a partir de cierto punto. Sin embargo, en la probeta con grano refinado (superior), este cambio ocurre mucho antes. El cambio (en ambas probetas) se debe a que la perlita se ataca más que la martensita, por lo que, una vez que la microestructura es perlítica en su mayoría, existe una variación apreciable del color de la muestra.



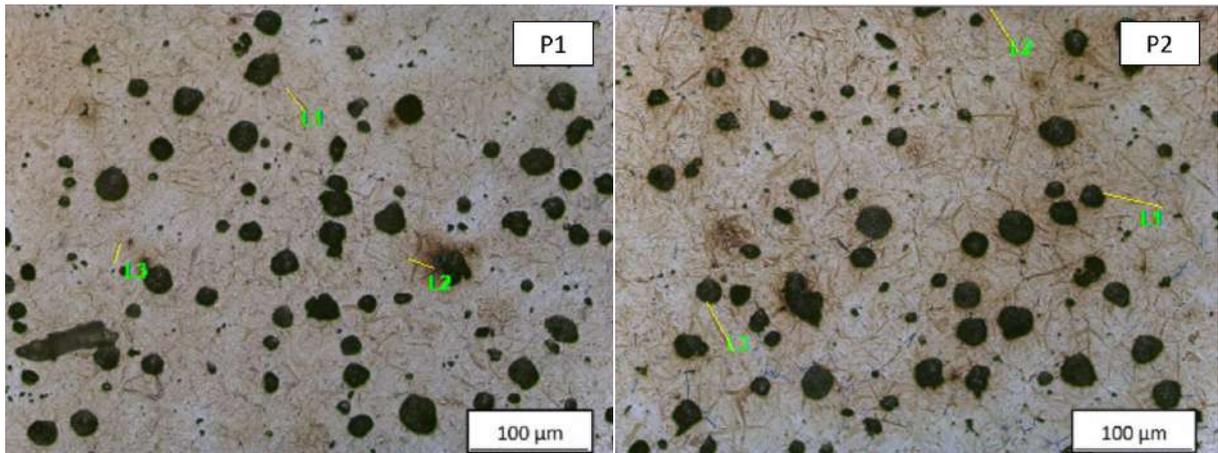
**Figura 4.8** Probetas Jominy 1 (superior) y 2 (inferior) atacadas con nital 2%

Según se observa en la Figura 4.8 el cambio de color ocurre a los 11,5 mm en la probeta 1 (grano refinado) y a los 22 mm en la probeta 2 (grano grueso). En este punto, ambas probetas presentan una dureza similar (38 HRC y 41 HRC) debido a que su microestructura también es similar (Ver Figura 4.9).



**Figura 4.9** Microestructura perlítica de ambas probetas

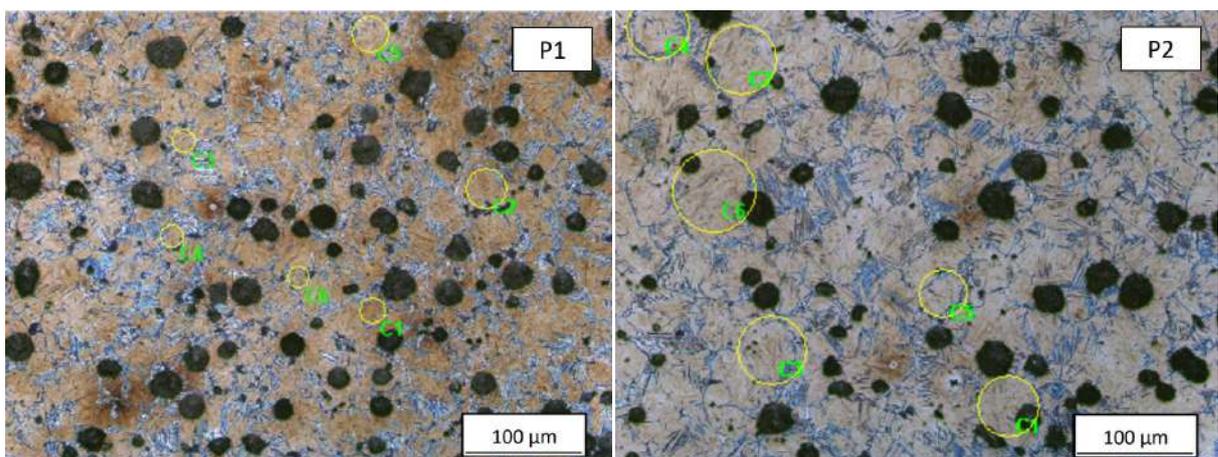
Por otro lado, según se explicó en la metodología experimental, se verificó la diferencia en el tamaño de grano por medio de la medición de la máxima longitud de las placas martensíticas y del diámetro de aquellos granos suficientemente remarcados por ferrita. En la Figura 4.10 se observa la medición de dichas placas.



