

# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO FACULTAD DE QUÍMICA

"EFECTO DE LA TEMPERATURA Y EL TIEMPO DE TRATAMIENTO ISOTÉRMICO SOBRE LA TRANSFORMACIÓN AUSFERRÍTICA DE HIERROS CADI (HIERRO D120/90/02)"

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO

PRESENTA: JHONATAN GETZIEL LEYVA ÁLVAREZ



MÉXICO, D.F.

2012



Universidad Nacional Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

# DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

# JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE:	Dr. José Alejandro García Hinojosa
VOCAL:	M. en C. Sergio García Galán
SECRETARIO:	M. en I. Adrian Manuel Amaro Villeda
1er SUPLENTE:	I.Q.M. Balbina Ojeda Ramírez
2do SUPLENTE:	I.Q.M. Eusebio Cándido Atlatenco Tlapanco

# SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

Edificio "D" Departamento de Ingeniería Metalúrgica Facultad de Química UNAM

Dr. José Alejandro García Hinojosa

Asesor del tema

I.Q.M. Eusebio Cándido Atlatenco Tlapanco

Supervisor técnico

Jhonatan Getziel Leyva Álvarez

Sustentante

A mis padres, Leonardo Saúl Leyva y Josefina Eloísa Álvarez, y a mis hermanas, María Fernanda y María de los Ángeles.

# Agradecimientos

A mis padres, Leonardo y Eloísa, por el apoyo que nos han brindado a mis hermanas y a mí, a ustedes debo mis logros. Hacen falta más que palabras para agradecer todo el apoyo que me han brindado y el esfuerzo que han realizado para lograrlo.

A mis hermanas, Fernanda y Ángeles, por los momentos que hemos compartido y por ser parte importante en mi vida. Siempre tendrán mi apoyo en todo momento de la vida, será una alegría ser parte de sus éxitos y ver alcanzados todos sus sueños.

A mis padrinos, Juanita y Ángel (Fam. Sales Camarillo), por el apoyo que me brindaron durante el inicio de la universidad, facilitando así, mi adaptación y preparación a la vida universitaria.

A mi familia: abuelos y tíos, por los consejos y palabras de aliento.

A mi asesor, el Dr. José Alejandro García Hinojosa por la confianza depositada en mí para la realización de este trabajo, por sus consejos, la motivación y por el apoyo en espacio y equipo durante la realización de este trabajo.

A los profesores de fundición, Ing. Atlatenco y Maestro Agustín, por los conocimientos transmitidos y por ser parte de mi formación profesional.

Al proyecto PAPIIT IN-103809-2 denominado "Manufactura, estructura y propiedades de hierros CADI para aplicaciones de alta demanda al desgaste", dirigido por el Dr. José Alejandro García Hinojosa, por el apoyo brindado en la elaboración y conclusión de este trabajo.

# Índice

# Introducción

Resumen	7
Objetivo general	9
Objetivos particulares	9
Planteamiento del problema	9
Capítulo 1. Marco teórico	
1.1. Hierros colados	11
1.1.1. Clasificación de hierros colados	12
1.2. Hierros nodulares	13
1.2.1. Clasificación y propiedades mecánicas	14
1.2.2. Control en la composición química	15
1.3. Tratamientos térmicos del hierro nodular	16
1.3.1. Características generales de los tratamientos térmicos	17
1.3.2. Hierro dúctil austemperizado (ADI)	20
1.3.2.1. Efecto del tamaño de sección y elementos aleantes	21
1.3.2.2. Temperatura de austenización	22
1.3.2.3. Tiempo y temperatura de austemperizado	23
1.3.3. Propiedades mecánicas del ADI	25
1.3.4. Aplicaciones del ADI	26
Capítulo 2. Antecedentes	
2.1. Hierro dúctil austemperizado (ADI)	
2.1.1. Ciclo de tratamiento térmico	
2.1.1.1. Austenización	29
2.1.1.2. Enfriamiento rápido	
2.1.1.3. Austemperizado	
2.1.2. Microestructura del ADI	
2.1.2.1. Clasificación de la austenita	

2.1.2.2. Clasificación de la ferrita	
2.1.2.3. Perlita en el ADI	39
2.1.3. Elementos aleantes y cinética de transformación	
2.2. Hierro dúctil austemperizado con carburos (CADI)	41
2.2.1. Formación y estabilidad de carburos en el material base	41
2.2.2. Tendencias y aplicaciones de los hierros CADI	42
Capítulo 3. Desarrollo experimental	
3.1. Fabricación del hierro nodular con carburos	46
3.1.1. Pieza y molde	46
3.1.2. Composición química	48
3.1.3. Caracterización de la microestructura del material base	48
3.2. Tratamiento de austemperizado	50
3.2.1. Probetas	50
3.2.2. Dispositivo experimental	51
3.2.3. Condiciones del tratamiento de austemperizado	52
3.2.4. Evaluación de la microestructura obtenida después del tratamiento	
3.2.4. Evaluación de la microestructura obtenida después del tratamiento de austemperizado	53
<ul> <li>3.2.4. Evaluación de la microestructura obtenida después del tratamiento de austemperizado</li> <li>3.3. Propiedades mecánicas</li> </ul>	53
<ul> <li>3.2.4. Evaluación de la microestructura obtenida después del tratamiento de austemperizado</li> <li>3.3. Propiedades mecánicas</li> <li>3.3.1. Ensayo de impacto</li> </ul>	53 54 54
<ul> <li>3.2.4. Evaluación de la microestructura obtenida después del tratamiento de austemperizado</li> <li>3.3. Propiedades mecánicas</li></ul>	53 54 54 54
<ul> <li>3.2.4. Evaluación de la microestructura obtenida después del tratamiento de austemperizado</li> <li>3.3. Propiedades mecánicas</li></ul>	53 54 54 54
<ul> <li>3.2.4. Evaluación de la microestructura obtenida después del tratamiento de austemperizado</li> <li>3.3. Propiedades mecánicas</li></ul>	53 54 54 54 55
<ul> <li>3.2.4. Evaluación de la microestructura obtenida después del tratamiento de austemperizado</li></ul>	
<ul> <li>3.2.4. Evaluación de la microestructura obtenida después del tratamiento de austemperizado</li></ul>	53 54 54 54 55 58 62
<ul> <li>3.2.4. Evaluación de la microestructura obtenida después del tratamiento de austemperizado</li></ul>	53 54 54 54 55 58 62 66
<ul> <li>3.2.4. Evaluación de la microestructura obtenida después del tratamiento de austemperizado</li></ul>	53 54 54 55 55 58 62 66 69
<ul> <li>3.2.4. Evaluación de la microestructura obtenida después del tratamiento de austemperizado</li></ul>	53 54 54 55 55 58 62 66 69
<ul> <li>3.2.4. Evaluación de la microestructura obtenida después del tratamiento de austemperizado</li></ul>	53 54 54 55 55 62 66 69 74
<ul> <li>3.2.4. Evaluación de la microestructura obtenida después del tratamiento de austemperizado</li></ul>	53 54 54 54 55 58 62 62 66 69 74 74

# Introducción

#### Resumen

Los hierros nodulares para la mayoría de las aplicaciones no permiten la presencia de carburos en su microestructura, debido a la elevada dureza y baja maguinabilidad, así como a la fragilidad que este microconstituyente le confiere al material. La evolución actual de los hierros nodulares a los hierros nodulares austemperizados o ADI (Austempered Ductile Iron) está haciendo mucho más competitivos a estos materiales desde el punto de demanda de propiedades mecánicas, por lo que estos pueden sustituir componentes de acero a menor costo y peso, sin sacrificar su desempeño. Actualmente se está iniciando una nueva etapa en la evolución de los hierros ADI y son los llamados hierros nodulares austemperizados con carburos o hierros CADI (Carbidic Austempered Ductile Iron). Estos hierros al igual que los ADI son sometidos a tratamiento isotérmico de austemperizado, con la diferencia que el hierro nodular base contiene fracciones controladas de carburos, los cuales deben ser estables durante las etapas del ciclo de tratamiento isotérmico de austemperizado. La microestructura del hierro obtenido es una matriz de ausferrita de alta tenacidad con carburos sin disolver de elevada dureza y resistencia al desgaste, esta combinación proporciona al material excelentes características para ser aplicados en componentes que demandan resistencia al desgaste y a la abrasión, equilibrada con una aceptable tenacidad. Las aplicaciones comprenden componentes de la industria minera, cementera, componentes de maquinaria para construcción, maquinaria para agricultura, entre otros. Considerando lo anterior, en esta tesis se realizaron estudios sobre el efecto que tienen la temperatura y el tiempo de tratamiento isotérmico sobre la formación de la fase de ausferrita superior e inferior. Para ello un hierro nodular clase D120-90-02 modificado en su composición química con adiciones de 0.78% Manganeso, 0.76% Cromo y 0.48% Molibdeno fabricado en horno de inducción es sometido a diferentes condiciones de tratamiento isotérmico de austemperizado. Después de realizar el tratamiento de austemperizado, el material es caracterizado microestructuralmente para evaluar la fracción transformada a ausferrita en función del tiempo de permanencia a la temperatura de austemperizado, así como evaluar la posible formación de bainita en el intervalo de tiempo ensayado a cada temperatura de austemperizado, fase que es perjudicial y que disminuye la tenacidad de estos materiales. Las condiciones de temperatura y tiempo permitirán realizar tratamientos isotérmicos de austemperizado adecuados para controlar las propiedades deseadas en estos materiales para aplicaciones particulares.

A continuación se describe brevemente el contenido en términos generales de cada uno de los capítulos de esta tesis:

- Capítulo 1: Presenta el contenido teórico de los temas relevantes para el desarrollo de este trabajo, fundamentos revisados en la literatura. Se describe brevemente la clasificación de los hierros colados, haciendo énfasis en los hierros nodulares y en el tratamiento isotérmico de austemperizado aplicado a los mismos, se menciona la clasificación de los hierros dúctiles austemperizados y algunas de sus aplicaciones.
- Capítulo 2: En este capítulo se mencionan las aportaciones e investigaciones realizadas por diferentes autores que han trabajado con hierros dúctiles austemperizados (ADI, por sus siglas en inglés), en esta parte se profundiza sobre la terminología y el procesamiento del ADI. Se mencionan los trabajos realizados sobre el estudio del efecto de los elementos aleantes sobre la cinética de transformación y se citan también los trabajos relacionados con el hierro dúctil austemperizado con carburos (CADI, por sus siglas en inglés).
- Capítulo 3: Se describe el procedimiento experimental que se llevó a cabo para poder lograr los objetivos de esta tesis experimental, indicando la secuencia de cada una de las etapas realizadas y las condiciones bajo las cuales se llevaron a cabo.
- Capítulo 4: En este capítulo se muestran los resultados obtenidos del trabajo realizado en esta tesis, así como el análisis y discusión de los mismos. Se relacionan los resultados obtenidos con los factores y variables que los afectan, tanto para la microestructura obtenida como para las propiedades medidas. El análisis se realiza principalmente sobre el efecto de la temperatura y el tiempo de austemperizado en la formación de ausferrita.

Capítulo 5: Se listan las conclusiones a las que se llega en base a los objetivos planteados.
 Se mencionan también sugerencias relacionadas al tratamiento de austemperizado aplicado a un hierro nodular con carburos.

En este trabajo se hace referencia a los carburos (en el material base) en términos generales para describir a los carburos ledeburíticos y carburos libres (carburos aleados) presentes en el material obtenido de colada, siendo los carburos libres obtenidos principalmente por la adición de elementos aleantes promotores de carburos; para este trabajo es importante la presencia de carburos residuales en el material después del ciclo completo de austemperizado, sin tomar en cuenta el tipo de carburo formado en el material base.

# **Objetivo general**

Evaluar el efecto que tienen la temperatura y el tiempo de tratamiento isotérmico sobre la formación de ausferrita en un hierro nodular con carburos clase D120-90-02 con adición de Mn, Cr y Mo.

# **Objetivos particulares**

- Evaluar el efecto de temperaturas bajas (300°C) de tratamiento isotérmico sobre la formación de ausferrita a diferentes tiempos de permanencia (ventana de proceso).
- Evaluar el efecto de temperaturas altas (400°C) de tratamiento isotérmico sobre la formación de ausferrita a diferentes tiempos de permanencia (ventana de proceso).
- Evaluar la fracción de carburos residuales después del ciclo completo de austemperizado.
- Establecer los parámetros de tratamiento de austemperizado para obtener una matriz de ausferrita (superior o inferior) en el hierro nodular citado con el propósito de obtener un hierro CADI.

# Planteamiento del problema

Durante el tratamiento isotérmico de austemperizado se desarrolla la microestructura de ausferrita en los hierros sometidos a éste tratamiento, la cual provee de excelentes propiedades de resistencia y desgaste al material; las características de la ausferrita dependen totalmente de las condiciones de tiempo y temperatura de austemperizado, por ello es importante evaluar las características microestructurales de la ausferrita desarrollada en un hierro nodular con carburos en función de los parámetros de tiempo y temperatura de austemperizado.

Para una temperatura de austemperizado dada, la fase de ausferrita se desarrollará a medida que aumente el tiempo de permanencia a la temperatura de austemperizado, hasta que en un lapso de tiempo dado se obtenga una microestructura completamente de ausferrita (ferrita acicular y austenita estable enriquecida en carbono), sin presencia de fases como martensita y bainita, las cuales pueden perjudicar las propiedades mecánicas finales, además, se espera la presencia de una fracción de carburos en la matriz final del material, obteniendo de esta manera un hierro nodular austemperizado con carburos (CADI). Las condiciones evaluadas permitirán establecer parámetros de tratamiento de austemperizado para fabricar un CADI, para la composición química particular del hierro nodular con carburos bajo estudio, con potenciales aplicaciones en componentes que demandan resistencia al desgaste combinada con una adecuada tenacidad.

# Capítulo 1. Marco teórico

# 1.1. Hierros colados

El término hierros colados identifica a una gran familia de aleaciones ferrosas que contienen hierro, carbono y silicio como elementos aleantes principales. Se puede obtener una amplia gama de propiedades mecánicas variando el porcentaje de carbono y silicio, con la adición de elementos aleantes y por tratamiento térmico.

Los hierros colados solidifican bajo la reacción eutéctica. Dependiendo principalmente de la composición química, el tratamiento del metal líquido y la rapidez de enfriamiento, el hierro colado puede solidificar de acuerdo con el sistema metaestable Fe-Fe<sub>3</sub>C o el sistema estable Fe-G, Figura 1.1.

La formación del eutéctico estable o el metaestable es función de varios factores incluyendo el potencial de nucleación del líquido, la composición química y la rapidez de enfriamiento. Los dos primeros factores mencionados determinan el potencial de grafitización, un alto potencial de grafitización resulta en un hierro con grafito como la fase rica en carbono, mientras que un bajo potencial de grafitización resulta en un hierro con carburo de hierro (Fe<sub>3</sub>C).

