



**Influencia del conteo de nódulos en la transformación bainítica, la microestructura y las propiedades mecánicas de hierros nodulares austemperados**

Mateo Montoya Mejia

Tesis de maestría presentada para optar al título de Magíster en Ingeniería de Materiales

Director

Ricardo Emilio Aristizábal Sierra, Doctor (PhD) en Ingeniería

Asesor

Harold David Machado Gonzales, Doctor (PhD) en Ingeniería de Materiales

Universidad de Antioquia

Facultad de Ingeniería

Maestría en Ingeniería de Materiales

Medellín, Antioquia, Colombia

2022

Cita	Montoya Mejia [1]
<b>Referencia</b>	[1] M. Montoya Mejia, “ Influencia del conteo de nódulos en la transformación bainítica, la microestructura y las propiedades mecánicas de hierros nodulares austemperados”, Tesis de maestría, Maestría en Ingeniería de Materiales, Universidad de Antioquia, Medellín, Antioquia, Colombia, 2022.
Estilo IEEE (2020)	



Maestría en Ingeniería de Materiales, Cohorte XII.

Grupo de Investigación Investigaciones Pirometalúrgicas y de Materiales (GIPIMME).

Centro de Investigación Ambientales y de Ingeniería (CIA).



Centro de Documentación Ingeniería (CENDOI)

**Repositorio Institucional:** <http://bibliotecadigital.udea.edu.co>

Universidad de Antioquia - [www.udea.edu.co](http://www.udea.edu.co)

**Rector:** John Jairo Arboleda Céspedes.

**Decano/Director:** Jesús Francisco Vergas Bonilla.

**Jefe departamento:** Francisco Javier Herrera Builes.

El contenido de esta obra corresponde al derecho de expresión de los autores y no compromete el pensamiento institucional de la Universidad de Antioquia ni desata su responsabilidad frente a terceros. Los autores asumen la responsabilidad por los derechos de autor y conexos

# INFLUENCIA DEL CONTEO DE NÓDULOS EN LA TRANSFORMACIÓN BAINÍTICA, LA MICROESTRUCTURA Y LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE HIERROS NODULARES AUSTEMPERADOS

## RESUMEN

La micro-segregación en los hierros nodulares austemperados tiene un efecto de alta importancia en los tratamientos térmicos, debido a esto, al momento de procesar el material se pueden presentar diferencias microestructurales a lo largo de la matriz, por lo tanto, su desempeño mecánico se verá afectado de una manera significativa. El estudio de los fenómenos que rigen la transformación bainítica y la influencia de la no homogeneidad química que presentan estos materiales es de alta importancia tanto para la comunidad científica como la industrial, ya que se busca obtener microestructuras más homogéneas y, por tanto, piezas fabricadas en hierros nodulares austemperados (ADI por sus siglas en inglés) que presenten un mejor desempeño mecánico al momento de ser puestas en operación. Este proyecto pretende establecer el efecto de la segregación de los diferentes elementos de aleación en la cinética de la transformación bainítica, la microestructura y las propiedades mecánicas de los ADI.

Para este propósito, inicialmente se fabricaron dos aleaciones, una con Cu y Ni y otra sin estos elementos de aleación, con variaciones en el conteo de nódulos para estudiar el efecto de la micro-segregación. Con el material obtenido se establecieron las condiciones de tratamiento térmico con base en la literatura, estudios previos, simulación matemática y ensayos de dilatometría de alta resolución. Con estos resultados se establecieron las condiciones óptimas de tratamiento térmico para cada aleación con el fin de evaluar la relación de las características de los micro-constituyentes y fases (espesor, distribución y fracción volumétrica) con las propiedades mecánicas. Esto último se realizó mediante las técnicas de microscopía óptica y electrónica de barrido, se realizaron ensayos de Electron Probe Micro Analyser (EPMA) para cuantificar la micro-segregación del silicio, manganeso

cobre y níquel, y difracción de rayos X para la caracterización de la austenita de alto carbono y la ferrita bainítica. Las propiedades mecánicas evaluadas fueron dureza, tracción e impacto.