**Figura 4.10** Medición de la máxima longitud de las placas martensíticas

A partir de 3 mediciones de la máxima longitud de las placas martensíticas, se obtuvo un tamaño de grano austenítico aproximado de 22,9 µm, para el caso de la probeta con grano refinado (P1), y de 49,7 µm para el caso de la probeta con grano grueso (P2). Estos valores, aunque no son con exactitud los calculados anteriormente (24,62 µm y 60,46 µm) demuestran que existe una diferencia importante en el tamaño de grano de ambas probetas. Esto asegura que los cambios en la dureza se deban al grano austenítico, ya que es la única variable en ambas muestras.

Por otro lado, también es posible obtener un tamaño de grano aproximado a partir del contenido de ferrita, que delimita los granos austeníticos. Dado que las probetas no fueron mantenidas en el rango intercrítico, la ferrita no delimita correctamente el mayor porcentaje de los granos, por lo que no es posible realizar el proceso especificado por la norma ASTM. Sin embargo, sí se puede encontrar una porción pequeña de granos delimitados, cuyo tamaño puede ser aproximado por el diámetro de la circunferencia que lo comprenda. Esto se puede observar en la Figura 4.11.



**Figura 4.11** Medición del tamaño de grano austenítico aproximado por medio de circunferencias

Con este método, se obtuvieron tamaños de grano aproximados de 24,56 µm (P1) y 57,7 µm (P2). Dichos valores se asemejan más a los calculados en el Capítulo 3 (24,62

$\mu\text{m}$  y  $60,46 \mu\text{m}$ ) y nuevamente demuestran la diferencia en tamaño de grano de ambas probetas, lo cual se traduce en cambios en la templabilidad.

#### **4.4. Conclusiones**

A partir de los resultados obtenidos en el presente capítulo, se llegó a las siguientes conclusiones:

- Se logró observar las diferencias en las curvas Jominy de dos probetas cuya única diferencia fue el tamaño de grano de la austenita previa. Se concluyó que, si aumenta el tamaño de grano, aumenta también la templabilidad del material.
- Se logró relacionar las diferencias de templabilidad con el retraso en las transformaciones microestructurales. La probeta con mayor tamaño de grano, y, en consecuencia, con mayor templabilidad, mantuvo su microestructura martensítica por distancias al extremo templado mayores que la probeta con grano refinado.
- Se logró comprobar, por medio de mediciones aproximadas, que el tamaño de grano logrado en las probetas Jominy es del orden del calculado en el Capítulo 3. Esto demuestra que existe una diferencia apreciable en los tamaños de grano austeníticos, que influye en los resultados ya analizados.



## **CAPÍTULO 5**

### **CONCLUSIONES Y OBSERVACIONES FINALES**

---

#### **5.1. Aportes académicos**

A raíz del presente trabajo final de grado, surgen algunos aportes académicos, los cuales se detallan en esta sección.

- Un aporte inmediato es el nuevo conocimiento sobre las técnicas de revelado del grano austenítico previo en fundiciones de hierro. Por medio de la nucleación de ferrita, a partir de tratamientos que hacen uso del intervalo intercrítico del material, es posible observar y cuantificar el TG austenítico previo. Aunque este trabajo se centre en una aleación en específico, sienta las bases para futuras exploraciones de distintas aleaciones, definiendo un proceso que, con ciertas modificaciones, puede ser aplicado a fundiciones de hierro con grafito esferoidal con composiciones químicas diferentes. Una vez cuantificado, la comparación de la templabilidad de muestras con distinto TG contribuye al conocimiento de las FE.
- Los programas de cálculo mediante software específico son muy utilizados para predecir la microestructura luego de tratamientos térmicos. Estos programas precisan, además de la especificación de los parámetros del tratamiento, de datos del material, como su composición química, tamaño de grano, y demás. Con los datos obtenidos del presente trabajo, se amplía la información existente sobre el TG austenítico, además de desarrollarse un método de revelado de grano que puede ayudar en futuros estudios a su cuantificación. Por medio de la variación de la temperatura de austenizado, se obtuvieron ecuaciones que caracterizan el TG (en un rango determinado), las cuales pueden ser utilizadas como referencia en un futuro. Estas ecuaciones, en principio de 2 variables, pueden ser ampliadas a múltiples variables en próximos trabajos, teniendo en cuenta el tiempo de austenizado, conteo nodular, y demás, y de esta manera generando un conocimiento más completo del TG austenítico y su influencia en las transformaciones en estado sólido en las FE. Por medio de software, con estos datos, es posible estimar la microestructura obtenida luego de tratamientos térmicos, y por ende las propiedades mecánicas del material.

#### **5.2. Aportes a la formación personal**

Se destacan los siguientes aportes al crecimiento personal:

- Se logró obtener conocimientos específicos sobre las fundiciones de hierro, su rango intercrítico y la importancia del TG austenítico.

- Se trabajó en un entorno de investigación donde fue posible aprender de profesionales que desempeñan sus labores en el INTEMA. Esto brindó una valiosa perspectiva y permitió ampliar los conocimientos teóricos y prácticos fundamentales para el desarrollo del trabajo.
- Se adquirió conocimiento acerca del funcionamiento y mantenimiento de hornos eléctricos tipo mufla, involucrando la instalación de un nuevo controlador y termocuplas. Además, se relevó la curva de temperatura vs tiempo en vacío de uno de los hornos empleados, como requisito previo para diseñar los ciclos de tratamientos térmicos. Este trabajo se describe en más profundidad en el *Anexo II: Caracterización de horno eléctrico*.