Los dos tipos básicos de eutéctico, el estable austenita-grafito y el metaestable austenita-carburo de hierro, tienen amplias diferencias en propiedades mecánicas, tales como resistencia, dureza, tenacidad y ductilidad.<sup>[1]</sup>



Figura 1.1.- Diagrama de fases metaestable Fe-Fe<sub>3</sub>C (—) y estable Fe-G (---).

# 1.1.1. Clasificación de hierros colados

Los tipos básicos de hierros colados son clasificados respecto a la forma en que se encuentra o precipita el carbono en la microestructura:

*Hierro blanco:* esencialmente libre de grafito, el carbono está presente como carburo de hierro (Fe<sub>3</sub>C), el cual es duro y quebradizo. Presenta una superficie de fractura de color blanco, debido a que la fractura ocurre a lo largo de los carburos de hierro.

*Hierro gris:* contienen hojuelas de grafito. Presenta una superficie de fractura de color gris, debido a que la fractura ocurre a lo largo de las hojuelas de grafito.

*Hierro dúctil:* también llamado hierro nodular o de grafito esferoidal. Su nombre se debe a que como material obtenido de colada presenta una apreciable ductilidad en comparación con los demás hierros colados.

*Hierro maleable:* contiene nódulos compactos de hojuelas de grafito, a estas hojuelas también se les conoce como "carbón revenido" porque se obtienen de un extenso tratamiento térmico aplicado a un hierro blanco de composición adecuada.<sup>[2]</sup>

En la Tabla 1.1 se presentan los rangos de composición química de los principales hierros colados no aleados.

Tino do hiorro	Composición, %					
ripo de merro	С	Si	Mn	Р	S	
Gris	2.5 – 4.0	1.0 - 3.0	0.2 – 1.0	0.02 - 1.0	0.02 – 0.25	
Vermicular	2.5 – 4.0	1.0 - 3.0	0.2 – 1.0	0.01 - 0.1	0.01 - 0.03	
Dúctil	3.0 - 4.0	1.8 – 2.8	0.1 - 1.0	0.01 - 0.1	0.01 - 0.03	
Blanco	1.8 – 3.6	0.5 – 1.9	0.25 – 0.8	0.06 - 0.2	0.06 – 0.2	
Maleable	2.2 – 2.9	0.9 – 1.9	0.15 – 1.2	0.02 – 0.2	0.02 – 0.2	

Tabla 1.1.- Rango de composición química para hierros colados no aleados.<sup>[1]</sup>

### **1.2.** Hierros nodulares

Son hierros en los que el grafito está presente en una forma esferoidal menos perjudicial para las propiedades mecánicas, esto se logra agregando una cantidad apropiada de magnesio o cerio (introducido en forma de ferroaleación) para promover la formación del grafito esferoidal. Para producir este hierro, es necesario realizar el tratamiento de nodularización y finalmente la inoculación.

Durante la nodularización se agrega magnesio, por lo general en forma diluida como una ferroaleación de FeSiMg. Finalmente, es esencial una inoculación, para promover una nucleación heterogénea.<sup>[3]</sup>

En años recientes, los fabricantes y usuarios de las fundiciones de hierro nodular han observado el uso potencial de este material, como resultado del amplio rango de propiedades mecánicas que ofrecen. Desde su introducción comercial en 1948, las fundiciones de hierro nodular han sido una alternativa en cuanto a costo de fabricación con respecto a las aleaciones con cierta ductilidad, las fundiciones de acero, las piezas forjadas y otros tipos de materiales. Los hierros nodulares se convirtieron en una realidad industrial en 1948 y fueron producto de un tratamiento realizado en la fusión del hierro gris, lo que causó que el grafito que precipitaba en forma de hojuelas, precipitara en forma de esferoides o nódulos. La forma nodular del grafito redujo el efecto de agrietamiento cuando el material es sometido a cargas cíclicas, y por lo tanto, aumentó la resistencia a la fatiga, además de mejorar otras propiedades como la ductilidad.<sup>[4]</sup>

# 1.2.1. Clasificación y propiedades mecánicas

Similar a los hierros grises, la matriz del hierro dúctil puede ser controlada por enfriamiento durante el proceso de solidificación, por la adición de elementos aleantes y por tratamiento térmico posterior a la obtención de la pieza de fundición. En la Tabla 1.2 se muestran los grados o clases de hierros nodulares y las características de la microestructura que presentan. La nomenclatura de la especificación hace referencia al valor aproximado de las propiedades mecánicas de resistencia a la tensión, resistencia a la cedencia y porcentaje de elongación, respectivamente.<sup>[5]</sup>

En las Tablas 1.3 y 1.4 se muestran las propiedades mecánicas y la composición química, respectivamente, para las distintas clases de hierros nodulares <sup>[1]</sup>.

Clase	Microestructura	Tratamiento térmico	Estructura controlada por:
60-40-18	Completamente ferrita	Recocido	Tratamiento térmico
65-45-12	Ferrita + pequeños porcentajes de perlita	Ninguno	Composición química
80-55-06	Ferrita + grandes porcentajes de perlita	Ninguno	Composición química
100-70-03	Completamente perlita	Normalizado	Tratamiento térmico
120-90-02	Martensita revenida	Temple y revenido	Tratamiento térmico

Tabla 1.2.- Clases de hierros dúctiles. Características de la microestructura.<sup>[5]</sup>

Tabla 1.3.- Propiedades mecánicas de los grados estándar de hierros nodulares (ASTM A 536).<sup>[1]</sup>

Class	R. a la Tensión		R. a la Cedencia		Flongosión (%)		
Clase	MPa	ksi	MPa	ksi	Elongación (%)	Duleza (HD)	
60-40-18	414	60	276	40	18	167	
65-45-12	448	65	310	45	12	167	
80-55-06	552	80	379	55	6	192	
100-70-03	689	100	483	70	3		
120-90-02	827	120	621	90	2	331	

Class	Composición, %						
Clase	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Cu
60 40 18	3.50-	2.20-	0.30	0.50	0.015	0.06	
00-40-18	3.90	3.00	Max.	Max.	Max.	Max.	
65-45-12	3.50-	2 50 2 80	0.40	0.05	0.015	0.10	
	3.90	2.50-2.80	Max.	Max.	Max.	Max.	
80-55-06	3.50-	2.20-2.70	0.20-0.50	0.05	0.015	0.10	0 20 0 40
	3.90			Max.	Max.	Max.	0.20-0.40
100 70 02	3.50-	2 20 2 70	0.60	0.05	0.015	0.10	0 20 0 50
100-70-03	3.80	2.20-2.70	Max.	Max.	Max.	Max.	0.20-0.30
120-90-02	3.50-	2 20 2 70	0.60	0.05	0.015	0.10	0 20 0 50
	3.80	2.20-2.70	Max.	Max.	Max.	Max.	0.20-0.50

Tabla 1.4.- Composición química nominal de las clases de hierros nodulares (ASTM A 536).<sup>[1]</sup>

# 1.2.2. Control en la composición química [1]

Las propiedades del hierro dúctil dependen en primer lugar de la composición química. Son de mayor importancia aquellos elementos que ejercen un gran efecto sobre la microestructura o sobre la forma y distribución de los nódulos de grafito.

**Carbono:** influye en la fluidez del metal líquido y en las características de contracción. Un exceso de carbono, en suspensión, reduce la fluidez. El volumen del grafito es tres veces el volumen del hierro; cuando el hierro nodular solidifica, el carbono en solución precipita como grafito y causa una expansión, la cual puede compensar la contracción del hierro por la transformación de líquido a sólido.

**Silicio:** es un elemento grafitizante. Dentro de los límites normales de composición, incrementando la cantidad de silicio se promueven estructuras que tienen cada vez mayores cantidades de ferrita. Incrementando la cantidad de ferrita se reduce la resistencia a la cedencia y a la tensión, pero se incrementa el porcentaje de elongación y la resistencia al impacto.

Manganeso: está entre los elementos aleantes comúnmente usados para mejorar las propiedades mecánicas del hierro dúctil, el manganeso actúa como un estabilizador de perlita e incrementa la

resistencia, pero reduce la ductilidad y maquinabilidad. Este elemento puede segregarse en los límites de grano y debe ser controlado para fabricar un ADI (Austempered Ductile Iron).

**Níquel:** frecuentemente usado para incrementar la resistencia, ya que promueve la formación de perlita fina, también es usado para incrementar la templabilidad, especialmente para aplicaciones que requieren endurecimiento superficial o para producir un hierro dúctil austemperizado.

**Cobre:** promueve la formación de perlita para una alta resistencia con buena tenacidad y maquinabilidad.

**Molibdeno:** es usado para aumentar la templabilidad en secciones gruesas en la producción de un ADI. La cantidad agregada debe ser controlada debido a la tendencia a segregarse en los límites de grano formando carburos.

# **1.3.** Tratamientos térmicos del hierro nodular<sup>[2]</sup>

El hierro dúctil es tratado térmicamente principalmente para obtener una microestructura característica del tratamiento aplicado y vincularla a las propiedades mecánicas que no se obtienen en condiciones de colada. La microestructura en condiciones de colada consiste principalmente de ferrita, perlita o combinación de ambas, dependiendo del tamaño de sección de la pieza y/o composición química.

Los tratamientos térmicos más importantes y sus propósitos son:

- Relevado de tensiones: tratamiento a baja temperatura para reducir o relevar tensiones remanentes después del vaciado.
- Recocido: para mejorar la ductilidad y tenacidad, también para remover carburos eutécticos.
- Normalizado: para mejorar la resistencia con algo de ductilidad.
- Temple y revenido: para incrementar la dureza o para mejorar la resistencia, el revenido permite eliminar las tensiones generadas por el temple.
- Austemperizado: para producir una microestructura de alta resistencia, con una adecuada ductilidad y buena resistencia al desgaste.

• Endurecimiento superficial: para producir una superficie local de elevada dureza y resistente al desgaste.

Para fines referentes a este trabajo se destaca la importancia de los tratamientos isotérmicos, principalmente el austemperizado, por lo tanto, se describirá con mayor profundidad este tema.

# 1.3.1. Características generales de los tratamientos térmicos <sup>[2]</sup>

A partir de los diagramas de transformación-tiempo-temperatura (TTT), también llamados diagramas de transformación isotérmica (IT, por sus siglas en inglés), es posible desarrollar tratamientos isotérmicos en los cuales las transformaciones de la austenita se realicen a temperatura constante. Estos procesos permiten obtener nuevas microestructuras con propiedades mecánicas diferentes, además, permiten que toda la pieza se encuentre a la misma temperatura antes de la transformación, con lo cual se evita el desarrollo tanto de tensiones térmicas como de tensiones residuales (que en el caso del temple pueden conducir a un agrietamiento en la pieza tratada).

El proceso general consiste, en la mayoría de los tratamientos isotérmicos, en una austenización de la pieza y su inmersión en un baño, normalmente de sales fundidas, que se encuentra a una temperatura fija. La pieza permanece en dicho baño el tiempo suficiente hasta conseguir que la austenita se transforme parcial o completamente.

En la Figura 1.2 se muestra un diagrama de transformación de enfriamiento continuo (CCT) y las curvas de enfriamiento típicas de un temple, enfriamiento en horno y enfriamiento en aire. Se puede observar que un enfriamiento lento en el horno resulta en una matriz ferrítica (producto deseado en un recocido), mientras que la curva de enfriamiento en aire, o normalizado, resulta en una matriz perlítica, y el temple produce una microestructura que consiste principalmente de martensita con fracciones de austenita retenida.



Figura 1.2.- Diagrama CCT que muestra las curvas típicas de un recocido, normalizado y temple.  $M_s$ : inicio de transformación de martensita;  $M_f$ : fin de transformación de martensita.<sup>[2]</sup>

En la Figura 1.3 se muestra un diagrama de transformación isotérmica (IT) para un hierro dúctil, junto con la descripción de la secuencia para la fabricación de un ADI. En este proceso, la austenización es seguida de un enfriamiento rápido (usualmente en un baño de sales liquidas) hasta la temperatura isotérmica, permaneciendo a ésta temperatura por el tiempo necesario que permita la nucleación y crecimiento de placas de ferrita ( $\alpha_{ac}$ ), junto con el desarrollo simultaneo de una matriz de austenita estable rica en carbono ( $\gamma_S$ ), presentándose también la formación de ferrita más carburos (mezcla conocida como bainita), dependiendo de la temperatura y principalmente del tiempo de austemperizado. La reacción de austemperizado avanza a un punto en el cual la matriz entera ha sido transformada en un producto metaestable (etapa I, en la Figura 1.3) y entonces ese producto es "congelado" por enfriamiento a temperatura ambiente antes de que la fase de bainita, ferrita más carburos, pueda aparecer (etapa II, en la Figura 1.3). En los hierros dúctiles la presencia de 2 a 3% de Silicio previene la formación de carburo de hierro (Fe<sub>3</sub>C). El carbono expulsado durante el crecimiento de la ferrita acicular en la primera etapa de la reacción, entra en la matriz de austenita, enriqueciéndola y estabilizándola térmicamente

previniendo la formación de martensita en el subsecuente enfriamiento. En la Figura 1.3 se muestra que la secuencia en el proceso de austemperizado es terminada antes de que inicie la etapa II e ilustra la disminución de las temperaturas de inicio y fin de la transformación de martensita ( $M_s$  y  $M_f$ , respectivamente) a medida que se origina la austenita rica en carbono ( $\gamma_s$ ) en la etapa I. Los tiempos típicos de austemperizado están en un rango de 1 a 4 horas, dependiendo del contenido de aleantes y del tamaño de sección de la pieza. Si el austemperizado se prolonga por mucho tiempo puede formarse la bainita, que es indeseable en el ADI.



Figura 1.3.- Diagrama IT de un hierro nodular mostrando la secuencia del proceso de austemperizado.  $M_s$  y  $M_f$  disminuyen cuando la austenita ( $\gamma$ ) es enriquecida con carbono durante la etapa I.<sup>[2]</sup>

# 1.3.2. Hierro dúctil austemperizado (ADI)<sup>[2]</sup>

El ADI es un material único con propiedades de tensión atribuidas a la austenita rica en carbono ( $\gamma_s$ ) con dispersión de ferrita acicular ( $\alpha_{ac}$ ). Tal como se ha mencionado anteriormente, el austemperizado se logra por calentamiento de la pieza a una temperatura dentro de la fase de austenita en un rango entre 815 a 925°C, la pieza permanece a esta temperatura por el tiempo necesario para saturar la austenita con carbono, seguido de un enfriamiento a una temperatura por arriba de M<sub>s</sub> con una rapidez suficiente para evitar la formación de perlita u otro tipo de estructuras, la pieza permanece a la temperatura de austemperizado por el tiempo necesario para austenita acicular y austenita estable enriquecida con carbono, llamada ausferrita.