Los resultados de la caracterización microestructural mostraron que: 1) La adición de Cu y Ni generan un efecto retardante en la transformación isotérmica, siendo este efecto más marcado al aumentar la temperatura de transformación isotérmica y/o al disminuir el grado de micro-segregación. 2) La distribución de los espesores de la ferrita bainítica tiende a ser más homogénea cuando se emplean Cu y Ni como elementos de aleación y al tener mayores grados de micro-segregación.

El efecto de la composición química en el comportamiento mecánico de los hierros nodulares muestra que: 1) La adición de Cu y Ni mejora significativamente la ductilidad sin afectar la resistencia última a la tracción o el límite de elasticidad. 2) Al disminuir el grado de micro-segregación la energía de impacto aumenta, tanto en los sistemas sin aleantes, como en los aleados con Cu y Ni.

Palabras clave: Hierro nodular austemperado, conteo de nódulos, transformación bainítica, tratamientos isotérmicos, micro-segregación, ausferrita.

# INFLUENCE OF NODULE COUNT ON THE BAINITIC TRANSFORMATION, MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF AUSTEMPERED DUCTILE IRONS

## ABSTRACT

Micro-segregation has an important effect on heat treatments in austempered ductile iron (ADI), consequently, when castings are processed, microstructural differences can occur throughout the matrix, therefore, their mechanical performance will be significantly affected. The study of the phenomena that govern the bainitic transformation and the influence of the chemistry inhomogeneity in these materials is of high importance for both the scientific and the industrial community, since the aim is to obtain more homogeneous microstructures and, therefore, parts made of austempered ductile iron with better mechanical performance during operation. This project aims to establish the effect of the segregation of different alloying elements on the kinetics of the bainitic transformation, the microstructure and the mechanical properties of ADI.

For this purpose, two alloys were fabricated, one with Cu and Ni and another without these alloying elements, both alloys were obtained with variations in the nodule count to study the effect of micro-segregation. The heat treatment conditions were established based on the literature, previous studies, mathematical simulation and high resolution dilatometry testing. With the results, the optimum heat treatment conditions were established for each alloy to evaluate the relationship between the characteristics of the micro-constituents and phases (thickness, distribution and volume fraction) and the mechanical properties. The last part of the study was performed using optical and scanning electron microscopy techniques, Electron Probe Micro Analyser (EPMA) testing to quantify the micro-segregation of silicon, manganese copper and nickel and X-ray diffraction for the characterization of the high carbon austenite and the bainitic ferrite. The mechanical properties evaluated were hardness, tensile and impact toughness.

Results of the microstructural analysis showed: 1) Addition of Cu and Ni generates a retarding effect on the isothermal transformation, this effect is stronger as the isothermal transformation temperature increases and/or as the degree of micro-segregation decreases. 2) Thickness distribution of the bainitic ferrite tends to be more homogeneous within the microstructure when Cu and Ni are used as alloying elements and when the degree of micro-segregation increases.

As for the effect of the chemical composition on the mechanical behavior of ductile iron, the study shows: 1) the addition of Cu and Ni significantly increases the ductility without affecting the ultimate tensile strength or the yield strength. 2) When the degree of micro-segregation decreases, the impact energy increases in both the Cu and Ni and the unalloyed ductile irons.

Keywords: Austempered ductile iron, nodule count, bainitic transformation, isothermal treatments, micro-segregation, ausferrite.

## **AGRADECIMIENTOS**

Todos los resultados del trabajo realizado durante los últimos años se resumen en estas páginas, y, para poder llegar a escribirlas, necesité y tuve la ayuda de muchas personas a las cuales les quiero agradecer en las siguientes palabras:

A Ricardo Emilio Aristizábal, quien desde siempre me ha brindado su confianza, apoyo y conocimiento para mi formación, no solo como profesional, sino también como persona, creo que nunca encontraré las palabras para poder expresar lo agradecido que estoy con usted, por lo que solo le puedo dedicar con mi más sincero sentir, mil gracias.