### **5.3. Limitaciones y recomendaciones a futuro**

Es esencial reconocer que el presente trabajo presenta ciertas limitaciones que deben ser consideradas para una comprensión completa de los resultados obtenidos. Todos los resultados son específicos para el material empleado, que posee una composición química y una microestructura de partida específicas. Por lo tanto, si bien la metodología de revelado del borde de grano desarrollada debería ser aplicable a FE de otras composiciones químicas, los valores específicos de temperaturas y tiempos de mantenimiento deben ser determinados en cada caso.

En lo que respecta al crecimiento de grano, aun cuando se espera que FE de distinta composición química muestren un comportamiento similar al observado, debe señalarse que los TG obtenidos son, también, específicos para esta aleación. Por lo tanto, se recomienda que trabajos futuros tengan por objetivo la identificación de la influencia de la composición química sobre el crecimiento y refinación del grano. Como se dijera, los resultados son específicos también para una dada microestructura de partida. La característica microestructural inicial que podría afectar significativamente la tendencia al crecimiento de grano y su influencia sobre las transformaciones en estado sólido es el tamaño y conteo nodular, es decir, la cantidad y tamaño de las partículas de grafito. Un estudio datado de 1977, cuya extensión es muy resumida, concluye que los nódulos de grafito tienden a inhibir el crecimiento del grano austenítico. Los autores observaron que, en las fundiciones de hierro, los granos austeníticos más pequeños se encuentran alrededor de las inclusiones de grafito. Debido a esto, el tamaño de grano medido depende del tamaño nodular, el conteo de nódulos y la nodularidad. Por lo tanto, existe una base razonable para considerar pertinente una futura investigación que clarifique el rol del conteo nodular sobre el crecimiento de grano [47].

Por último, como se mencionó anteriormente, dado que los granos austeníticos no están completamente delimitados, esto lleva a una sobreestimación del TG. En un

futuro, se recomienda mejorar el método de delimitación, para obtener una mayor cantidad de BG observados.



## Anexo I - Análisis estadístico de la medición del tamaño de grano

---

### Procedimiento general

Para que se considere aceptable el cálculo del número de tamaño de grano ASTM, es necesario que la precisión relativa porcentual sea menor a un 10%. Para obtener dicho valor es necesario primero calcular la desviación estándar, la cual se obtiene para cada parámetro como:

$$s_P = \left[ \frac{\sum (\overline{P}_{Li} - \overline{P}_L)^2}{n - 1} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (6.1)$$

$$s_l = \left[ \frac{\sum (\overline{l}_i - \overline{l})^2}{n - 1} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (6.2)$$

donde:

- $\overline{P}_{Li}$  es el número de intersecciones de borde de grano por unidad de longitud de la línea de prueba de la Zona "i" (donde i representa las Zonas A a E)
- $\overline{P}_L$  es el valor medio del número de intersecciones de borde de grano por unidad de longitud de la línea de prueba (es decir, el promedio considerando las Zonas A a E)
- $\overline{l}_i$  es la longitud media de intersección (o valor medio de intersección lineal) de la Zona "i"
- $\overline{l}$  es el valor medio de la longitud media de intersección
- $n$  es el número de mediciones o campos considerados (en este caso, las Zonas A a E, es decir, 5 campos)

Luego, se calcula el intervalo de confianza de 95%, el cual se puede obtener como:

$$95\%CI = \frac{t * s}{\sqrt{n}} \quad (6.3)$$

donde t es función del número de campos (en nuestro caso 5), y se obtiene de la siguiente tabla (obtenida de la norma ASTM [41]):

**Tabla 6.1** Multiplicadores del intervalo de confianza de 95%

N° de campos, n	t	N° de campos, n	t
5	2,776	13	2,179
6	2,571	14	2,160
7	2,447	15	2,145
8	2,365	16	2,131
9	2,306	17	2,120
10	2,262	18	2,110
11	2,228	19	2,101
12	2,201	20	2,093

Dado que el número de intervalos es igual a 5, se usa un valor de t de 2,776.

Por último, la precisión relativa porcentual se calcula como:

$$\%RA = \frac{95\%CI}{\overline{P}_L} * 100 \quad (6.4)$$

$$\%RA = \frac{95\%CI}{\overline{l}} * 100 \quad (6.5)$$

A continuación, se observan todos los valores obtenidos correspondientes a la medición del TG austenítico de los capítulos 2 y 3.

## Capítulo 2

En la Tabla 6.2 se observan los valores de número de intersecciones por unidad de longitud y longitud media de intersección de la medición llevada a cabo en la *Sección 2.3.2. Medición del tamaño de grano austenítico* (ciclo térmico; 920°C 1 h, 780°C 5 h, enfriada en aire). Los valores corresponden al procedimiento de intersección lineal de Heyn (PILH) y al procedimiento de Abrams de tres círculos (PA3C).