Las propiedades mecánicas del ADI pueden variar con la temperatura de austemperizado. A bajas temperaturas de transformación (260°C) se produce una estructura fina con alta resistencia mecánica y resistencia al desgaste. A altas temperaturas de transformación (370°C) resulta una estructura gruesa que exhibe alta resistencia a la fatiga y buena ductilidad. Varios grados de ADI han sido definidos por la ASTM, los cuales se muestran en la Tabla 1.5.

Grado	Resistencia a la tensión (MPa)	Resistencia a la cedencia (MPa)	Elongación (%)	Energía al impacto (Joules)	Dureza (BHN)
1	850	550	10	100	269-321
2	1050	700	7	80	302-363
3	1200	850	4	60	341-444
4	1400	1100	1	35	388-477
5	1600	1300	N/A	N/A	444-555

Tabla 1.5.- Especificación ASTM A 897-90/A 897M-90 para los grados ADI.<sup>[6]</sup>

La obtención de las propiedades deseadas requiere de especial atención en el tamaño de sección y en el tiempo-temperatura de exposición durante la austenización y el austemperizado.

#### 1.3.2.1. Efecto del tamaño de sección y elementos aleantes

Cuando el tamaño de sección incrementa, disminuye la rapidez de cambio entre la temperatura de austenización y la temperatura de austemperizado. Para evitar los productos de reacción a altas temperaturas (tales como la perlita en tamaños de sección gruesas), debe aumentarse la templabilidad con la adición de elementos aleantes (tales como: cobre, níquel, manganeso o molibdeno) o incrementarse la severidad de temple del baño de sales. Es importante comprender que estos elementos aleantes tienden a segregarse durante la solidificación, de manera que existe una distribución no uniforme en toda la matriz; esto tiene un efecto perjudicial en la reacción de austemperizado y por lo tanto en las propiedades mecánicas, siendo la ductilidad y tenacidad al impacto las más afectadas.

El manganeso y el molibdeno tienen un gran efecto sobre la templabilidad, pero también se segregan en regiones intercelulares promoviendo la formación de carburos de hierro o carburos aleados. Mientras que el níquel y el cobre que no afectan la templabilidad tan fuertemente, son elementos que se segregan en sitios cerca de los nódulos de grafito y no forman carburos perjudiciales. Combinaciones de estos elementos, que tienden a segregarse opuestamente, se seleccionan para un efecto sinérgico sobre la templabilidad.<sup>[2]</sup>

Para cada tipo de hierro se tiene un diagrama TTT, con la ubicación de las zonas de transformación controladas por la composición química. La Figura 1.4 muestra que la influencia del molibdeno tiene un fuerte efecto en la templabilidad; incrementando el contenido de molibdeno se mueven las zonas de transformación hacia la derecha, de esta forma se evita la formación de perlita durante el enfriamiento hasta la temperatura de austemperizado; en el caso del temple permite la transformación de martensita en tamaños de sección gruesas en donde se tiene una baja velocidad de enfriamiento.<sup>[7]</sup>



Figura 1.4.- Efecto del contenido de molibdeno sobre el diagrama TTT de un hierro dúctil.<sup>[7]</sup>

#### 1.3.2.2. Temperatura de austenización

El objetivo principal de la austenización es producir una matriz austenítica con un contenido de carbono lo más uniforme como sea posible previo a la siguiente etapa del procesamiento térmico. La Figura 1.5 muestra una sección con 2% de silicio del diagrama de fases hierro-carbono-silicio. Para un hierro dúctil hípereutéctico típico, la temperatura crítica superior debe ser excedida de tal manera que la temperatura de austenización se encuentre en el campo de las fases austenita y grafito; ésta temperatura cambia con el contenido de elementos aleantes. Es claro, en la Figura 1.5, que el "equilibrio" del contenido de carbono en la austenita en equilibrio con el grafito incrementa con la temperatura de austenización. Esta capacidad para seleccionar, dentro los límites permitidos, el contenido de carbono en la matriz de austenita hace que el control de la temperatura de austenización sea importante en procesos que dependen del contenido de carbono en la matriz para impulsar una reacción. En general, los elementos aleantes, la microestructura original y el tamaño de sección determinan el tiempo requerido para la austenización. <sup>[2]</sup>



Figura 1.5.- Sección del diagrama de fases al equilibrio Fe-C-2%Si, mostrando una proyección metaestable del campo de fases  $\alpha + \gamma$ .<sup>[2]</sup>

# 1.3.2.3. Tiempo y temperatura de austemperizado

La temperatura de austemperizado es la principal determinante en la microestructura final y por lo tanto de la dureza y resistencia de una pieza austemperizada. Cuando la temperatura de austemperizado aumenta, la resistencia y tenacidad al impacto varían tal como se muestra en la Figura 1.6 para un hierro dúctil con dos niveles de manganeso.

La máxima ductilidad a cualquier temperatura de austemperizado es función del tiempo, tal como se muestra en la Figura 1.7 para un grupo de hierros dúctiles aleados y sin alear <sup>[2]</sup>. El incremento inicial en elongación ocurre en la etapa I (Figura 1.3) y su progreso finaliza en un punto en el cual la fracción de austenita es máxima. Un mayor tiempo de austemperizado reduce la ductilidad cuando en la reacción de la etapa II (Figura 1.3) se produce la bainita. Los tiempos típicos de austemperizado varían desde 1 a 4 horas.<sup>[2]</sup>



Figura 1.6.- Efecto de la temperatura de austemperizado sobre las propiedades del ADI. (a) Resistencia de tensión y cedencia. (b) Resistencia al impacto.<sup>[2]</sup>



Figura 1.7.- Porcentaje de elongación en función del tiempo de austemperizado para un grupo de hierros dúctiles aleados.<sup>[2]</sup>

# 1.3.3. Propiedades mecánicas del ADI<sup>[2]</sup>

En la Figura 1.8 (a) se muestra la diferencia entre valores mínimos de resistencia a la tensión y porcentaje de elongación para los grados ADI y otros tipos de hierros nodulares con diferente matriz. Los valores actuales de propiedades esperadas para hierros nodulares de buena calidad fabricados adecuadamente para cualquier grado especificado cubren normalmente un rango, el cual se muestra en la Figura 1.8 (b).



Figura 1.8.- Resistencia a la tensión vs % de elongación para hierros dúctiles: (a) Valores mínimos para grados ADI especificados en la norma ASTM A 897 y para las clases de hierros dúctiles especificados por la norma ASTM A 536. (b) Rango de resistencia a la tensión y % de elongación para hierros dúctiles con diferentes tratamientos térmicos.<sup>[2]</sup>

# 1.3.4. Aplicaciones del ADI

En la Tabla 1.6 se muestran algunas de las aplicaciones que tienen los hierros nodulares austemperizados (ADI), se presentan los materiales a los cuales sustituye, así como una imagen representativa de la pieza.

Nombre de la pieza	Material remplazado	Ventajas	Imagen
Engranes axiales (transmisión)	Acero forjado	<ul> <li>Mayor producción</li> <li>Menores costos</li> <li>Mejor maquinabilidad</li> <li>Operación silenciosa</li> <li>Reducción de peso</li> </ul>	

Tabla 1.6.- Aplicaciones de los ADI<sup>[4]</sup>

Engranes de tiempo de motor diesel	Acero 1022 forjado	- Reducción del 30% en costos	
Cigüeñal	Acero forjado	<ul> <li>Menor costo</li> <li>Mayor resistencia a la fatiga</li> <li>Mayor durabilidad</li> <li>Reducción de peso</li> </ul>	
Disco de embrague	Acero Aluminio	<ul> <li>Menor costo</li> <li>Menor peso</li> <li>Mejor resistencia al desgaste</li> </ul>	
Engranes de caja de transmisión	Acero forjado	<ul> <li>Menor costo de operación</li> <li>Operación silenciosa</li> <li>Reducción de peso</li> </ul>	
Calibrador del disco de frenado	Acero	- Menor peso	
Caja de transmisión para acoplar el árbol de levas	Acero	<ul> <li>Mayor resistencia al desgaste</li> <li>Mejor maquinabilidad</li> <li>Menor peso</li> </ul>	

# Capítulo 2. Antecedentes

# 2.1. Hierro dúctil austemperizado (ADI)

El hierro dúctil austemperizado (ADI, por sus siglas en inglés: Austempered Ductile Iron) es un hierro nodular con tratamiento térmico de austemperizado. En recientes años ha emergido como un importante material de ingeniería debido a sus atractivas propiedades, tales como buena ductilidad y tenacidad, resistencia mecánica, resistencia al desgaste y a la fatiga.

Las propiedades del ADI están relacionadas con su microestructura única y particular. Cuando el hierro dúctil es austemperizado, se produce una microestructura que consiste de ferrita acicular ( $\alpha_{ac}$ ) y austenita estable de alto contenido de carbono ( $\gamma_{s}$ ) más los nódulos de grafito dispersos dentro de la matriz. Al producto de la reacción de austemperizado en el hierro dúctil se le conoce como "a*usferrita*". Esta microestructura es diferente de la obtenida en el austemperizado del acero la cual consiste de ferrita más carburos, conocida como bainita. <sup>[8]</sup>

El hierro nodular base para fabricar piezas de hierro ADI debe tener buena calidad metalúrgica, es decir, libre de porosidad y carburos eutécticos, con un mínimo de 90% de nodularidad y un mínimo de 80% de matriz perlítica. También es importante que la pieza de colada esté libre de grietas, ya que pueden propagarse durante el tratamiento térmico de austemperizado.<sup>[9]</sup>

# 2.1.1. Ciclo de tratamiento térmico

El objetivo del austemperizado es producir la microestructura consistente de ferrita acicular ( $\alpha_{ac}$ ) y austenita estable de alto contenido de carbono ( $\gamma_s$ ), llamada *ausferrita*.

Hay tres etapas en el ciclo de tratamiento térmico de austemperizado: 1) austenización, 2) enfriamiento rápido y 3) austemperizado. Estas etapas contribuyen en las propiedades finales del ADI. La Figura 2.1 muestra el diagrama del ciclo de tratamiento térmico de austemperizado en donde se pueden observar las etapas de, austenización durante la zona B-C, enfriamiento rápido en la zona C-D y austemperizado durante la zona D-G.<sup>[9]</sup>



Figura 2.1.- Diagrama del ciclo de tratamiento térmico de austemperizado.<sup>[10]</sup>

# 2.1.1.1. Austenización

La pieza es calentada hasta una temperatura en un rango de 840 a 950°C (zona A-B en la Figura 2.1) y permanece a esta temperatura hasta que la matriz es transformada completamente a austenita, la cual es saturada con carbono durante esta etapa (zona B-C). La rapidez de calentamiento tiene poco o ningún efecto en las propiedades finales, mientras que la temperatura y el tiempo de la austenización (tiempo entre el punto B y C) afectan las propiedades mecánicas finales. Las condiciones adecuadas para ambos parámetros están determinadas en gran parte por el tamaño de sección, la composición química y la segregación de los elementos aleantes. El efecto de la temperatura de austenización sobre las propiedades mecánicas se muestra en la Figura 2.2.<sup>[9]</sup>



Figura 2.2.- Efecto de la temperatura de austenización sobre las propiedades mecánicas en un ADI Grado 1. <sup>[9]</sup>

En algunos estudios sobre el efecto que tiene la temperatura de austenización en las propiedades mecánicas finales se reporta que los cambios ocurridos por debajo de los 850°C se deben a la presencia de ferrita dentro de la estructura austenizada, y por arriba de los 950°C debido al crecimiento de grano de la austenita y del posible traslape de las reacciones ocurridas en las etapas I y II, lo cual disminuye las propiedades mecánicas (Figura 2.3).<sup>[11]</sup>



	Temperatura de austemperizado	315°C	370°C	400°C				
(a)	Resistencia a la cedencia al 0.2%	$\bullet$	۲	0				
	Resistencia a la tensión							
	Temperatura de austemperizado	315°C	370°C	400°C				
(b)	% de elongación	$\bullet$	۲	0				
	Resistencia al impacto							
Figura 2.3 Variación de las propiedades mecánicas con la temperatura de austenización								
para dif	para diferentes temperaturas de austemperizado. <sup>[11]</sup>							

El tiempo de austenización puede ser benéfico sobre las propiedades mecánicas del ADI. Al extender el tiempo de austenización el contenido de carbón incrementa, lo cual mueve la curva TTT a posiciones más bajas, es decir, la microestructura es más probable que se parezca a una ausferrita "superior" cuando es transformada a la misma temperatura, esta puede ser la razón por la cual los valores de elongación e impacto se incrementan, así mismo, extender el tiempo de austenización también tiene un efecto sobre la grafitización de carburos residuales y provoca que el carbono sea mejor distribuido a altos contenidos en toda la matriz, esta puede ser la razón por la cual se incrementan la dureza y la resistencia, tal como se observa en la Figura 2.4. <sup>[12]</sup>



Figura 2.4.- Influencia del tiempo de austenización sobre las propiedades mecánicas de un hierro dúctil aleado. Temperatura de austenización: 900°C, austemperizado a 350°C por 1 hora.<sup>[12]</sup>

### 2.1.1.2. Enfriamiento rápido

La segunda etapa (zona C-D en la Figura 2.1) consiste de un enfriamiento rápido hasta la temperatura de austemperizado. Durante esta etapa deben considerarse los siguientes criterios: 1) la rapidez de enfriamiento debe ser suficientemente alta para evitar la formación de perlita y 2) la temperatura de austemperizado debe alcanzarse en toda la pieza antes de que inicie la reacción de austemperizado (nucleación y crecimiento de ferrita acicular). La Figura 2.5 muestra tres curvas de enfriamiento en las cuales la formación de perlita es evitada (primer criterio), pero las propiedades mecánicas en las tres piezas pueden ser diferentes. En una pieza con la curva de enfriamiento No. 3, las propiedades de resistencia son significativamente más altas que las obtenidas en una pieza con la curva No. 1. <sup>[9]</sup>



Figura 2.5.- Efecto de la rapidez de enfriamiento sobre la reacción a la temperatura de austemperizado.<sup>[9]</sup>

# 2.1.1.3. Austemperizado

La etapa más importante del ciclo de tratamiento térmico es el austemperizado (zona D-G en la Figura 2.1). En esta etapa la pieza permanece en un baño de sales fundidas, que se encuentran a la temperatura de austemperizado dentro de un rango de 260 a 400°C, hasta que la *reacción de austemperizado* es completada.<sup>[9]</sup>

La reacción de austemperizado en el ADI se presenta en dos etapas:

Etapa I: 
$$\gamma_0(C_{\gamma}^0) \rightarrow \alpha_{ac} + \gamma_S(C_{\gamma}^S)$$
 {Formación de ausferrita]  
Etapa II:  $\gamma_S(C_{\gamma}^S) \rightarrow \alpha + carburos$  {Formación de bainita}

En la etapa I, la matriz de austenita ( $\gamma_0$ ) con un contenido de carbono  $C_{\gamma}^0$ , se transforma isotérmicamente a a*usferrita*, la cual es una mezcla de ferrita acicular ( $\alpha_{ac}$ ) y austenita estable ( $\gamma_s$ ) enriquecida con un alto contenido de carbono  $C_{\gamma}^S$ .