A Harold David Machado, con quien he trabajado desde que ingresé al laboratorio de fundición y al pasar los años hemos entablado una muy bonita amistad, muchas gracias por todos los consejos y conocimientos que me has brindado con toda disposición durante todos estos años.

A Claudia Patricia Serna Giraldo, quien desde el pregrado me ha inspirado en su labor como docente, con su paciencia, valores como personas, dedicación y amor a lo que hace, muchas gracias profe por sembrar esa pequeña semilla que me ha ayudado a esforzarme y querer llegar a ser un gran docente y persona.

A Oscar Eduardo Ríos y Jheison Tobón Aguirre, con quienes en los últimos años he establecido una muy buena relación tanto profesional como de amistad, muchas gracias muchachos por toda la ayuda y las enseñanzas que me han brindado y espero poder conservar lo construido por mucho tiempo.

A Andrés Felipe Santa Cruz y Juan Marcelo Rojas, quienes siempre han estado en toda la disposición de enseñar y ayudarme frente a cada adversidad que se me ha presentado durante todo el proyecto. A mis amigos Edwin Cadavid, Francisco Giraldo Marín, Fabián Andrés Giraldo, Jesús María Ríos y Daniel Ramírez con quienes tengo una muy buena amistad y siempre han estado presentes para resolver cualquier duda profesional o personal.

A Ximena Ospina Arrubla, quien me ayudó durante todo este proceso con toda la parte experimental y de caracterización, de verdad muchas gracias por toda la ayuda, me quitaste un gran peso de encima con todo lo que hiciste. A Edward, Daniel Moreno, James, Hamilton, y Jhoman, con quienes compartí académicamente en el grupo y los fines de semana de ocio, muchas gracias por su buena energía. A mis amigos FF quienes me acompañan desde el colegio y siempre han estado al tanto de mi crecimiento como persona y como profesional, les agradezco de todo corazón por estar siempre en disposición de brindarme su amistad y su apoyo.

Al CODI por la financiación del proyecto PRG 2017-16229. Al grupo de investigaciones pirometalúrgicas y de materiales (Gipimme) al cual siento como una familia. Al centro nacional de investigaciones metalúrgicas (CENIM-España). Al laboratorio de fundición y de espectrometría de la Universidad de Antioquia y la unidad de posgrados de Ingeniería. Agradezco a la empresa ACUATUBOS S.A, por la disposición en permitirnos obtener las muestras que se utilizaron todo el proyecto.

Y a todos quienes he conocido y que así sea de una pequeña forma me apoyaron con su amistad, compañía y enseñanzas, muchas gracias.

Y por último quiero agradecerle a mi familia, mis padres Luis Gonzalo Montoya y Lilian Mejía Herrera y mis hermanas Valentina y Estefanía; muchas gracias por ser las personas que son, la familia que son, por todo ese apoyo incondicional que me han dado desde pequeño, desde mi formación como persona hasta mi formación como profesional, nunca sería la persona que soy ahora de no contar con alguno de ustedes, espero siempre enorgulleclos y estoy muy agradecido y orgulloso de pertenecer a esta familia.