**Tabla 6.2** Valores de  $\overline{P}_L$ ,  $\overline{l}$  (zonas A a E),  $\overline{P}_L$  y  $\overline{l}$  correspondientes a los procedimientos de Heyn y Abrams (920°C 1 h, 780°C 5 h)

	$\overline{P}_{LA}$	$\overline{P}_{LB}$	$\overline{P}_{LC}$	$\overline{P}_{LD}$	$\overline{P}_{LE}$	$\overline{P}_L$
<b>PILH</b>	28,50	28,17	29,83	31,50	29,17	<b>29,434</b>
<b>PA3C</b>	26,10	26,70	26,70	24,90	24,40	<b>25,760</b>
	$\overline{l}_A$	$\overline{l}_B$	$\overline{l}_C$	$\overline{l}_D$	$\overline{l}_E$	$\overline{l}$
<b>PILH</b>	0,03509	0,0355	0,03352	0,03175	0,03429	<b>0,03403</b>
<b>PA3C</b>	0,03832	0,03745	0,03745	0,04016	0,04098	<b>0,03887</b>

Los valores calculados correspondientes al análisis estadístico se observan en la Tabla 6.3.

**Tabla 6.3** Parámetros estadísticos correspondientes a los procedimientos de Heyn y Abrams (920°C 1 h, 780°C 5 h)

	$s_P$	$s_l$	95%CI <sub>P</sub>	95%CI <sub>l</sub>	%RA <sub>P</sub> [%]	%RA <sub>l</sub> [%]
<b>PILH</b>	1,3208	0,001486	1,6397	0,001845	<b>5,57</b>	<b>5,42</b>
<b>PA3C</b>	1,0573	0,001617	1,3126	0,002007	<b>5,10</b>	<b>5,16</b>

La precisión relativa porcentual (%RA) para ambos métodos resultó menor a 10%, por lo que se considera aceptable la medición.

### Capítulo 3

A continuación, se detalla el análisis estadístico de los valores de tamaño de grano obtenidos a partir de los tratamientos térmicos descritos en el Capítulo 3.

Se analizó inicialmente la primera serie de tratamientos térmicos (ciclos 11 a 15: **ta = 1 h**). Los valores obtenidos de longitud media de intersección ( $\bar{l}$ ) para cada zona correspondiente a cada temperatura de austenizado, se observan en la Tabla 3.2. Por otro lado, los valores promedio ( $\bar{l}$ ), así como también los parámetros de desviación estándar, intervalo de confianza de 95% y la precisión relativa porcentual se encuentran en la Tabla 6.4.

**Tabla 6.4** Parámetros estadísticos (de la variable  $\bar{l}$ ) correspondientes a ciclos de austenizado (860°C a 980°C) de 1 h

Ta [°C]	ta [h]	$\bar{l}$ [μm]	$s_l$	95%CI <sub>l</sub>	%RA <sub>l</sub> [%]
<b>860</b>	<b>1</b>	30,52	1,09	1,35	4,42
<b>920</b>	<b>1</b>	38,87	1,62	2,01	5,16
<b>940</b>	<b>1</b>	46,66	1,09	1,35	2,90
<b>960</b>	<b>1</b>	50,23	2,24	2,78	5,53
<b>980</b>	<b>1</b>	60,46	4,06	5,04	8,34

Todos los valores de %RA son menores al 10% requerido por la norma, por lo que la medición se considera aceptable. Dado que el número de tamaño de grano ASTM se calcula a partir de la longitud media de intersección, sería suficiente el cálculo ya realizado de %RA, sin embargo, en la Tabla 6.5, se observan los valores para el parámetro  $\overline{P_L}$  (los valores de  $\overline{P_L}$  correspondientes a cada zona se encuentran en la Tabla 3.2).

**Tabla 6.5** Parámetros estadísticos (de la variable  $\overline{P_L}$ ) correspondientes a ciclos de austenizado (860°C a 980°C) de 1 h

Ta [°C]	ta [h]	$\overline{P_L}$ [int/mm]	$s_P$	95%CI <sub>P</sub>	%RA <sub>P</sub> [%]
860	1	32,80	1,18	1,47	4,47
920	1	25,76	1,06	1,31	5,10
940	1	21,44	0,51	0,64	2,97
960	1	19,94	0,90	1,12	5,60
980	1	16,60	1,11	1,38	8,33

Luego, se realizó el análisis estadístico de la segunda serie de ciclos del Capítulo 3 (ciclos 16 a 18: **ta = 10 h**). Los valores obtenidos de longitud media de intersección ( $\overline{l}$ ) y número de intersecciones de borde de grano por unidad de longitud de la línea de prueba ( $\overline{P_L}$ ) para cada zona correspondiente a cada temperatura de austenizado se observan en la Tabla 3.4. Los valores promedio ( $\overline{l}$  y  $\overline{P_L}$ ), la desviación estándar, el intervalo de confianza de 95% y la precisión relativa porcentual, se encuentran en las Tablas 6.6 y 6.7.