En la etapa II, la austenita estable ( $\gamma_s$ ) se descompone a ferrita y carburos (formación de bainita), disminuyendo así, la fracción de austenita estable enriquecida con carbono.<sup>[13]</sup>

Durante el periodo entre el punto E y F de la Figura 2.1, el carbono rechazado del crecimiento de las placas de ferrita difunde dentro de la austenita remanente, logrando incrementar el contenido de carbono en la austenita entre 1.2 – 1.6%, éste contenido de carbono da origen a una austenita que es metaestable. La austenita metaestable puede existir en la matriz a temperatura ambiente pero no necesariamente es estable. Si la pieza es enfriada por debajo de temperatura ambiente o sometida a esfuerzos, por ejemplo, durante el maquinado, la austenita metaestable puede transformarse a martensita. Esta transformación causa problemas de maquinado, cambios dimensionales y pérdida de ductilidad.

Durante la permanencia en la región F-G (Figura 2.1), la existencia de ferrita acicular aún en crecimiento, conduce más carbono dentro de la austenita remanente, incrementando la concentración de carbono en la austenita. Dependiendo de la composición química del hierro, la concentración de carbono en la austenita se incrementa desde 1.8 hasta 2.2%. *Con esta concentración de carbono, la austenita se vuelve térmica y mecánicamente estable*.

Si la pieza permanece a la temperatura de austemperizado por un tiempo prolongado, eventualmente toda la austenita se transformará a bainita (punto J de la Figura 2.1), es decir, se lleva a cabo la etapa II de la reacción de austemperizado, resultando en una disminución de las propiedades mecánicas en el ADI, principalmente reduciendo la ductilidad.<sup>[10]</sup>

La "ventana de proceso" define el tiempo de austemperizado en el cual se alcanzan las propiedades mecánicas deseadas, este intervalo de tiempo se encuentra entre las etapas I y II de la reacción de austemperizado. El inicio de la ventana de proceso (tiempo t<sub>1</sub>) es definido como el tiempo en el cual la cantidad de austenita de bajo contenido de carbono sin reaccionar ha sido reducida a un 3%, es decir, la cantidad de martensita que puede formarse a partir de esta austenita metaestable es del 3%. El final de la ventana de proceso (tiempo t<sub>2</sub>) se define como el tiempo en el cual el contenido máximo de austenita de alto contenido de carbono ha sido reducido un 10%, es

33

decir, en la microestructura final permanecerá como mínimo un 90% de austenita estable de alto contenido de carbono.<sup>[11]</sup>

La magnitud de la ventana de proceso depende de la temperatura de austemperizado, temperatura de austenización y de la concentración de elementos aleantes.

En la Figura 2.5 se muestra el efecto de la temperatura de austenización sobre la ventana de proceso para un ADI con la siguiente composición química: 3.5% C, 2.6% Si, 0.48% Cu, 0.96% Ni, 0.27% Mo y 0.25% Mn.<sup>[11]</sup>

Las observaciones que se realizan son: para cada temperatura de austenización, la ventana de proceso es relativamente amplia para temperaturas bajas de austemperizado, en las cuales se obtienen grados ADI de alta resistencia. A altas temperaturas de austemperizado la ventana es más estrecha y eventualmente se cierra (existe un traslape entre las etapas I y II). A bajas temperaturas de austenización la ventana de proceso se mueve a tiempos de austemperizado más cortos.



Figura 2.5.- Ventana de proceso para temperaturas de austenización de 870, 900 y 950°C.<sup>[11]</sup>

La temperatura y tiempo de austemperizado son las variables más importantes que controlan la microestructura y propiedades mecánicas del ADI. El efecto de la temperatura de austemperizado sobre las propiedades mecánicas se muestra en las Figuras 2.6 a la 2.8. Se puede observar que las propiedades de resistencia a la tensión y a la cedencia aumentan cuando se disminuye la

34

temperatura de 400°C a 260°C, mientras que la ductilidad y resistencia al impacto disminuyen notablemente. A alta temperatura de austemperizado la microestructura resultante es gruesa, mientras que a baja temperatura la microestructura se vuelve más fina. El tiempo de austemperizado varia con la temperatura, a alta temperatura de austemperizado la difusión de carbono es mayor y la reacción es completada en mucho menor tiempo que a baja temperatura.<sup>[9]</sup>



Figura 2.6.- Efecto de la temperatura de austemperizado sobre la resistencia a la tensión y a la cedencia.<sup>[9]</sup>



Figura 2.7.- Efecto de la temperatura de austemperizado sobre el porcentaje de elongación.<sup>[9]</sup>


Figura 2.8.- Efecto de la temperatura de austemperizado sobre la resistencia al impacto.<sup>[9]</sup>

Las propiedades mecánicas pueden ser explicadas en función de la cantidad relativa de ferrita acicular y austenita estable, así como de la morfología de la ferrita acicular. Altas temperaturas de austemperizado producen una microestructura gruesa consistente de grandes fracciones en volumen de austenita estable y menor ferrita acicular, resultando en baja resistencia y alta ductilidad. El austemperizado a bajas temperaturas produce grandes fracciones en volumen de ferrita acicular y bajas cantidades de austenita estable, resultando en alta resistencia y baja ductilidad. <sup>[13]</sup>

## 2.1.2. Microestructura del ADI<sup>[10]</sup>

La estructura de hierro dúctil austemperizado ha sido llamada con varios nombres. En un principio fue llamada bainita al igual que en los aceros, años más tarde se comprobó que no se trataba de bainita. A pesar del interés por cambiar el nombre, aun seguían llamando a esta microestructura como "bainita superior" y "bainita inferior". Las principales diferencias entre un hierro colado y un acero son las siguientes:

 El contenido de carbono en un acero permanece constante a pesar de ser sometido a cualquier tratamiento térmico (excepto cuando el contenido de carbono es incrementado intencionalmente en la superficie por tratamiento de carburización). Variando la temperatura de austenización no cambia el contenido de carbono en la matriz del acero. Debido a la presencia de grafito, el contenido de carbono en la matriz de un hierro colado varia con la temperatura de austenización entre 0.7 y 1.7%.

- Por las características de solidificación, la distribución de soluto es relativamente homogénea en un acero. En contraste, los hierros colados solidifican a través de un proceso eutéctico, causando segregación de soluto, variando la solubilidad local de carbono y variando la cinética de carbono (incrementando la difusividad de carbono).
- El silicio es considerado perjudicial en los aceros, mientras que es esencial en los hierros colados. El silicio retrasa la formación de bainita, lo cual es necesario para el desarrollo de la microestructura ausferrítica del ADI.

La microestructura correcta del ADI está compuesta de ferrita acicular y austenita estable de alto contenido de carbono. La microestructura debe estar libre de perlita, bainita y martensita. Para ésta estructura como tal, el nombre técnicamente correcto es *ausferrita*, implicando que la microestructura está compuesta de austenita y ferrita. En 1992, ausferrita se vuelve el nombre estándar ASTM (A 644-92) para la microestructura del ADI.

Esta terminología puede ser extendida para el hierro maleable austemperizado (AMI) y para el hierro gris austemperizado (AGI), así mismo, para la microestructura resultante del tratamiento de austemperizado de los hierros vermiculares, hierros de fase dual y los hierros nodulares con carburos.

#### 2.1.2.1. Clasificación de la austenita

Durante la etapa de austenización, la austenita alcanza entre 0.8% y 1.1% de carbono, dependiendo de la composición química y de la temperatura de austenización. Los carburos segregados en el límite de grano incrementan la solubilidad de carbono localmente, ambos, carbono y elementos formadores de carburos estabilizan la austenita en estas áreas. La reacción de austemperizado puede completarse en el resto de la pieza, sin embargo, en regiones del límite de grano pueden haber grandes fracciones de austenita en las cuales no ocurre dicha reacción. Esta austenita es a menudo llamada "austenita retenida", "austenita original", "austenita de bajo carbono", "austenita de límite de grano", "austenita no transformada", entre otros. Ninguno de los nombres anteriores es apropiado.

El nombre de "austenita retenida" no es descriptivo, considerando la microestructura del ADI, toda austenita en la estructura austemperizada esta retenida de la matriz austenítica original obtenida durante la austenización. El nombre correcto para este tipo de austenita es *austenita metaestable sin reaccionar*, indicando que no participa en la reacción de austemperizado, por lo tanto, su concentración de carbono no cambia durante el austemperizado. La austenita metaestable sin reaccionar puede sufrir una transformación martensítica inducida por esfuerzo, por ejemplo, durante el maquinado.

Hay otro tipo de austenita formada durante la etapa de austemperizado, su contenido de carbono aumenta significativamente durante la permanencia en esta etapa, alcanzando entre 1.2% a 1.6% de carbono. Con este contenido de carbono la austenita es metaestable a temperatura ambiente y puede transformarse a martensita durante el enfriamiento de la pieza a temperaturas bajas o durante el maquinado. El nombre apropiado para este tipo de austenita es *austenita metaestable reaccionada*.

El tercer tipo de austenita en la estructura austemperizada es desarrollada a tiempos más largos de permanencia durante el austemperizado, en este periodo la concentración de carbono en la austenita se incrementa hasta un 2% o más. Con este contenido de carbono, la austenita es térmica y mecánicamente estable. El nombre apropiado para este tipo de austenita es *austenita estable reaccionada* y es el tipo de austenita deseable en la microestructura del ADI. Es difícil distinguir visualmente por microscopio óptico entre la austenita metaestable reaccionada y la austenita estable reaccionada, únicamente con técnicas especiales se pueden revelar las diferencias existentes.<sup>[10]</sup>

#### 2.1.2.2. Clasificación de la ferrita

Puede haber tres tipos de ferrita en el ADI: ferrita acicular, ferrita pro-eutectoide y ferrita bainítica. La ferrita acicular es parte de la microestructura del ADI y es la única forma de ferrita deseable. Es comúnmente, pero incorrectamente, llamada ferrita bainítica.

La ferrita pro-eutectoide es resultado de bajas temperaturas de austenización. Cuando la temperatura de austenización es baja, existen en equilibrio austenita, ferrita y grafito durante la etapa de austenizado. La ferrita se forma en zonas de alta concentración de silicio, es decir, cerca de los nódulos de grafito.

Cuando la segunda etapa de la reacción de austemperizado se completa, la matriz entera se transforma a bainita (ferrita mas carburos precipitados) y por lo tanto deja de ser ausferrítica. Aunque la estructura cristalina de la ferrita acicular y de la ferrita bainítica es similar, la morfología no lo es. La ferrita bainítica no es deseable en la microestructura del ADI.<sup>[10]</sup>

#### 2.1.2.3. Perlita en el ADI

La perlita es perjudicial para las propiedades de resistencia y ductilidad del ADI. La composición de la perlita es similar que en un hierro dúctil convencional, sin embargo, su localización en el ADI es completamente diferente; mientras que en el hierro dúctil, la perlita se forma en áreas de los límites de grano lejos de los nódulos de grafito, en el ADI, se forma cerca de los nódulos de grafito casi nunca en áreas de los límites de grano. La razón es que en el hierro dúctil los elementos promotores y/o estabilizadores de la perlita se segregan en áreas de los límites de grano. El silicio, inversamente, se segrega cerca de los nódulos de grafito, disminuyendo así la solubilidad de carbono en la austenita y acelerando la difusión de carbono desde la matriz hacia los nódulos de grafito, promoviendo de esta manera la formación de ferrita cerca del nódulo (estructura llamada "ojo de buey"). Por otro lado, el carbono aumenta fuertemente la templabilidad durante el tratamiento térmico del ADI, la segregación de silicio disminuye la solubilidad de carbono, es decir, disminuye la templabilidad alrededor de los nódulos, por ello, si la perlita se forma en el ADI, ésta se formará cerca de los nódulos de grafito.<sup>[10]</sup>

#### 2.1.3. Elementos aleantes y cinética de transformación

La cinética de transformación de la austenita durante el austemperizado es totalmente influenciada por la composición química. Los elementos aleantes no están homogéneamente distribuidos dentro de la matriz del material, por ejemplo, la concentración de carbono en la vecindad del nódulo de grafito es menor que en regiones intercelulares, en consecuencia la fuerza motriz para la transformación de la austenita es mayor en estas zonas, causando el comienzo de la transformación cerca de los nódulos dentro de la celda eutéctica. Por otro lado, las regiones intercelulares son ricas en carbono y elementos promotores de carburos como Mn y Mo, los cuales tienden a retrasar la transformación de la austenita. Para producir piezas de ADI con secciones gruesas, llega a ser necesario el uso de elementos aleantes para aumentar la templabilidad de hierro dúctil, tales como el Mn, Mo y Ni. Adiciones de Ni y Mo son usualmente recomendadas para aumentar la templabilidad. El níquel se segrega inversamente al molibdeno y se concentra preferencialmente en el seno de la celda eutéctica, contribuyendo al incremento de la templabilidad de estas regiones.<sup>[14]</sup>

El cobre es el elemento más barato que mejora la templabilidad, pero es menos efectivo comparado con Mo, Mn y Ni, <sup>[9]</sup>. La efectividad del Cu como agente para mejorar la templabilidad disminuye cuando se excede el 0.8% en peso, además, la ductilidad y tenacidad disminuyen por la adición de contenidos mayores a este valor. El Cu es un promotor efectivo de la perlita. No tiene algún efecto sobre el inicio de la reacción de austemperizado o de la transformación bainítica, pero si incrementa el tiempo requerido para una austenización completa ya que forma una barrera para la difusión de carbono, <sup>[15]</sup>.

Los principales elementos promotores de carburos son Mn, Mo, Cr, Mg, Ti, V y Ca, los cuales se segregan en los límites de grano. El Mn baja la temperatura crítica superior, por lo tanto, la temperatura de austenización, es el segundo elemento después del molibdeno que aumenta la templabilidad, estabiliza la austenita y retrasa la nucleación de ferrita. El Mo es el elemento más efectivo en el incremento de la templabilidad, al igual que el Mn se segrega en los límites de grano, a menudo forma carburos eutécticos que son muy estables y difíciles de disolver, incrementa la temperatura de austenización, retrasa la reacción de austemperizado, un 0.5% en peso de Mo se considera una concentración alta en el ADI, usualmente se recomienda un 0.35% en peso de Mo; altos contenidos de Mo causan la presencia de grandes cantidades de *austenita metaestable sin reaccionar*. El Cr es un promotor y formador de carburos, disminuye la ductilidad y la resistencia a la fatiga, si la concentración es menor al 0.2% en peso el efecto en las propiedades es mínimo.