## TABLA DE CONTENIDO

RESUMEN .....	ii
ABSTRACT .....	iv
AGRADECIMIENTOS .....	vi
LISTA DE FIGURAS .....	x
LISTA DE TABLAS .....	xii
INTRODUCCIÓN.....	1
1. CAPÍTULO 1: MARCO TEORICO Y ESTADO DEL ARTE .....	5
1.1. Generalidades de los Hierros Nodulares.....	5
1.2. Hierros Nodulares Austemperados .....	5
1.3. Transformación Bainítica .....	8
1.4. Elementos de Aleación .....	11
1.5. Segregación y su efecto en las propiedades mecánicas .....	12
2. CAPÍTULO 2: MATERIALES Y MÉTODOS.....	18
2.1. Material de estudio .....	18
2.1.1 Fabricación .....	18
2.1.2 Caracterización .....	19
2.2. Diseño de tratamiento térmico.....	20
2.2.1 Temperatura y tiempo de austenización .....	20
2.2.2 Temperatura y tiempo de transformación isotérmica .....	20
2.3. Caracterización de muestras tratadas térmicamente .....	21
2.3.1 Caracterización Microestructural.....	21
3. CAPÍTULO 3: RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	25
3.1. Sección 1: Aleaciones de trabajo y caracterización microestructural.....	25
3.1.1 Caracterización del material en estado as-cast .....	25

3.1.2 Diseño de tratamiento térmico.....	31
3.1.3 Caracterización microestructural .....	38
3.2. Sección 2: Caracterización del desempeño mecánico .....	44
3.2.1 Caracterización mecánica .....	44
3.2.2 Fractografía.....	48
4. CAPÍTULO 4: DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES GENERALES .....	52
BIBLIOGRAFÍA .....	55

## LISTA DE FIGURAS

<i>Figura 1-1. Diagrama tiempo-temperatura transformación para hierros nodulares(adaptado de [21]).</i> .....	7
<i>Figura 1-2. Imágenes de metalografías de muestras tratadas isotérmicamente a (a) 250°C (b) 300°C ab: Ferrita bainítica, <math>\gamma</math>: Austenita de alto carbono, G: Grafito.</i> .....	8
<i>Figura 1-3.Representación esquemática del desarrollo de la microestructura durante el austemperado, junto con una ilustración de la “ventana de procesamiento” (adaptado de[26]).</i> .....	9
<i>Figura 1-4. Perfil de micro-segregación de hierros nodulares(adaptado de [45]).</i> .....	14
<i>Figura 1-5. Influencia de la micro-segregación en la cinética de transformación bainítica (adaptado de [8]).</i> .....	15
<i>Figura 2-1.Modelo para moldeo en arena en verde.</i> .....	19
<i>Figura 3-1. Características microestructurales aleación SA (a)16mm sin ataque, (b) 32mm sin ataque, (c) 48mm sin ataque; (d) 16mm atacada, (e) 32mm atacada y (f) 48mm atacada.</i> .....	26
<i>Figura 3-2. Características microestructurales aleación CuNi (a)16mm sin ataque, (b) 32mm sin ataque, (c) 48mm sin ataque; (d) 16mm atacada, (e) 32mm atacada y (f) 48mm atacada.</i> .....	26
<i>Figura 3-3. Mapas composicionales realizados por EPMA para el espesor de 16mm (a) Sistema SA y (b) Sistema CuNi. Las escalas a la derecha de los mapas indica la concentración del elemento en porcentaje en peso.</i> .....	28
<i>Figura 3-4. Mapas composicionales realizados por EPMA para el espesor de 48mm (a) Sistema SA y (b) Sistema CuNi. Las escalas a la derecha de los mapas indica la concentración del elemento en porcentaje en peso.</i> .....	29
<i>Figura 3-5. Perfil de micro-segregación para el Cu y el Ni en el espesor de 16mm para ambos sistemas de aleación.</i> .....	29
<i>Figura 3-6. Diagrama de equilibrio hierro carbono para ambos sistemas de aleación. En rojo para el sistema SA y en negro para el sistema CuNi.</i> .....	32
<i>Figura 3-7. Curvas dilatométricas tratamiento de austenización y temple para sistema (a) SA, (b) CuNi.</i> .....	33
<i>Figura 3-8. Curvas dilatométricas para ambos sistemas de aleación a temperaturas de transformación isotérmica de cambio relativo de longitud (a) 250°C, (b) 300°C y primera derivada de cambio relativo de longitud (c) 250°C, (d) 300°C.</i> .....	35
<i>Figura 3-9. Ilustración esquemática de energía libre de transformación de austenita ferrita (adaptado de [70]).</i> .....	37
<i>Figura 3-10, Simulación de (a) perfiles de segregación de la muestra aleada con Cu y Ni y (b) Carbono de equilibrio.</i> .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
<i>Figura 3-11. Micrografías representativas de las muestras tratadas isotérmicamente, aleación CuNi a 300°C por 58 minutos. (a) y (b) ópticas, (c) SEM.</i> .....	38