**Tabla 6.6** Parámetros estadísticos (de la variable  $\overline{l}$ ) correspondientes a ciclos de austenizado (860°C a 980°C) de 10 h

Ta [°C]	ta [h]	$\overline{l}$ [µm]	$s_l$	95%CI <sub>l</sub>	%RA <sub>l</sub> [%]
860	10	47,74	3,47	4,31	9,03
920	10	52,99	1,33	1,65	3,11
980	10	67,27	5,21	6,47	9,62

**Tabla 6.7** Parámetros estadísticos (de la variable  $\overline{P_L}$ ) correspondientes a ciclos de austenizado (860°C a 980°C) de 10 h

Ta [°C]	ta [h]	$\overline{P_L}$ [int/mm]	$s_P$	95%CI <sub>P</sub>	%RA <sub>P</sub> [%]
860	10	21,04	1,63	2,02	9,59
920	10	18,88	0,47	0,58	3,06
980	10	14,94	1,19	1,48	9,88

Finalmente, se realizó el análisis estadístico de la última serie de ciclos del Capítulo 3 (ciclos 19 a 21: **normalizado previo y ta = 1 h**). Los valores obtenidos de longitud media de intersección ( $\overline{l}$ ) y número de intersecciones de borde de grano por unidad de longitud de la línea de prueba ( $\overline{P_L}$ ) para cada zona correspondiente a cada temperatura de austenizado se observan en la Tabla N° 3.6. Los valores promedio ( $\overline{l}$  y  $\overline{P_L}$ ), así como también la desviación estándar, el intervalo de confianza de 95% y la precisión relativa porcentual, se encuentran en las Tablas 6.8 y 6.9.

**Tabla 6.8** Parámetros estadísticos (de la variable  $\bar{l}$ ) correspondientes a ciclos de austenizado (860°C a 980°C) de 10 h

Ta [°C]	ta [h]	$\bar{l}$ [µm]	$s_l$	95%CI <sub>l</sub>	%RA <sub>l</sub> [%]
860 (NP)	1	24,62	1,71	2,12	8,61
920 (NP)	1	34,06	1,42	1,76	5,17
980 (NP)	1	45,09	2,17	2,69	5,97

**Tabla 6.9** Parámetros estadísticos (de la variable  $\overline{P_L}$ ) correspondientes a ciclos de austenizado (860°C a 980°C) de 10 h

Ta [°C]	ta [h]	$\overline{P_L}$ [int/mm]	$s_P$	95%CI <sub>P</sub>	%RA <sub>P</sub> [%]
860 (NP)	1	40,78	2,84	3,52	8,64
920 (NP)	1	29,40	1,21	1,50	5,11
980 (NP)	1	22,22	1,04	1,29	5,81

Todos los valores de %RA son menores al 10% requerido por la norma, por lo que la medición se considera aceptable.



## Anexo II – Caracterización de horno eléctrico

Durante el desarrollo del trabajo final se realizaron dos tareas complementarias sobre uno de los hornos eléctricos utilizados, al cual, luego de una rutina de mantenimiento y actualización, se le cambiaron la termocupla y el controlador. El control del horno se realiza por medio de un controlador PID, el cual recibe información de la temperatura dentro de la cámara por medio de una termocupla tipo K.

El controlador instalado se trata de un DTD-4848 (Delta Electronics, Inc.) con las especificaciones eléctricas observadas en la Tabla 7.1. La serie DTD ofrece PID, PID programable, modos de control ON/OFF y Manual y soporta una salida de alarma. Los parámetros P, I y D fueron definidos automáticamente por el controlador, por medio de su función de *auto tune*.

**Tabla 7.1** Especificaciones eléctricas del controlador DTD-4848

Suplemento de fuerza	100 ~ 240VAC, 50/60Hz
Gama de tensión	Tensión especificada de 85 - 110%
Consumo de energía	6VA Max.
Presentación	Presentación por LED de 7 segmentos, PV: rojo; SV: verde.
Sensores de temperatura de entrada	Termopar: K, J, T, E, N, R, S, B, L, U, TXK
	RTD de Platina: Pt100, JPt100. Copper resistance: Cu50 Corriente: 0 - 20mA, 4 - 20mA Resistencia de cobre: Cu50.
Escala de presentación	K2, J2, T2, Pt100-2, JPt100, Cu50: 0.1°, Others: 1°
Métodos de control	PID, PID programable, ON/OFF, Manual.
Tipos de salida	Relé: 250VAC, 5A, SPST
	Pulso de tensión: 14VDC, Corriente de salida máx.: 40mA
Tasa de muestreo	0,4 segundo (entrada analógica y sensor de entrada)
Resistencia a la vibración	10 - 55Hz, 10 m/s <sup>2</sup> , por 10 minutos en las direcciones X, Y, Z.
Resistencia a choque	Máx. 300m/s <sup>2</sup> , 3 veces en cada uno de los 3 ejes, 6 direcciones
Temperatura ambiente	0 ~ 50°C
Temperatura de almacenaje	-20 ~ +65°C
Altitud	< 2,000m
Humedad ambiente	35 - 85 % de RH (humedad relativa) (no condensante)

### Tarea 1: Contraste con equipo certificado

En primer lugar, se llevó a cabo el contraste entre el nuevo conjunto controlador/termocupla instalado en el horno con un valor de referencia provisto por un equipo certificado (patrón) perteneciente al Área de Electrónica del INTEMA. Esta actividad permite conocer el error en cada medición y la corrección necesaria.