En los hierros colados los carburos formados se alean con la cementita remplazando los átomos de Fe en la estructura cristalina, la estequiometria más apropiada es (Fe, Mn, Mo, Cr, V, Ti)<sub>3</sub>C, <sup>[15]</sup>.

Elementos como el Mo, Cu, Ni y Mn pueden retardar la transformación de la ferrita acicular en el ADI durante el austemperizado, siendo el molibdeno el de mayor efecto, <sup>[16]</sup>.

El silicio restringe la formación de carburos durante el austemperizado, <sup>[17]</sup>. El silicio es uno de los elementos más importantes en los hierros colados, es un grafitizante y se segrega cerca de los nódulos de grafito, retrasa la formación de bainita (etapa II) durante el austemperizado. Aumenta

la temperatura crítica superior, por lo tanto, la temperatura de austenización. Dos de los efectos más importantes sobre la reacción de austemperizado son: disminuye la solubilidad de carbono y acelera la difusión de carbono en la austenita, estos dos efectos promueven la nucleación y crecimiento de la ferrita acicular en la matriz austenítica, por lo tanto, el silicio promueve la etapa I de la reacción de austemperizado, <sup>[15]</sup>.

El Níquel es el tercer elemento efectivo que mejora la templabilidad, incrementa la ductilidad y tenacidad, no tiene efecto significante sobre la solubilidad de carbono en la austenita o sobre la temperatura de austenización, al parecer no afecta el inicio de la nucleación de la ferrita acicular, pero tiende a retrasar la formación de bainita (etapa II) durante el austemperizado, <sup>[15]</sup>.

#### 2.2. Hierro dúctil austemperizado con carburos (CADI)

El hierro dúctil austemperizado con carburos (CADI, por sus siglas en inglés: Carbidic Austempered Ductile Iron) es producto del austemperizado de un hierro dúctil que contiene carburos, la microestructura resultante consiste de una fracción dada de carburos dentro de la matriz ausferrítica, <sup>[18]</sup>. La presencia de carburos debe promover un aumento en la resistencia a la abrasión, aunque también debe esperarse una disminución de la resistencia al impacto. Por lo tanto, el desafío en el desarrollo de este material está relacionado con el control de la microestructura que permita obtener un balance entre resistencia a la abrasión y al impacto, <sup>[19]</sup>.

#### 2.2.1. Formación y estabilidad de carburos en el material base

Los métodos en cómo pueden ser formados los carburos incluyen el uso de elementos aleantes promotores de carburos, carburos introducidos mecánicamente y por endurecimiento superficial por soldadura, entre otros, <sup>[18]</sup>.

El método más comúnmente empleado para producir una microestructura con carburos es alearlo con elementos estabilizadores de carburos, tales como el molibdeno, el cromo o el titanio. También puede ajustarse la cantidad de elementos grafitizantes (C, Si) y/o aumentarse el grado de subenfriamiento, a fin de promover la formación de carburos ledeburíticos. Estos procedimientos implican emplear composiciones hipoeutécticas, que complican el proceso de llenado de moldes. Además, este tipo de carburos tienden a disolverse fácilmente en la etapa de austenizado del tratamiento térmico de austemperizado. El grado de disolución de los carburos dependerá de sus características (composición química, morfología) y de los parámetros de tratamiento térmico. Se ha demostrado que los carburos ledeburíticos producidos, tanto por el control del carbono equivalente, como por una elevada velocidad de enfriamiento (carburos no aleados), son menos estables y, por lo tanto, se disuelven más fácilmente que los carburos aleados (habitualmente producidos por efectos de la microsegregación).

El efecto de los elementos estabilizadores de carburos es reducir el intervalo de temperatura entre los eutécticos estable y metaestable, lo cual promueve la solidificación según el diagrama metaestable. Así mismo, cuanto menor sea la velocidad de enfriamiento, tanto mayor será el efecto de la microsegregación, la cual dará lugar al enriquecimiento en elementos formadores de carburos en las últimas regiones de líquido (zonas LTF "Last To Freeze") y por ende, a la formación de carburos muy aleados, cuyo tamaño y morfología podrá variar desde formas ledeburíticas a placas delgadas, según las características de la aleación, el tamaño de pieza y las condiciones del proceso de fabricación, <sup>[19]</sup>.

#### 2.2.2. Tendencias y aplicaciones de los hierros CADI

Este material surge a principios de 1990, se inicia la producción en Europa, Norteamérica y Asia. Una estimación razonable de la producción actual de CADI es de 10 mil toneladas al año en todo el mundo, <sup>[18]</sup>.

Varios fabricantes aprovechan las ventajas de resistencia al desgaste de los carburos y la tenacidad de la matriz ausferrítica obtenida por el proceso de austemperizado, <sup>[20]</sup>.

La resistencia a la abrasión del CADI aumenta con el incremento de la fracción de carburos. Los resultados de desgaste para el CADI son mejores para aquellos obtenidos por los ADI y en algunos casos compiten con los hierros resistentes a la abrasión (AR, Abrasion Resistant), tal como se muestra en la Figura 2.9. Además, la tenacidad de este material es mejorada sobre muchos hierros resistentes al desgaste. La excelente combinación de propiedades de resistencia al desgaste con una adecuada tenacidad resulta en una serie de componentes para aplicaciones agrícolas, tales como puntas de rasgado, puntas de arado y componentes internos de maquinas cosechadoras, <sup>[18]</sup>. La Figura 2.9 muestra los resultados obtenidos en pruebas de abrasión (Pin abrasion test). Varias observaciones fueron realizadas por el autor, <sup>[21]</sup>:

- Las curvas para hierros austemperizados son relativamente horizontales, indicando que la pérdida de material es insensible a la dureza. Esto es resultado de la transformación de la austenita a martensita sobre la superficie de la muestra sometida a prueba.
- En ambientes abrasivos de alto esfuerzo, los ADI, CADI y los hierros resistentes a la abrasión (AR), tienen mejor resistencia a la abrasión que los aceros austemperizados y que los aceros templados y revenidos.
- La resistencia a la abrasión del ADI puede ser mejorada por adición de carburos en la matriz, es decir, por el CADI. El volumen de pérdida de material es dependiente de la fracción en volumen de carburos presentes, con altos volúmenes de carburos resulta en una mejor resistencia a la abrasión.
- La mejor resistencia a la abrasión es exhibida por los hierros tipo AR. Sin embargo, los CADI y los Hierros dúctiles Q&T (Quenched & Tempered) son materiales que compiten con algunos de estos hierros tipo AR.



Figura 2.9.- Resistencia al desgaste para hierros colados, hierros dúctiles austemperizados, CADI y aceros resistentes al desgaste.<sup>[21]</sup>

En la Figura 2.10 se muestra una punta de rasgado fabricada en CADI. Los carburos en la matriz del CADI mejoran la resistencia al desgaste, mientras que la matriz ausferrítica imparte suficiente tenacidad para resistir el impacto durante la preparación del suelo, <sup>[21]</sup>.



Figura 2.10.- Punta de rasgado para suelos, fabricada en CADI con un porcentaje controlado de carburos y una dureza de aproximadamente 500 HBN.<sup>[21]</sup>

Las aplicaciones actuales para el CADI son limitadas, pero están en crecimiento. Bajo la licencia de Sandvik se han producido cantidades limitadas de piezas fabricadas en CADI con carburos de colada. Las perspectivas de los CADI se ha incrementado considerablemente en los últimos tiempos con el lanzamiento público de programas de la empresa John Deere, anunciando en el año 2000 el uso del CADI en su nueva y revolucionaria cosechadora rotativa, así como en la fabricación de puntas de rasgado. Estos eventos aceleraron los esfuerzos en la investigación y producción por parte de la industria. Las potenciales aplicaciones en vehículos incluyen árbol de levas, entre otros. Las aplicaciones agrícolas pueden incluir puntas de rasgado, dientes para maquinaria, puntas de arado, placas de desgaste y de recolectores, componentes selectores y empacadores. Posibles aplicaciones en ferrocarriles incluyen componentes de la suspensión y placas sometidas a desgaste. Las potenciales aplicaciones en la construcción y minería incluyen dientes de excavadora y escarificadores, cortadores, molino de martillos, cuchillas, cubiertas, rampas, placas, tubos y codos de transporte, rodillos de trituradora, entre otros. Las aplicaciones industriales pueden incluir componentes sometidos a desgaste, como la cinta transportadora de maquinarias cosechadoras, <sup>[20]</sup>.

En las Figuras 2.11 a la 2.13 se muestran algunos componentes fabricados en CADI.



Figura 2.11.- Puntas de rasgado utilizadas por la empresa John Deere en algunos de sus equipos, fabricadas en CADI para una buena resistencia al desgaste y tenacidad en suelos rocosos abrasivos. [22]



Figura 2.12.- Aplicaciones típicas de CADI, incluyen componentes para la industria agrícola y de construcción. (http://www.appliedprocess.com/cadi)



Figura 2.13.- Punta de arado fabricada en CADI, la combinación de resistencia al desgaste y tenacidad hacen atractiva la elección de este material.<sup>[23]</sup>

# Capítulo 3. Desarrollo experimental

## 3.1. Fabricación del hierro nodular con carburos

El material usado en este trabajo fue un hierro nodular clase D120-90-02 modificado en su composición química con adiciones de manganeso, cromo y molibdeno, se fabricó en un horno de inducción de alta frecuencia con capacidad de 100 Kg y potencia de 75 KWH, en el Laboratorio de Fundición del Departamento de Ingeniería Metalúrgica. El material fue obtenido en un trabajo anterior a esta tesis, <sup>[24]</sup>.

## 3.1.1. Pieza y molde

En un trabajo previo se diseñó un conjunto pieza–molde con el propósito de variar la velocidad de extracción de calor y con esto la velocidad de enfriamiento para evaluar el efecto de esta variable en la fracción de carburos formados en la pieza obtenida de colada, <sup>[24]</sup>.

Para ello se fabricó una caja de aluminio como enfriador, dentro del cual se colocó el molde de Silicato–CO<sub>2</sub>, los esquemas se presentan en las Figuras 3.1 a la 3.3. Para el diseño de la pieza se consideró que ésta tuviera un módulo de solidificación grande (1.5cm), con el propósito de tener zonas de enfriamiento lento en las cuales es más difícil la formación de carburos y así evaluar el efecto blanqueador de los aleantes adicionados.



Figura 3.1.- Geometría de la pieza de colada. Las placas obtenidas tienen una dimensión de 27.5 cm de longitud, 3.5 cm de espesor promedio y 14 cm de altura.



Figura 3.2.- Detalle de la pieza, molde y enfriador empleado.



Figura 3.3.- Molde con enfriador de aluminio antes de la colada.

## 3.1.2. Composición química

La composición química del hierro nodular con carburos (Carbidic Ductile Iron, CDI) con adición de aleantes: Mn, Cr y Mo, se muestra en la Tabla 3, el Carbón Equivalente (CE) fue de 4.57%.

Tabla 3. Composición química del hierro nodular utilizado para el tratamiento térmico de austemperizado.

Elemento	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Мо	Cu	Mg	Ni
% Peso	3.79	2.32	0.78	0.018	0.013	0.76	0.48	0.39	0.027	0.043

Se mantuvo un nivel alto de manganeso para promover una matriz completamente de perlita, se aumentaron los niveles de molibdeno y cromo con la finalidad de promover la formación de carburos en la pieza de módulo grande, así mismo se aumentó ligeramente el contenido de cobre para fortalecer la matriz, ya que es un estabilizador de la perlita.

## 3.1.3. Caracterización de la microestructura del material base

Para la caracterización de la microestructura se obtuvieron muestras representativas de la pieza de colada, se tomó una sección lateral de la pieza de la cual se obtuvieron tres secciones que fueron preparadas para el análisis metalográfico, tal como se muestra en la Figura 3.4. Los pasos seguidos tanto para la caracterización de la microestructura en el material base como en

las probetas después del tratamiento de austemperizado, fueron los siguientes:

- Obtención de la muestra procurando que la zona expuesta fuera adecuada y representativa de la microestructura.
- Desbaste convencional de la superficie de cada muestra con lijas de SiC de diferente grado; se utilizaron los siguientes grados de lija en el orden que se mencionan: 80, 240, 320, 400 y 600.
- Pulido grueso y fino en paños giratorios utilizando como abrasivo alúmina de 1.0µm.
- Observación al microscopio, sin ataque químico, de la superficie pulida para la evaluación del grafito utilizando como referencia el patrón de la AFS (American Foundrymen's Society)<sup>[25]</sup>, el análisis se realizó a 100X; se evaluó el tipo de grafito, % de nodularidad, tamaño de nódulo y densidad de nódulos (Nódulos/mm<sup>2</sup>).

- Obtención de imágenes de las características del grafito mediante el software Image-Pro Plus.
- Ataque químico de la superficie pulida, empleando una solución de Nital 2 (2% de HNO<sub>3</sub> + 98% de Alcohol Etílico) durante 3 a 5 segundos por inmersión, esto con el fin de revelar las fases presentes en la matriz.
- Obtención de imágenes de la microestructura observada a diferentes aumentos (100X, 200X, 500X y 1000X, respectivamente) mediante el software Image-Pro Plus.
- Finalmente se realizó un ataque químico empleando una solución de la siguiente composición: 10 mL de HNO<sub>3</sub> conc. + 4 mL de HF conc. + 87 mL de H<sub>2</sub>O destilada, con el objetivo de obtener un alto contraste de los carburos presentes en la matriz.
- Obtención de imágenes representativas de los carburos observados, mediante el software Image-Pro Plus. Así mismo, fue realizado el análisis digital de las imágenes para determinar el porcentaje de carburos presentes en la matriz, empleando el software antes mencionado.



Figura 3.4.- Muestras obtenidas para la caracterización de la microestructura del material base: sección superior (A), sección media (B) y sección inferior (C).

#### 3.2. Tratamiento de austemperizado

La temperatura y el tiempo de austemperizado son las variables que controlan las características de la microestructura formada durante el tratamiento de austemperizado y por lo tanto las propiedades mecánicas finales, a temperaturas de austemperizado altas se obtiene una microestructura gruesa, mientras que a bajas temperaturas la microestructura se vuele más fina. Por otro lado, el tiempo define una etapa importante llamada ventana de proceso, la cual describe un lapso de tiempo en cual se obtiene una microestructura completamente de ausferrita que controla las propiedades mecánicas.<sup>[9, 11, 13]</sup>

Por tal motivo en este trabajo se eligieron condiciones para llevar a cabo una serie de experimentos que permitieran evaluar la evolución y características morfológicas de la fase de ausferrita en un hierro nodular con carburos durante el tratamiento a bajas y altas temperaturas de austemperizado, y durante cortos y largos tiempos de austemperizado. Los parámetros de tratamiento de austemperizado seleccionados se indican en la Tabla 3.1.