<i>Figura 3-12. Micrografías SEM para microestructuras obtenidas tras transformación isotérmica en el espesor de 16mm, las imágenes de la fila 1 y 2 corresponde a la zona 1 y 2 de solidificación respectivamente.....</i>	<i>39</i>
<i>Figura 3-13. Micrografías SEM para microestructuras obtenidas tras transformación isotérmica en el espesor de 32mm, las imágenes de la fila 1 y 2 corresponde a la zona 1 y 2 de solidificación respectivamente.....</i>	<i>40</i>
<i>Figura 3-14. Espesores de ferrita bainítica de las microestructuras obtenidas tras transformación isotérmica.....</i>	<i>42</i>
<i>Figura 3-15. Difractogramas de muestras tratadas isotérmicamente, (a)16mm y (b) 32mm. ....</i>	<i>44</i>
<i>Figura 3-16. Comparativa resistencia ultima a la tensión vs Ductilidad aleaciones tratadas y norma ASTM A897M. ....</i>	<i>45</i>
<i>Figura 3-17. Resistencia ultima a la Tensión Vs Energía de Impacto, (a)16mm y (b) 32mm. ....</i>	<i>48</i>
<i>Figura 3-18. Superficies de fractura sistema de aleación SA (a) 16mm-250°C, (b) 32mm-250°C, (c) 16mm-300°C y (d) 32mm-300°C. ....</i>	<i>49</i>
<i>Figura 3-19. Superficies de fractura sistema de aleación CuNi (a) 16mm-250°C, (b) 32mm-250°C, (c) 16mm-300°C y (d) 32mm-300°C. ....</i>	<i>51</i>

## LISTA DE TABLAS

<i>Tabla 3-1. Composición química nominal de las aleaciones fabricadas.....</i>	<i>25</i>
<i>Tabla 3-2. Características microestructurales de las aleaciones fabricadas.....</i>	<i>25</i>
<i>Tabla 3-3. Grado de micro-segregación para los tres espesores. ....</i>	<i>30</i>
<i>Tabla 3-4. Temperaturas de transformación de la austenita para ambos sistemas y espesores. .....</i>	<i>34</i>
<i>Tabla 3-5 . Tiempos de transformación isotérmica.....</i>	<i>37</i>
<i>Tabla 3-6. Resultados de refinamiento de Rietveld por DRX.....</i>	<i>44</i>
<i>Tabla 3-7. Propiedades mecánicas evaluadas a los hierros nodulares austemperados.....</i>	<i>48</i>

## INTRODUCCIÓN

El uso de hierros nodulares en grandes áreas de la industria automotriz y minera está ligado a su menor densidad, menor costo de producción y a que su resistencia, tenacidad y ductilidad se pueden asemejar a las de algunos aceros fundidos [1]. Sin embargo, cuando son sometidos a altos requerimientos mecánicos los hierros nodulares de microestructura ferrítica, perlítica o ferrítica-perlítica difícilmente pueden igualar el desempeño de una gran gama de aceros. Para equiparar esto, los hierros nodulares son sometidos al tratamiento térmico de austemperado, el cual modifica su microestructura otorgándole al material un aumento en la resistencia mecánica y la dureza, sin que se vea muy comprometida su ductilidad [2]. Los hierros nodulares austemperados (ADI, por sus siglas en inglés de *Austempered Ductile Iron*) son materiales que presentan una amplia gama de propiedades mecánicas que le permiten desempeñarse apropiadamente en diferentes áreas de la industria, tales como la automotriz, agrícola y minera, entre otras [2][3].