Para ello, se procedió a realizar una rutina de contraste entre estos valores y los obtenidos por medio de un equipo certificado Exttech Microcal 1 (ver Figura 7.1), equipado con una termocupla tipo K. Dicho equipo fue calibrado por el Laboratorio de Calibración N°9 (SICE).

Se realizaron medidas simultaneas con ambas termocuplas, ubicadas en la misma posición dentro del horno. Las medidas se realizaron en el rango de 500-1000°C, en intervalos de 100°C. De esta manera, se abarcan todas las temperaturas utilizadas en el presente trabajo. Como resultado, se obtuvo para todo el rango de temperaturas

evaluadas, una medición del conjunto controlador/termocupla de 2°C por sobre la medida registrada en el equipo certificado.

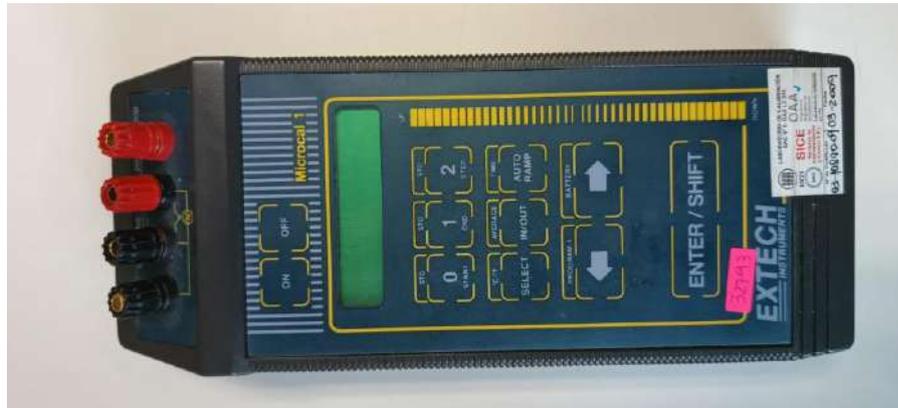


Figura 7.1 Equipo Extech Microcal 1

## Tarea 2: Relevamiento de la curva Temperatura vs Tiempo en vacío

Posteriormente, se relevó la curva temperatura vs tiempo en vacío. Esto resulta importante al momento de considerar el tiempo requerido para lograr en la cámara un valor definido de temperatura. Para una dada temperatura, dicho tiempo se interpola, y de esta manera es posible planear los tiempos de mantenimiento de las muestras en el horno, requeridos para los tratamientos térmicos.

Una vez que el error de la medición fue definido, se estableció una temperatura final de 980°C (máxima temperatura utilizada en el presente trabajo) y se relevaron los valores de temperatura y tiempo. La curva, corregida al valor real (-2°C), se puede apreciar en la Figura 7.2.

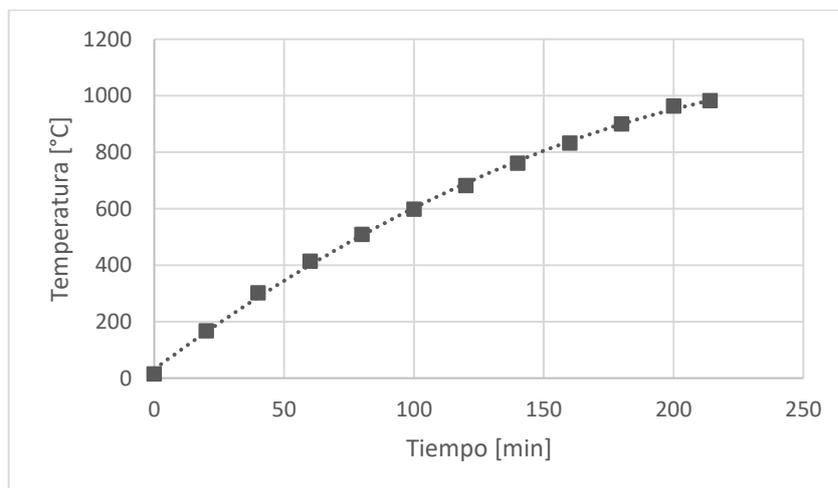


Figura 7.2 Curva térmica para una temperatura final de 980°C

Dicha curva se puede aproximar, en este rango de tiempo, a un polinomio de segundo grado (ecuación 7.1). Esta ecuación es válida para un rango de temperaturas de 0-980°C y para unidades de grados centígrados (T) y minutos (t).

$$T = -0,0111 t^2 + 6,8173 t + 31,37 \quad (7.1)$$

Por otro lado, también es posible obtener la ecuación del tiempo en función de la temperatura, lo cual es más útil en nuestro caso. Esto se hace simplemente cambiando los ejes del gráfico, y nuevamente aproximando la curva a un polinomio de segundo grado (ver ecuación 7.2).