#### 3.2.1. Probetas

Se maquinaron probetas Charpy sin muesca de 10x10x55 mm, dimensiones establecidas por la norma ASTM E 23 <sup>[26]</sup> para el ensayo de impacto, el esquema de las probetas se muestra en la Figura 3.5. Las probetas fueron cobrizadas para protegerlas de la oxidación y descarburación durante la etapa de austenización, para ello fueron desengrasadas, lavadas y finalmente sumergidas en una solución de CuSO<sub>4</sub> concentrado.



Figura 3.5.- Probetas Charpy sin muesca utilizadas en el tratamiento de austemperizado.

## 3.2.2. Dispositivo experimental

Se utilizó un dispositivo experimental que permitiera establecer condiciones de tratamiento de austemperizado adecuadas, principalmente inhibir el efecto del aumento de la temperatura en el baño de sales fundidas debido a la inmersión de las muestras después de la etapa de austenización, así como brindar facilidad de operación, Figura 3.6.





Figura 3.6.- Dispositivo experimental utilizado para realizar el tratamiento de austemperizado, el cual consta de las siguientes partes: 1) mufla para austenización, 2) horno de resistencia eléctrica para tratamiento isotérmico, 3) Crisol y baño de sales (nitrito de sodio y nitrato de sodio), 4) termopares y 5) multímetro para establecer la temperatura del baño de sales.

## 3.2.3. Condiciones del tratamiento de austemperizado

Las probetas fueron austenizadas a una temperatura de 940°C durante 25 minutos, posteriormente fueron enfriadas rápidamente en un baño de sales fundidas *"IMCO CLAAS 5.1* (sales con contenidos de nitrito y nitrato de sodio)" que se encontraban a la temperatura de austemperizado correspondiente, las probetas permanecieron en el baño de sales a ésta temperatura durante todo el tiempo de tratamiento isotérmico, una vez concluido el tiempo correspondiente, las probetas del baño de sales y enfriadas en aire hasta temperatura ambiente. En la Tabla 3.1 se muestran los parámetros de temperatura y tiempo de austemperizado considerados para los experimentos realizados.

Temperatura de austemperizado (T <sub>A</sub> )		300°C				400°C			
Tiempo de austemperizado (t <sub>A</sub> ), minutos		60	120	180	15	60	120	180	
		00	120	100	15	00	120	100	

Tabla 3.1. Parámetros de temperatura y tiempo de austemperizado considerados en este trabajo.

Para cada tiempo establecido se sometieron a tratamiento de austemperizado tres probetas, resultando un total de 12 muestras por cada temperatura de austemperizado.

El esquema del diseño experimental para el ciclo completo de austemperizado, enfatizando las temperaturas y tiempos de austemperizado, se muestra en la Figura 3.7.



Figura 3.7.- Esquema del ciclo completo de austemperizado.

#### 3.2.4. Evaluación de la microestructura obtenida después del tratamiento de austemperizado

Se realizó la evaluación de la microestructura obtenida en las probetas a las diferentes condiciones de austemperizado establecidas en la Tabla 3.1, así como el porcentaje final de carburos después del ciclo completo de austemperizado. La preparación metalográfica se realizó de acuerdo con los pasos indicados en el punto 3.1.3.; en este caso la superficie a preparar se obtuvo de las probetas Charpy después de haber efectuado el ensayo de impacto, para ello se realizó un corte transversal

a una muestra resultante del ensayo de impacto, las dimensiones de la nueva muestra obtenida son de 1x1x1.5 cm, aproximadamente. Se obtuvo una muestra representativa para cada condición de austemperizado. Las muestras fueron montadas en resina para una mejor manipulación durante su preparación para el análisis de la microestructura.

#### 3.3. Propiedades mecánicas

Se realizaron ensayos de impacto para evaluar la tenacidad del material a las condiciones de tratamiento de austemperizado consideradas en este trabajo, así como ensayos de dureza. Las propiedades medidas se relacionaron con la microestructura y las condiciones de austemperizado.

## 3.3.1. Ensayo de impacto

Después del tratamiento de austemperizado fueron realizados los ensayos de impacto de acuerdo con la norma ASTM E 23<sup>[26]</sup>, empleando un péndulo marca *Mohr & Federhaff A. G.* con una energía inicial de 15 kpm.

Un mínimo de 3 probetas fueron sometidas a prueba por cada condición de austemperizado y se reportó el valor promedio de impacto.

## 3.3.2. Ensayo de dureza

Para la medición de dureza, se realizaron cortes transversales sobre una de las secciones resultante de las probetas Charpy empleadas en el ensayo de impacto, y se aplicó el procedimiento de preparación metalográfica para conseguir una superficie plana. Para la medición de la dureza en la escala Rockwell C, se utilizó un durómetro *Macromet Hardness Tester*, empleando un identador de diamante y una carga de 150 Kg. Además, se realizaron mediciones de microdureza Vickers sobre las fases de interés, empleando una carga de 100 gramos (HV0.1), se utilizó un durómetro *MICRO HARDNESS TESTER (MODELO HMV-2 ASSY, MARCA SHIMADZU)*.

## Capítulo 4. Resultados y Discusión

Como se comentó en el capítulo anterior, el hierro nodular experimental aleado con 0.39% Cu, 0.76% Cr y 0.48% Mo, utilizado para el desarrollo de esta tesis se obtuvo en un trabajo previo en donde se evaluaron, el efecto de la velocidad de enfriamiento y elementos aleantes en la obtención de carburos en el material de colada, para las condiciones mencionadas en el punto 3.1.1, se encontró que la velocidad de enfriamiento no tiene un efecto importante en la obtención de carburos, siendo los elementos aleantes la variable que controla la formación de carburos, dichos elementos son Cromo y Molibdeno, <sup>[24]</sup>.

Por otra parte, también en otro trabajo previo se evaluó en estas aleaciones el efecto de la estabilidad del carburo obtenido de colada, con relación a temperaturas de austenización entre 850 y 975°C, resultando en un máximo de disolución de carburos del 30% de los carburos originales en el hierro base (CDI), dentro del rango de temperaturas de 900 y 925°C, siendo el tiempo una variable con un efecto menor sobre la disolución de carburos para las condiciones estudiadas, <sup>[27]</sup>.

Considerando lo anterior, en esta tesis se evaluó la respuesta al tratamiento térmico de austemperizado de esta aleación, para lo cual se llevaron a cabo la serie de experimentos propuestos en la Tabla 3.1. A continuación se presentan los resultados obtenidos, realizando el análisis de los mismos con el objetivo de establecer la manera en que los parámetros considerados en este trabajo afectan la formación de ausferrita y la posible formación de bainita, así como establecer la relación entre la microestructura formada y las propiedades mecánicas obtenidas.

#### 4.1. Caracterización y evaluación del hierro nodular con carburos

Las imágenes de las Figuras 4.1 a la 4.4 muestran las características de la microestructura que presentó el hierro nodular con carburos utilizado en este trabajo. Se evaluó las características del grafito, matriz y porcentaje de carburos.



Figura 4.1.- Microestructura del hierro base: características del grafito. Sin ataque químico. Observaciones (comparadas con el patrón de la AFS<sup>[25]</sup>):

Tipo de Nódulo: I y II (predomina el tipo I) Porcentaje de Nodularidad: 90% Tamaño de Nódulo: 6 Densidad de nódulos: 100 Nódulos/mm<sup>2</sup>



Figura 4.2.- Microestructura del hierro base: características de la matriz. Atacada con Nital al 2%. Observaciones: matriz perlítica más carburos ledeburíticos y nódulos de grafito.



Figura 4.3.- Detalle de la microestructura observada en la Figura 4.2. Atacada con Nital al 2%.



Figura 4.4.- Microestructura del hierro base: características de los carburos. Atacada con una solución de 10 mL de  $HNO_3$ , 4 mL de HF y 87 mL de  $H_2O$ .

Observaciones: Carburos ledeburíticos, un análisis cuantitativo indicó un promedio de 8.3% de carburos en el hierro base.

Las imágenes de las Figuras 4.1 a la 4.4 son representativas del material base, el cual presenta características microestructurales adecuadas para ser sometido a tratamiento de austemperizado. Al no existir una mezcla de perlita y ferrita se promueve una distribución más homogénea de carbono en la austenita durante la etapa de austenización, sin embargo, cabe mencionar que los elementos promotores de carburos tienden a segregarse en los límites de grano y por lo tanto causan una distribución de carbono no uniforme en la austenita. Los elementos promotores de carburos de presentes en la aleación de estudio, se encontrarán preferentemente en solución dentro de los carburos ledeburíticos haciéndolos más estables. El tamaño de nódulo y la nodularidad obtenidos son adecuados para el hierro nodular.

#### 4.2. Microestructura del CADI austemperizado a 400°C

En la Figura 4.5 se muestra la evolución de la microestructura a diferentes tiempos de austemperizado en las muestras austemperizadas a 400°C; a esta temperatura de austemperizado la morfología de la ferrita acicular es parecida a listones o placas.

Se puede observar, en la Figura 4.5 (a), que en un tiempo de austemperizado de 15 minutos la nucleación y crecimiento de la ferrita acicular comienza alrededor de los nódulos de grafito, principalmente, lo cual indica el inicio de la reacción de austemperizado de la etapa I, es decir:

Etapa I:  $\gamma_0 \rightarrow \alpha_{ac} + \gamma_S$  {Formación de ausferrita}

En donde la austenita ( $\gamma_0$ ) formada durante la etapa de austenización, se transforma a ferrita acicular ( $\alpha_{ac}$ ) más austenita estable ( $\gamma_s$ ) de alto contenido de carbono.

El rechazo de carbono de la ferrita acicular en crecimiento da origen a la austenita estable, la cual es una austenita de alto contenido de carbono que permanece retenida a temperatura ambiente (austenita estable,  $\gamma_s$ ), la estabilidad de esta austenita se debe a que la temperatura de inicio de transformación martensítica,  $M_s$ , disminuye hasta temperaturas por debajo de la temperatura ambiente, incluso por debajo de los cero grados centígrados, esto ocurre cuando la austenita se enriquece con carbono durante el austemperizado.

Sin embargo, si el tiempo de permanencia a la temperatura de austemperizado es demasiado corto, la austenita no será enriquecida con carbono, dando origen a una austenita metaestable que es propensa a transformarse a martensita durante el enfriamiento a temperatura ambiente.

En la Figura 4.5 (a) se puede observar que en un tiempo de 15 minutos, existe una fracción muy pequeña de ferrita acicular alrededor de los nódulos de grafito, lo cual indica que la reacción de austemperizado de la etapa I comienza a progresar, sin embargo, hay grandes fracciones de austenita sin sufrir la reacción de austemperizado (es decir, la formación de ausferrita), austenita que finalmente se transformó a martensita durante el enfriamiento a temperatura ambiente, tal como se observa en la Figura 4.6 (a).

La nucleación de la ferrita acicular alrededor de los nódulos de grafito se debe a que en estas regiones se segregan elementos como el silicio que disminuyen la solubilidad de carbono, por lo tanto el contenido de carbono es menor en las vecindades del nódulo de grafito, lo cual provoca un aumento en la fuerza motriz para impulsar la reacción de austemperizado, por el contrario, los elementos aleantes promotores de carbono en estas regiones, tienden a estabilizar la austenita, provocando que la reacción ocurra a tiempos de austemperizado más largos e incluso que no ocurra, la austenita estabilizada por elementos de aleación es una *austenita metaestable sin reaccionar* que podría permanecer retenida a temperatura ambiente o transformarse a martensita; de ahí que la nucleación y crecimiento de las placas de ferrita inicia preferentemente cerca de los nódulos de grafito, tal como puede apreciarse en las Figuras 4.5 (a), (b), (c) y (d).

La Figura 4.5 (b) se observa un aumento en la fracción de ferrita acicular, esto ocurre a un tiempo de austemperizado de una hora, sin embargo, también existen zonas sin transformar isotérmicamente, al realizar un análisis a mayores aumentos se observa la presencia de estructuras martensíticas en estas regiones, esto indica que en un lapso de una hora de permanencia no se ha logrado la formación de una microestructura totalmente de ausferrita, resultando la transformación martensítica desde la austenita remanente sin haber transformado a la temperatura isotérmica, dicha austenita puede ser referida como *austenita metaestable sin reaccionar*; la situación anterior se presenta para tiempos de 2 y 3 horas de austemperizado, Figuras 4.5 (c) y 4.5 (d), respectivamente, en las cuales se observa un aumento en la fracción de placas de ferrita; a tiempos de austemperizado más largos, como el de 3 horas, se comienza a observar un aumento de la presencia de pequeñas placas de ferrita en regiones alejadas del nódulo de grafito, regiones en la cuales no se observa significativamente la transformación ausferrítica que

59

tiempos más largos que los estudiados en este trabajo podrían lograr una matriz totalmente ausferrítica, por lo tanto con mejores propiedades como sería el caso de la tenacidad, la cual podría mejorarse notablemente al evitarse la presencia de fases como la martensita. Es importante considerar que tiempos de austemperizado demasiado largos permiten el desarrollo de la etapa II de la reacción de austemperizado, provocando de esta manera la formación de bainita, fase que perjudica las propiedades finales del material estudiado, disminuyendo principalmente la ductilidad.



(a) t<sub>A</sub> = 15 minutos



(b) t<sub>A</sub> = 60 minutos



(c)  $t_A = 120$  minutos



(d)  $t_A = 180$  minutos

Figura 4.5.- Microestructura del CADI desarrollada a diferentes tiempos de austemperizado, T $\gamma$  = 940°C, T<sub>A</sub> = 400°C. (Atacadas con Nital 2)

En la Figura 4.6 (a) se observa a detalle que la ferrita acicular comienza a crecer cerca de los nódulos de grafito y la austenita remanente sin transformar isotérmicamente sufre la transformación martensítica durante el enfriamiento a temperatura ambiente. Esta situación se presenta también para tiempos de austemperizado de una, dos y tres horas, Figuras 4.6 (b), 4.6 (c) y 4.6 (d), respectivamente, con la única diferencia que hay un aumento en la fracción de ferrita acicular desarrollada para tiempos de austemperizado más largos.

En las Figuras 4.6 (b) y (c), se puede observar que las regiones situadas entre las placas de ferrita acicular no se transforman a martensita ya que en esta vecindad el enriquecimiento de la austenita con carbono es mucho más factible y por lo tanto la austenita permanece estable a temperatura ambiente.



(a) t<sub>A</sub> = 15 minutos

Martensita





(c)  $t_A = 120$  minutos

Carburo

(d)  $t_A = 180$  minutos

Figura 4.6.- Detalle de la microestructura desarrollada a una temperatura de austemperizado de 400°C a diferentes tiempos de permanencia, T $\gamma$  = 940°C. AF = ausferrita ( $\alpha_{ac}$  +  $\gamma_{s}$ ) (Atacadas con Nital 2).