El tratamiento térmico empleado para la obtención de los ADI consiste en dos etapas. En la primera se calienta el material hasta una temperatura de austenización comprendida entre los 840-950°C y se mantiene allí por un tiempo que depende del espesor de la pieza y de los elementos de aleación presentes; posteriormente el material es sometido a un proceso de transformación isotérmica enfriándose rápidamente en un baño de sales que se encuentra entre la temperatura de inicio de la transformación bainítica (Bs) y la temperatura de inicio de la transformación martensítica (Ms) [4]; al concluir la transformación se realiza un segundo enfriamiento en agua o aire hasta la temperatura ambiente. Como resultado de este proceso se obtiene una microestructura compuesta de nódulos de grafito bien formados embebidos en una matriz ausferrítica (ferrita bainítica + austenita de alto carbono).

En los ADI la adición de elementos de aleación tales como Cu y Ni es frecuente [5], [6], ya que representa una mejora de las propiedades mecánicas y/o la austemperabilidad (o templabilidad bainítica) [7], debido a que el cobre promueve la formación de perlita en estado *as-cast*, lo cual tiene un impacto positivo posterior durante el tratamiento térmico de austemperado, ya que facilita la saturación en carbono de la matriz; por otro lado el níquel

en cantidades controladas aumenta la templabilidad y es un estabilizador de la austenita [8], [9]. Sin embargo, un gran número de investigaciones han demostrado que dada la naturaleza de la solidificación eutéctica que ocurre en los hierros nodulares, el material final presenta gradientes composicionales entre las primeras (cerca de los nódulos de grafito primario) y las últimas (zonas interdendríticas, alejadas de los nódulos de grafito primario) zonas en solidificar [10]–[12]. Estos gradientes composicionales, pueden representar diferentes tasas de transformación bainítica a través de la microestructura y pueden afectar las propiedades mecánicas y por tanto el desempeño de los ADI [3]. Elementos como el Cr, Mn, Mo y V presentan una segregación positiva, es decir su concentración aumenta cerca de las zonas interdendríticas y lejos de los nódulos de grafito. Por otro lado, el Si, Cu y Ni presentan una mayor concentración cerca de los nódulos de grafito primario y la cual disminuye cerca de las zonas interdendríticas, a esto se le conoce como segregación negativa [10] .

En la literatura disponible, se encuentran reportes que relacionan el grado de micro-segregación de los elementos de aleación con las propiedades mecánicas de los ADI [13]–[15]. Sin embargo, hay poca información sobre la relación que existe entre las características específicas de las fases y la micro-segregación y su efecto en el desempeño mecánico. Este trabajo de investigación se fundamenta en el estudio del efecto puntual de los elementos de aleación en la transformación bainítica y su influencia en las propiedades mecánicas de los ADI. Para resolver este problema se planteó el siguiente objetivo general:

Determinar la influencia del conteo de nódulos en la transformación bainítica, la microestructura y las propiedades mecánicas de hierros nodulares austemperados aleados con Cu y Ni. Cabe anotar que como se mostrará más adelante y como lo mencionan diferentes investigaciones [5], el conteo de nódulos está íntimamente ligado con el grado de microsegregación en los hierros nodulares.

Para lograr este objetivo general se plantearon tres objetivos específicos:

- Establecer el efecto del conteo de nódulos en la transformación bainítica en hierros nodulares aleados con cobre y níquel.

- Comprobar el efecto de la micro-segregación en la microestructura de los hierros nodulares austemperados bajo estudio.
- Determinar el efecto que el conteo de nódulos y la micro-segregación tienen en las propiedades mecánicas de los hierros nodulares.