$$t = 0,0001 T^2 + 0,0956 T - 0,2274 \quad (7.2)$$



## Bibliografía

---

- [1] American Foundrymen's Society (1992). *Ductile Iron Handbook*. Des Plaines: AFS Publication.
- [2] QIT Fer et Titane Inc. (1981). *Ductile Iron Data for Design Engineers*. Montreal: Rio Tinto Iron & Titanium Inc.
- [3] Rivera, G., Boeri, R. y Sikora, J. (1997). "Continuum eutectic grains in SG cast iron". *Advance Material Research*, 4-5, 169-174.
- [4] Sikora, J. y Boeri, R. (1999). "Solid state transformation in ductile iron-influence of prior austenite matrix microstructure". *Int. J. Cast Metals Res.*, 11, 395-400.
- [5] Azevedo, C. R. F., Garboggini, A. A. y Tschipitschin, A.P. (1993). "Effect of austenite grain refinement on morphology of product of bainitic reaction in austempered ductile iron". *Materials Science and Technology*, 9:8, 705-710.
- [6] Smith, W. F. (1998). "Capítulo 10: Aleaciones de ingeniería". En *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de los materiales* (pp. 411-494). Madrid: McGraw Hill.
- [7] Hosford, W. F. (2012). "Chapter 21: Cast Irons". En *Iron and Steel* (pp. 234-255). Cambridge: Cambridge University Press.
- [8] Chipman, J. y ASM international Handbook committee (1973). *Metals Handbook. vol. 8 metallography structures and phase diagrams* (8<sup>th</sup> ed.). American Society for Metals.
- [9] Fernandino, D. O. (2015). "Tipos de fundiciones de hierro". En Tesis doctoral: Fractura en fundición de hierro con grafito esferoidal. Análisis experimental y modelado multi-escala (pp. 7-8). Mar del Plata: INTEMA.
- [10] Larrañaga, P. y Sertucha, J. (2010). "Estudio térmico y estructural del proceso de solidificación de fundiciones de hierro con grafito laminar". *Revista de metalurgia*, 46(4), 370-380.
- [11] QIT Fer et Titane Inc. (1990). "Section II: Introduction". En *Ductile iron data for design engineers* (pp. 2.1-2.14). Montreal: Rio Tinto Iron & Titanium Inc.
- [12] Basso, A. D. (2009). "Conceptos metalúrgicos básicos sobre fundiciones de hierro". En *Tesis doctoral: Fundiciones esferoidales con estructuras tipo "Dual Phase"* (pp. 7-12). Mar del Plata.
- [13] Vargas Barreda, D. R. (2015). "Capítulo III: Estudio de la fundición vermicular". En *Trabajo final: Estudio de la solidificación en fundiciones vermiculares para la fabricación de autopartes* (pp. 57-65). Arequipa: Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa.
- [14] Rizzo Downes, N. y Martinez Krahmer, D. (2014). "Fundición nodular de alto rendimiento". *Cuaderno Tecnológico N°9* [en línea]. Buenos Aires: INTI.

Consultado el 28 de agosto de 2023 en <https://www.researchgate.net/publication/272487696>.

- [15] ASM International Handbook Committee (1993). "Ductile Iron applications". En *Metals Handbook. vol. 1 Properties and selection: Irons, Steels and High performance alloys* (10<sup>th</sup> ed.) (pp. 98-100). American Society for Metals.
- [16] ASM International Handbook Committee (1993). "Ductile Iron". En *Metals Handbook. vol. 1 Properties and selection: Irons, Steels and High performance alloys* (10<sup>th</sup> ed.) (pp. 24-32). American Society for Metals.
- [17] QIT Fer et Titane Inc. (1990). "Section III: Engineering data". En *Ductile iron data for design engineers* (pp. 3.1-3.68). Montreal: Rio Tinto Iron & Titanium Inc.
- [18] QIT Fer et Titane Inc. (1990). "Section VII: Heat Treatment". En *Ductile iron data for design engineers* (pp. 7.1-7.16). Montreal: Rio Tinto Iron & Titanium Inc.
- [19] Rajan, T.V., Sharma, C.P. y Sharma A. (2011). "Chapter 15: Cast Irons and their heat treatment". En *Heat Treatment Principles and Techniques* (2<sup>nd</sup> ed.) (pp. 255-276). New Delhi: PHI Learning Private Limited.
- [20] Angus, H. T. (1960). "Constitution and structure of cast iron". En *Cast Iron: Physical and Engineering properties* (pp. 1-33). London: Butterworth & Co.
- [21] Basso, A., Martinez, R. y Sikora, J. (2011). "Characteristics of the transformations occurring within the intercritical interval of ductile iron". *Key Engineering Materials*, 457, 145-150.
- [22] Basso, A. D. (2009). "Capítulo 2: Estudio de las reacciones de fase dentro del rango intercrítico". *Tesis doctoral: Fundiciones esferoidales con estructuras tipo "Dual Phase"* (pp. 30-51). Mar del Plata.
- [23] Maroni, P. J. (1976). "Capítulo 4: La velocidad de enfriamiento". En *Templabilidad: un método para seleccionar aceros* (pp. 57-67). General Pacheco: Editorial Librería Mitre.
- [24] Dossett, J. L. y Boyer, H. E. (2006). "Chapter 4: Furnaces and related equipment for heat treating". En *Practical Heat Treating* (2<sup>nd</sup> ed.) (pp. 55-84). Ohio: ASM International.
- [25] Rajan, T.V., Sharma, C.P. y Sharma A. (2011). "Chapter 4: Principles of Heat Treatment of Steels". En *Heat Treatment Principles and Techniques* (2<sup>nd</sup> ed.) (pp. 49-85). New Delhi: PHI Learning Private Limited.
- [26] Dossett, J. L. y Boyer, H. E. (2006). "Chapter 2: Fundamentals of the heat treating of steel". En *Practical Heat Treating* (2<sup>nd</sup> ed.) (pp. 9-26). Ohio: ASM International.
- [27] Rajan, T.V., Sharma, C.P. y Sharma A. (2011). "Chapter 6: Hardenability". En *Heat Treatment Principles and Techniques* (2<sup>nd</sup> ed.) (pp. 108-122). New Delhi: PHI Learning Private Limited.