 $\alpha_{a}$ 

25µm

#### 4.2.1 Propiedades del CADI austemperizado a 400°C

En la Tabla 4.1 se presentan los valores de dureza Rockwell C (HRC) y resistencia al impacto impuestos por la matriz resultante del tratamiento a una temperatura de austemperizado de 400°C a diferentes tiempos de permanencia, así como el porcentaje de carburos libres en la matriz después del ciclo completo de austemperizado.

Tabla 4.1.- Valores de resistencia al impacto y dureza para las probetas austemperizadas a 400°C, indicando además el porcentaje final de carburos libres.

Tiempo de austemperizado, minutos	15	60	120	180
Resistencia al Impacto, Joules	4.10	5.40	5.74	5.69
Dureza HRC	54.5	50.0	49.0	48.4
% Final de carburos	6.0	5.5	5.5	4.4

En la Figura 4.7 se pueden observar las imágenes representativas del porcentaje de carburos después del tratamiento de austemperizado, la morfología permanece prácticamente inalterada con respecto a la morfología inicial. El porcentaje inicial de carburos fue un promedio de 8.3%, quedando al final del tratamiento de austemperizado un promedio de 5.4%, lo que resulta aproximadamente en un 35% de disolución de carburos. Sin embargo, el porcentaje de disolución por muestra cambia, ya que el material base presenta una distribución no homogénea de carburos; los objetivos de este trabajo no están enfocados a determinar la cinética de disolución de carburos durante el ciclo completo de austemperizado, pero es muy importante determinar el porcentaje final de carburos ya que la fracción y distribución impacta en las propiedades finales de los hierros CADI.

De la Tabla 4.1 se tiene que, a medida que aumenta el tiempo de austemperizado, la resistencia al impacto aumenta, mientras que hay una disminución en la fracción de carburos, por lo tanto se puede relacionar el aumento de la resistencia al impacto con la disminución de la fracción de carburos, sin embargo, también la microestructura formada tiene un fuerte efecto, por ejemplo, el valor de resistencia al impacto más bajo se obtuvo para un tiempo de austemperizado de 15 minutos, en donde la microestructura está formada por grandes fracciones de martensita, fase que disminuye notablemente la resistencia al impacto, contribuyendo a esto un 6% de carburos finales para el tiempo de 15 minutos, siendo este último el porcentaje de carburos más alto.



Figura 4.7.- Carburos después del ciclo completo de austemperizado a 400°C. (Atacadas con una solución compuesta por 10 mL de HNO<sub>3</sub>, 4 mL de HF y 87 mL de H<sub>2</sub>O).

Las propiedades mecánicas del material están relacionadas con su microestructura, en las Figuras 4.5 (a) y 4.6 (a) es evidente que la microestructura formada por una excesiva fracción de martensita causa una baja tenacidad y elevada dureza de la muestra austemperizada durante 15 minutos a 400°C, dicha muestra es la que presenta una mayor dureza y baja tenacidad (Tabla 4.1). En general, la presencia de martensita disminuye notablemente la resistencia al impacto; a mayores tiempos de austemperizado, ligeras variaciones como el aumento de resistencia al impacto y disminución de la dureza son resultado del aumento en la fracción de ausferrita, microestructura que posee una dureza menor que la martensita y provee de tenacidad al material, dichos resultados pueden observarse en las graficas de la Figura 4.8.



Figura 4.8.- Propiedades mecánicas en función del tiempo de austemperizado,  $T_A = 400$ °C; (a) Resistencia al impacto, (b) Dureza Rockwell C.

Un análisis detallado para la identificación de las fases presentes en el material mostró que las regiones en donde no se lleva a cabo la etapa I de la reacción de austemperizado, están formadas por martensita, esto se corroboró mediante la realización de ensayos de *Microdureza Vickers* sobre las fases de interés. En la Figura 4.9 se observan las mediciones de microdureza Vickers realizadas sobre las fases de ausferrita (AF) y austenita sin reaccionar ( $\gamma_{SR}$ ) a la temperatura isotérmica, esta última puede ser referida como *austenita metaestable sin reaccionar*, la cual finalmente se transformó a martensita durante el enfriamiento a temperatura ambiente en el ciclo del tratamiento de austemperizado, esto se observa en la Figura 4.9 (b) y se revalida con los valores de microdureza Mickers de las fases mostradas en la Figura 4.9 para los diferentes tiempos de austemperizado, también se presenta la equivalencia en la escala Rockwell C.

Tabla 4.2.- Valores de microdureza Vickers para las fases presentes en las muestras austemperizadas a 400°C. **AF = Ausferrita**,  $\gamma_{SR}$  **= Austenita sin reaccionar**.

Tiempo de austemperizado, minutos	15		60		120		180	
Fase	AF	$\gamma_{SR}$	AF	$\gamma_{SR}$	AF	γsr	AF	γsr
Microdureza Vickers (HV0.1)	570	783	428	768	437	757	469	725
Equivalencia en HRC	53.5	63.4	43.3	62.8	44.1	62.2	46.8	61.1



Figura 4.9.- Microestructura de la muestra austemperizada a 400°C durante 120 minutos. (a): fases sobre las cuales se realizaron mediciones de microdureza Vickers (*HV0.1*), (b): detalle de la zona marcada en azul, haciendo énfasis en la austenita sin reaccionar ( $\gamma_{SR}$ ) a la temperatura isotérmica.

En la Figura 4.10 se observa la fase de martensita con morfologías gruesas y finas, éstas regiones transformadas a martensita son aquellas que no sufren la reacción de austemperizado para formar la fase de ausferrita (regiones alejadas de los nódulos de grafito, principalmente), el retraso en la reacción de austemperizado (etapa I) es atribuido a la presencia de elementos aleantes formadores de carburos, tales como el molibdeno, el manganeso y el cromo, que se segregan en regiones del límite de grano provocando un efecto negativo sobre la reacción de austemperizado al retardar la etapa I, esto coincide con lo reportado por diferentes autores <sup>[14],[15]</sup>.

Además, en la Figura 4.10 se puede observar la diferencia entre la ferrita acicular y las placas de martensita, también se observa la presencia de carburos.



Figura 4.10.- Microestructura del CADI mostrando la fases formadas a diferentes tiempos de austemperizado, haciendo énfasis en la fase de martensita,  $T_A = 400$ °C.

## 4.3. Microestructura del CADI austemperizado a 300°C

En la Figura 4.11 se observa que la microestructura se vuelve mucho más fina a temperaturas bajas, la ferrita acicular adopta una morfología parecida a finas cintas o agujas; en la Figura 4.11 (a) se puede apreciar que la estructura acicular (ferrita) comienza a crecer alrededor de los nódulos de grafito, también se observa que la fracción transformada de esta fase es mínima, como resultado se obtiene también una fracción considerable de martensita, la cual se forma desde la austenita remanente a la temperatura de austemperizado cuando el material es enfriado a temperatura ambiente, esto se debe a que el tiempo de austemperizado es demasiado corto.

Las Figuras 4.11 (a) y 4.12 (a) permiten identificar que efectivamente la fase de ausferrita se desarrolla a una temperatura isotérmica de 300°C, es decir, se lleva a cabo la etapa I de la reacción de austemperizado, ya que la morfología de las agujas inicialmente formadas son características de la ferrita acicular a bajas temperaturas, además también puede observarse en la Figura 4.12 (a) que la fase comprendida por martensita puede ser fácilmente diferenciada de la estructura formada alrededor de los nódulos de grafito (ferrita acicular fina). La resistencia al impacto conferida por la microestructura formada a la temperatura de austemperizado de 300°C muestra una notable mejoría con respecto a la resistencia al impacto conferida por la microestructura formada a serveto de martensita), considerando lo anterior se

tiene un claro ejemplo del aumento de las propiedades de impacto debido a una matriz formada completamente de ausferrita. Las propiedades debidas a la microestructura formada se analizan más adelante con objeto de relacionarlas con las condiciones de tratamiento.

Por otro lado, el tiempo de austemperizado de 60 minutos muestra una transformación ausferrítica en toda la matriz originalmente compuesta de austenita, dicha microestructura se muestra en la Figura 4.11 (b). Para los tiempos de austemperizado de 2 y 3 horas, la microestructura está compuesta totalmente de ausferrita y no se observa la presencia de fases perjudiciales como la martensita, tal como se muestra en las Figuras 4.12 (c) y (d).



(a) t<sub>A</sub> = 15 minutos



(b)  $t_A = 60$  minutos



(c)  $t_A = 120$  minutos



(d) t<sub>A</sub> = 180 minutos

Figura 4.11.- Microestructura del CADI desarrollada a diferentes tiempos de austemperizado, T $\gamma$  = 940°C, T<sub>A</sub> = 300°C. (Atacadas con Nital 2)

En la Figura 4.12 (a) que corresponde a 15 minutos de permanencia a la temperatura de austemperizado, se observa la estructura acicular muy fina alrededor de los nódulos de grafito, mientras que en las regiones en donde no ocurre transformación isotérmica se presentan estructuras martensíticas, esto se confirma con la realización de mediciones de microdureza Vickers en estas regiones, resultado una equivalencia de 61.3 en la escala Rockwell C. Por otro lado, la transformación isotérmica a ausferrita ocurre completamente para tiempos desde 60 minutos y hasta 180 minutos; las Figuras 4.12 (b), (c) y (d) muestran una microestructura similar con apenas una apreciable saturación de la matriz ausferrítica a medida que aumenta el tiempo de austemperizado.



(a) t<sub>A</sub> = 15 minutos









(d) t<sub>A</sub> = 180 minutos

Figura 4.12.- Detalle de las microestructura desarrollada a una temperatura de austemperizado de  $300^{\circ}$ C a diferentes tiempos de permanencia, T $\gamma$  = 940°C. (Atacadas con Nital 2).

Es importante mencionar que a temperaturas bajas de austemperizado la probabilidad de la formación de bainita aumenta, esto debido a que la difusión de carbono es menor que a temperaturas altas, por lo que la difusión de carbono hacia los alrededores es lenta e incompleta y por lo tanto los carburos de hierro precipitan dentro y entre cada ferrita acicular en crecimiento, sin embargo, los carburos precipitados no pueden ser revelados por microscopio óptico, siendo necesario el uso de técnicas adecuadas para revelar estas fases, como es el caso de TEM (microscopia electrónica de transmisión). Al presentarse la formación de bainita (ferrita más carburos) podría esperarse una apreciable disminución en la resistencia al impacto del material, así como un aumento en la dureza debido a la distribución de carburos muy finos dentro la matriz; esta situación no fue notablemente marcada, de manera que la presencia de bainita no se distinguió, ya sea por una caída en la resistencia al impacto medida o por un aumento significativo de la dureza. Las propiedades mecánicas impartidas al material se analizan a continuación con objeto de relacionarlas con la microestructura desarrollada a las condiciones de austemperizado consideradas en este trabajo.

#### 4.3.1 Propiedades del CADI austemperizado a 300°C

En la Tabla 4.3 se presentan los valores de dureza Rockwell C (HRC) y resistencia al impacto impuestos por la matriz resultante del tratamiento a una temperatura de austemperizado de 300°C a diferentes tiempos de permanencia, así como el porcentaje final de carburos en la matriz después del ciclo completo de austemperizado.

indicando además el porcentaje final de carb	uros.			
Tiempo de austemperizado, minutos	15	60	120	180

Tabla 4.3.- Valores de resistencia al impacto y dureza para las probetas austemperizadas a 300°C,

Tiempo de austemperizado, minutos	15	60	120	180
Resistencia al Impacto, Joules	4.34	9.61	8.19	8.39
Dureza HRC	55.8	45.2	44.1	46.2
% Final de carburos	5.5	6.1	8.1	7.7

En la Tabla 4.3 puede observarse que el porcentaje final de carburos no es un valor constante, existiendo variaciones para las diferentes condiciones de tratamiento de austemperizado, en la Figura 4.13 se observa la imagen representativa del valor reportado en la Tabla 4.3 para el porcentaje de carburos en la matriz. El porcentaje de carburos podrían influir considerablemente en las propiedades mecánicas finales, sin embargo este trabajo no estuvo enfocado a determinar el efecto de esta variable, pero es importante considerar que las propiedades obtenidas están relacionadas con el porcentaje de carburos reportados. Por ejemplo, a un tiempo de austemperizado de 15 minutos se tiene la menor resistencia al impacto, la cual es atribuida principalmente a la presencia de martensita, por otro lado, a una hora de austemperizado se tiene una resistencia al impacto de 9.61J con un % de carburos del 6.1, mientras que para dos horas de austemperizado la resistencia al impacto baja a 8.19J, sin embargo el % de carburos aumenta a 8.1 en referencia al tiempo de una hora, esto indica que el porcentaje de carburos tiene un efecto en la resistencia al impacto; una situación similar se presenta para tres horas de austemperizado, ya que la resistencia al impacto aumenta a 8.39J y los carburos bajan a 7.7%, con referencia al tiempo de dos horas.



(c)  $t_A = 120$  minutos

(d)  $t_A = 180$  minutos



La resistencia al impacto obtenida para las muestras austemperizadas a 300°C es mayor que la obtenida a 400°C, esto se debe a que a una temperatura de austemperizado de 300°C y para tiempos mayores a 60 minutos no se presentan fases perjudiciales como la martensita, fase que

disminuye en gran medida la tenacidad del material. El valor más bajo de resistencia al impacto y el valor más alto de dureza se obtuvo para la muestra austemperizada durante 15 minutos (Tabla 4.3), esto debido a la presencia de martensita. En la Tabla 4.3 puede apreciarse que las propiedades tanto de resistencia al impacto como dureza presentan mínimas diferencias después de 60 minutos y hasta 180 minutos de austemperizado, lo cual es de esperarse ya que como se observa en las Figuras 4.11 (b), (c) y (d), no hay una considerable diferencia en la microestructura desarrollada a los diferentes tiempos de austemperizado.

Al analizar la dureza global obtenida a una temperatura de austemperizado de 400°C (Tabla 4.1) se tienen durezas arriba del 48 HRC y la microestructura presenta regiones transformadas a martensita, por otro lado, una microestructura formada de ausferrita fina (producto de bajas temperaturas de austemperizado) impone una mayor dureza que la ausferrita gruesa, por lo que se tiene la hipótesis de que la disminución de la dureza a un promedio de 45 HRC para tiempos mayores a 60 minutos y a una temperatura de austemperizado de 300°C, se debe a la presencia de austenita estable, fase que imparte tenacidad al material. Para la temperatura de austemperizado de 300°C se realizaron mediciones de microdureza sobre la fase formada de ferrita acicular resultando un promedio de 578 HV0.1 (54 HRC), por lo que el resultado en la disminución de la dureza global puede ser atribuido a la austenita estable.

La presentación grafica de las propiedades obtenidas se muestra en la Figura 4.14.



Figura 4.14.- Propiedades mecánicas en función del tiempo de austemperizado,  $T_A = 300$ °C; (a) Resistencia al impacto, (b) Dureza Rockwell C.
Las mediciones de microdureza se realizaron sobre las zonas de ausferrita (AF) que se muestran en la Figura 4.15; en la muestra austemperizada durante 15 minutos se presentó austenita sin reaccionar ( $\gamma_{SR}$ ) a la temperatura isotérmica, esta austenita transformó a martensita durante el enfriamiento a temperatura ambiente, Figura 4.12 (a). En las muestras austemperizadas desde 60 hasta 180 minutos, se obtuvo una microestructura completamente de ausferrita (AF).



Figura 4.15.- Microestructura de ausferrita (AF) desarrollada a tiempos desde 60 hasta 180 minutos a una temperatura de austemperizado de 300°C. (Atacada con Nital 3).

Tabla 4.4.- Valores de microdureza Vickers para las fases presentes en las muestras austemperizadas a 300°C. **AF = Ausferrita**,  $\gamma_{SR}$  **= Austenita sin reaccionar.** 

Tiempo de austemperizado, minutos	15		60	120	180
Fase	AF	γsr	AF	AF	AF
Microdureza Vickers (HV0.1)	646	738	593	578	574
Equivalencia en HRC	57.3	61.3	54.7	54.5	53.7

Para estudios referentes en cuanto a la respuesta al tratamiento de austemperizado de estos materiales sería también importante evaluar el efecto del porcentaje de carburos en las propiedades mecánicas impuestas, asociando además, éstas propiedades con la microestructura ausferrítica obtenida. Para fines de este trabajo los parámetros de interés fueron la temperatura y tiempo de austemperizado, reportando únicamente el porcentaje final de carburos en la matriz, de

este modo las propiedades mecánicas impuestas también son influenciadas por dicho contenido de carburos, pudiendo variar para un material con un porcentaje inicial de carburos distinto al del material utilizado en este trabajo.

Al analizar los resultados obtenidos en propiedades mecánicas a las dos temperaturas estudiadas, reportados en las Tablas 4.1 y 4.3, se tiene que, de acuerdo con la teoría se espera que a altas temperaturas de austemperizado se obtenga una alta tenacidad y baja dureza, mientras que a bajas temperaturas de austemperizado se espera que la tenacidad disminuya y la dureza aumente, sin embargo en este trabajo para las condiciones de austemperizado a 400°C las propiedades de impacto fueron menores que las obtenidas a 300°C, en cuanto a la dureza global (medida en la escala Rockwell C), las muestras austemperizadas a una temperatura de 400°C tuvieron una dureza mayor que la obtenida a 300°C, estos resultados no concuerdan con lo reportado en la literatura, esto se debe a la presencia de martensita en las muestras austemperizadas a 400°C, fase que influye disminuyendo la resistencia al impacto y aumentando la dureza del material. Sin embargo, la notable mejoría de la resistencia al impacto en las muestras austemperizadas a 300°C, indica que la fase de ausferrita provee de excelentes propiedades que pueden mejorar de la tenacidad, además, esto también hace notar que a pesar de que las muestras austemperizadas a 300°C presentan un porcentaje final de carburos mayor que el de las muestras austemperizadas a 400°C, la microestructura de ausferrita permitirá un balance apropiado entre la resistencia al desgaste que pueden impartir los carburos y una adecuada tenacidad propia de la fase de ausferrita.

Para comparar la fase de ausferrita obtenida a las dos temperaturas estudiadas, es necesario analizar los valores de microdureza Vickers obtenidos en esta fase; de las Tablas 4.2 y 4.4, se tiene que después de un tiempo de austemperizado de 60 minutos, la dureza de la fase de ausferrita gruesa obtenida a 400°C presenta valores menores que los obtenidos en una ausferrita fina obtenida a 300°C, lo cual concuerda con lo reportado en la literatura, ya que una ausferrita fina (característica de bajas temperaturas de austemperizado) presenta una mayor dureza comparada con una ausferrita gruesa (característica de altas temperaturas de austemperizado).

## Capítulo 5. Conclusiones

En general, se obtuvieron hierros nodulares con carburos (CADI, por sus siglas en inglés), con un promedio de 6% de carburos después del ciclo completo de austemperizado a las condiciones estudiadas en este trabajo. Se evaluaron las características microestructurales desarrolladas a diferentes condiciones de tiempo y temperatura de austemperizado, a continuación se presentan las conclusiones a las cuales se llega.

Los resultados para el CADI a una temperatura de austemperizado de 400°C son los siguientes:

- Se obtuvo una microestructura de ausferrita gruesa, en donde la ferrita acicular presentó una morfología parecida a listones o placas.
- A tiempos de austemperizado de 15 minutos se presentó la formación de martensita, debido a que la etapa I de la reacción de austemperizado (formación de ausferrita) no fue completada. Además, la fracción de ausferrita formada fue la menor.
- La fracción de la fase de ausferrita formada fue mayor a tiempos de 120 y 180 minutos, sin embargo, la presencia de martensita reveló que la austenita a esta temperatura isotérmica no se transformó en su totalidad a ausferrita.
- Regiones alejadas del nódulo de grafito mostraron ausencia de transformación isotérmica, por lo que la hipótesis es que se debió a los elementos de aleación segregados en estas regiones, ya que retrasan la reacción de austemperizado (formación de ausferrita).
- La menor resistencia al impacto y mayor dureza (*Rockwell C*) se obtuvo a un tiempo de austemperizado de 15 minutos, esto debido a la presencia de grandes fracciones de martensita originadas por la austenita metaestable.
- Se presentó un aumento en la resistencia al impacto a tiempos de austemperizado de 60, 120 y 180 minutos, en donde la mayor resistencia al impacto se obtuvo a un tiempo de 120 minutos, sin embargo, la distribución heterogénea de carburos fue un factor que imposibilitó relacionar totalmente la resistencia al impacto con la matriz desarrollada a distintos tiempos de austemperizado.

- Para las condiciones estudiadas, es necesario evitar tiempos de austemperizado de 15 minutos, se recomiendan tiempos de austemperizado mayores a 180 minutos, lo que podría permitir un desarrollo total de ausferrita y de esta manera mejorar la resistencia al impacto.
- El tiempo de austemperizado de 180 minutos no mostró la presencia de bainita, mediante la observación en el microscopio óptico.

Los resultados para el CADI a una temperatura de austemperizado de 300°C son los siguientes:

- Se obtuvo una microestructura de ausferrita fina, en donde la ferrita acicular presentó una morfología de finos listones o agujas.
- La martensita se presentó únicamente en la muestra austemperizada durante 15 minutos.
- A un tiempo de austemperizado de 15 minutos se obtuvo la menor fracción de ausferrita formada, además la nucleación y crecimiento de la ferrita acicular inició alrededor de los nódulos de grafito.
- A tiempos de austemperizado de 60 minutos y hasta 180 minutos, se presentó la formación de ausferrita en la totalidad de la matriz, obteniendo una microestructura compuesta de ausferrita (ferrita acicular más austenita estable) más carburos más nódulos de grafito.
- La resistencia al impacto para tiempos de austemperizado iguales o mayores a 60 minutos fue mayor con respecto a la obtenida para la temperatura de austemperizado de 400°C, debido a: 1) una matriz completamente de ausferrita y 2) a la ausencia de martensita en la microestructura final.
- El valor más alto de resistencia al impacto se obtuvo a un tiempo de 60 minutos, sin embargo, también fue la muestra que presentó la menor fracción de carburos comparada con las muestras tratadas a 120 y 180 minutos, en las cuales también se presentó la formación completa de ausferrita.
- La resistencia al impacto y la dureza mostraron valores muy similares después de tiempos de 60 y hasta 180 minutos, esto fue atribuido a las mínimas diferencias en la microestructura desarrollada.
- Para estas condiciones estudiadas se recomienda un tiempo de austemperizado mínimo de 60 minutos para lograr una microestructura completamente de ausferrita.

## **Sugerencias:**

- Evaluar el efecto de tiempos de austemperizado prolongados a temperaturas altas de austemperizado, haciendo énfasis en la distinción de la ausferrita con fases perjudiciales como la bainita, realizando mediciones de resistencia al impacto y dureza para discernir entre las fases antes mencionadas. Para las condiciones estudiadas en este trabajo, se recomienda evaluar tiempos mayores a 180 minutos a una temperatura de austemperizado de 400°C.
- Caracterizar mediante técnicas como MET (Microscopía Electrónica de Transmisión) y MEB (Microscopía Electrónica de Barrido), las microestructuras desarrolladas a las distintas condiciones de austemperizado, con objeto de analizar la posible formación de bainita para tiempos prolongados.
- Evaluar el efecto de la variación de la fracción de carburos sobre las propiedades finales de los CADI, manteniendo invariable la temperatura y tiempo de austemperizado, de esta forma se tienen resultados apropiados para alcanzar los objetivos con mayor claridad.
- Realizar pruebas de desgaste en estos materiales estudiados, con objeto de compararlos con materiales como aceros templados y revenidos, aceros austemperizados, hierros resistentes a la abrasión, entre otros, los cuales son sometidos a desgaste en los sectores agrícola y el minero.
- Fabricar componentes de CADI para realizar pruebas de campo y así poder evaluar el comportamiento y desempeño del componente a las condiciones de operación a las cuales será sometido.
- Evaluar el efecto de un tratamiento de normalizado aplicado a un hierro nodular con carburos, con el objetivo de reducir la segregación de los elementos aleantes, posteriormente, evaluar la respuesta al tratamiento de austemperizado que presentará este material.
- Evaluar el efecto de la temperatura de austenización para una temperatura isotérmica fija.

## Bibliografía

- [1] Metals Handbook, "Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys", Vol. 1, 10th edition, ASM, pp. 17-18, 65, 79-80 (1993).
- [2] Metals Handbook, "Heat Treating", Vol. 4, 9th edition, ASM, pp. 1485-1494, 1503-1506 (1991).
- [3] D. R. Askeland, Pradeep P. Phulé, "Ciencia e Ingeniería de los Materiales", Ed. Thomsom, 4a. ed., México, pp. 579-580, (2004)
- [4] Acosta E. M., Martínez M., López J., "El Tratamiento de los Hierros Nodulares en el Mejoramiento de los Materiales en la Industria Automotriz", Instituto Mexicano del Transporte, Publicación Técnica No 148, pp.21 (2000).
- [5] John D. Verhoeven, "Metallurgy of Steel for Bladesmiths & Others who Heat Treat and Forge Steel", pp. 171, 181 (2005).
- [6] John R. Brown, "Foseco Ferrous Foundryman's Handbook", Butterworth-Heinemann, Great Britain, pp. 84 (2000).
- [7] Rio Tinto Iron & Titanium Inc., "Ductile Iron Data for Design Engineers", Canada, pp. 7.1-7.10 (1990).
- [8] S. K. Putatunda, S. Kesani, R. Tackett, G. Lawes, "Development of Austenite Free ADI (Austempered Ductile Cast Iron)", Materials Science and Engineering A, pp. 112–122 (2006).
- [9] B. V. Kovacs, "Heat Treating of Austempered Ductile Iron", AFS Transactions, Vol. 99, pp. 281-286 (1991).
- [10] B. V. Kovacs, "On the Terminology and Structure of ADI", AFS Transactions, Vol. 102, pp. 417-420 (1994).
- [11] M. Bahmani, R. Elliott, N. Varahram, "The Austempering Kinetics and Mechanical Properties of an Austempered Cu–Ni–Mo–Mn Alloyed Ductile Iron", Journal of Materials Science, pp. 4783-4791 (1997).
- [12] S.-C. Lee, C.-C.Lee, "The Effects of Heat Treatment and Alloying Elements on Fracture Toughness of Bainitic Ductile Iron", AFS Transactions, Vol. 96, pp. 827-838 (1988).
- [13] Jagadeesha Achary, Dev Venugopalan, "Microstructural Development and Austempering Kinetics of Ductile Iron During Thermomechanical Processing", Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 31A, pp. 2575-2585 (2000).

- [14] J. A. Sikora, H. A. Dall'O, G. Uriburu (jr), "ADI in Argentina: Development and Applications",
  World Conference on Austempered Ductile Iron, Vol. 1, Bloomingdale, Illinois, pp. 75-89 (1991).
- [15] B. V. Kovacs, "The Effects of Alloying Elements and their Segregation in ADI", World Conference on Austempered Ductile Iron, Vol. 1, Bloomingdale, Illinois, pp. 241-270 (1991).
- [16] C. H. Chang, T. S. Shih, "Study on Isothermal Transformation of Austempered Ductile Iron", AFS Transactions, Vol. 102, pp. 357-365 (1994).
- [17] Yan Mi, "Effect of Cu, Mo, Si on the Content of Retained Austenite of Austempered Ductile Iron", Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 32, No. 9, pp. 1313-1317 (1995).
- [18] K. L. Hayrynen, J. R. Keough, "The Status of Austempered Cast Irons in 2007", AFS Transactions, Vol. 116, pp. 747-757 (2008).
- [19] S. Laino, R. C. Dommarco, J. A. Sikora, "Desarrollo de Fundiciones Nodulares Austemperadas con Carburos (CADI)", Jornadas SAM CONAMET, Mar del Plata, Argentina, ISBN 987-22443-0-8 (2005).
- [20] John R. Keough, Kathy L. Hayrynen, "Carbidic Austempered Ductile Iron (CADI)", Ductile Iron News, Issue 3, pp. 1-9 (2000).
- [21] K. L. Hayrynen, J. R. Keough, "Wear Properties of Austempered Ductile Cast Irons", AFS Transactions, Vol. 113, pp. 803-812 (2005).
- [22] J. R. Keough, Tim Dorn, K. L. Hayrynen and Vasko Popovski, "Agricultural Applications of Austempered Iron", Metal Casting Design and Purchasing, pp. 28-31 (2009).
- [23] K. L. Hayrynen, K. R. Brandenberg, J. R. Keough, "Applications of Austempered Cast Irons", AFS Transactions, Vol. 110 (2002).
- [24] Jonathan Catalán Calderón, "Fabricación de un Hierro Nodular con Fracción controlada de Carburos", Tesis de Licenciatura, Facultad de Química, UNAM, (2010).
- [25] American Foundrymen's Society, "Foundrymen's Guide to Ductile Iron Microstructures", Des Plaines, Illinois, pp. 12-48 (1984).
- [26] Annual Book of ASTM Standards, Vol. 03.01 (2006).
- [27] Víctor Antonio Aranda Villada, "Efecto de la Temperatura y Tiempo de Austenización en la Disolución de Carburos en un Hierro Nodular Blanqueado (D 120/90/02 modificado)", Tesis de Licenciatura, Facultad de Química, UNAM, (2010).

- [28] Octavio Vázquez Gómez, "Simulación de la Evolución Térmica y Microestructural durante el Austemperizado del Hierro Dúctil", Tesis de Maestría, Facultad de Ingeniería, UNAM, (2009).
- [29] S. Laino, R. C. Dommarco, J. A. Sikora, "Fundición Nodular Austemperada con Carburos (CADI)", El Fundidor, No. 123, pp. 4-16 (2007).