- [28] Kandpal, B. C., Chutani, A., Gulia, A., Harsimran y Sadanna, C. (2011). "A review on Jominy test and determination of effect of alloying elements on hardenability of steel using Jominy end quench test". *International Journal of Advances in Engineering & Technology*, 1(3), pp. 65-71.
- [29] Hosford, W. F. (2012). "Chapter 13: Hardenability". En *Iron and Steel* (pp. 137-149). Cambridge: Cambridge University Press.
- [30] Canale, L. C. F., Albano, L., Totten, G. E. y Meekisho, L. (2014). "Hardenability of steel". *Comprehensive Materials Processing*, 12, 39-97.
- [31] Prawoto, Y., Jasmawati, N. y K. Sumeru (2012). "Effect of Prior Austenite Grain Size on the Morphology and Mechanical Properties of Martensite in Medium Carbon Steel". *J. Mater. Sci. Technol.*, 28(5), 461-466.
- [32] Białobrzęska, B., Konat, L. y Jasinski, R. (2017) "The Influence of Austenite Grain Size on the Mechanical Properties of Low-Alloy Steel with Boron". *Metals*, 7, 26.
- [33] Hall, E. O. (1951). "The deformation and ageing of mild steel III: Discussion of results". *Proc. Phys. Soc. Lond B*, 64, 747-753.
- [34] Petch, N. J. (1953). "The cleavage strength of polycrystals". *J. Iron Steel Inst.*, 174, 25-28.
- [35] Armstrong, R. W. (2014). "60 years of Hall-Petch: past to present nanoscale connections". *Materials Transactions*, 55(1), 2-12.
- [36] Yang, H. S. y Bhadeshia, H. K. D. H. (2009). "Austenite grain size and the martensite-start temperature". *Scripta Materialia*, 60, 493-495.
- [37] García de Andrés, C., Bartolomé, M. J., Capdevila, C., San Martín, D., Caballero, F. G. y López, V. (2001). "Metallographic techniques for the determination of the austenite grain size in medium-carbon microalloyed steels". *Materials Characterization*, 46(5), 389-398.
- [38] Vander Voort, G. F. (1999). "Chapter 3: Microstructure". En *Metallography: principles and practice* (165-266). Lake Bluff: ASM International.
- [39] Vander Voort, G. F. (1999). "Chapter 6: Quantitative microscopy". En *Metallography: principles and practice* (pp. 410-502). Lake Bluff: ASM International.
- [40] Mullins, W. W. (1957). "Theory of thermal grooving". *Journal of Applied Physics*, 28, 333-339.
- [41] ASTM International (1996). "Standard Test Methods for Determining Average Grain Size". *ASTM International*, E 112 – 96e3.
- [42] Fernandino, D. O. (2015). "Modos de fractura característicos en FGE". En Tesis doctoral: Fractura en fundición de hierro con grafito esférico. Análisis experimental y modelado multi-escala (pp. 31 – 56). Mar del Plata: INTEMA.

- [43] ASTM International (Reapproved 2011). "Standard Specification for Austempered Ductile Iron Castings". *ASTM International*, A897/A897M-06.
- [44] Fernandino, D. O., Di Cocco, V., Tenaglia, N., Bellini, C., Iacoviello, F., Boeri, R. E. (2020). "Microstructural damage evaluation of ferritic-austempered spheroidal graphite cast iron". *Frattura ed Integrità Strutturale*, 51, 477-485.
- [45] Fernandino, D. O., Massone, J. M. y Boeri, R. E. (2013). "Characterization of the austemperability of partially austenitized ductile iron". *Journal of Materials Processing Technology*, 213, 1801-1809.
- [46] ASM International (1999). "Rockwell Hardness Testing". En *Hardness Testing* (2<sup>nd</sup> ed., editor: Chandler Harry) (pp. 27-50). Ohio: The Materials Information Society.
- [47] Solntsev, L. A., Pavlyuchenko, A. A., Minyailo, T. L., Gavrillets, M. G. y Malyi, A. F. (1977). "Effect of alloying on austenite grain size of magnesium cast iron". *Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov*, 4, 62-63.