Para este estudio se fabricaron dos aleaciones de hierro nodular, una con Cu y Ni y otra sin estos elementos de aleación, estas fueron fabricados en un modelo en escalerilla como se mostrará más adelante en la sección de metodología para obtener variaciones en el conteo de nódulos. Posteriormente se establecieron los parámetros de tratamiento térmico a través de ensayos dilatométricos de alta resolución. Con ensayos dilatométricos también se estudiaron los efectos de los elementos de aleación y la micro-segregación en los tiempos de transformación isotérmica. Para la caracterización microestructural de las muestras tratadas isotérmicamente se emplearon las técnicas de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido con espectroscopia de energía dispersada (SEM-EDS por sus siglas en inglés) y difracción de rayos X (DRX). Se evaluaron los grados de micro-segregación utilizando *Electron Probe Micro Analyser* (EPMA), y para la caracterización mecánica se realizaron ensayos de dureza Brinell, impacto *charpy* y tracción.

El texto se encuentra dividido en 4 capítulos, en el primer capítulo se expone toda la parte teórica empleada que da soporte al trabajo realizado. En el segundo capítulo se presenta la metodología experimental ejecutada para alcanzar los objetivos propuestos. El tercer capítulo se divide en dos secciones: una primera sección donde se describe la obtención de las aleaciones de trabajo, la caracterización microestructural y la relación de la micro-segregación con la transformación bainítica. En esta sección se resuelven los objetivos específicos 1 y 2. En la segunda sección del tercer capítulo se describen los resultados de la determinación de las propiedades mecánicas y se relacionan con las características microestructurales presentadas la primera sección, en esta sección se resuelve el último objetivo específico. Finalmente, en el cuarto capítulo se presenta la discusión general del trabajo de investigación y las conclusiones de esta tesis de maestría.



# **1. CAPÍTULO 1: MARCO TEORICO Y ESTADO DEL ARTE**

## **1.1. Generalidades de los Hierros Nodulares**

El hierro nodular es un tipo de aleación de hierro que, a diferencia de otras fundiciones de hierro que son frágiles y quebradizas, posee mayor resistencia a la fatiga y a la tensión debido a la presencia de grafito en forma de nódulos en su microestructura [16]. En los hierros nodulares, el grafito adopta la forma de nódulos esféricos que producen un aumento en la resistencia a la tracción y en la diferencia entre el límite elástico y la resistencia última a la tensión, es decir, la ductilidad del material; esto, junto a una modificación microestructural de la matriz permite obtener una amplia combinación de propiedades mecánicas [2]. Los hierros nodulares tienen un límite de cedencia que va desde 480 MPa hasta 930 MPa y un módulo elástico que puede llegar a los 172 GPa. Estos hierros son empleados en aplicaciones donde se necesite menor densidad y alta resistencia mecánica, un ejemplo es la industria automotriz, en la cual, diferentes componentes son fabricados en este tipo de aleaciones [16][17]. Otras aplicaciones industriales donde destacan este tipo de materiales son camiones diésel, tractores agrícolas y bombas de petróleo; en la fabricación de aerogeneradores se usa para las partes estructurales y para el apoyo de ejes, entre otros usos. Sin embargo, para ser empleada en aplicaciones de mayores exigencias mecánicas en las cuales se emplean principalmente aceros, es necesario someter la fundición nodular a tratamientos térmicos que modifiquen su microestructura de forma tal, que el conjunto de propiedades obtenidas sea similar o superior a las ofrecidas por los aceros a un menor costo de producción [1], [2].

## **1.2. Hierros Nodulares Austemperados**

El austemperado es un tratamiento térmico que aplicado a los hierros nodulares, brinda una excelente combinación de propiedades mecánicas con valores de resistencia a la tensión entre 900 y 1600 MPa, límite elástico entre 650 y 1300 MPa, y alargamiento entre 1 y 10% [18]. En los hierros nodulares austemperados (ADI por sus siglas en inglés, *Austempered Ductile Iron*) poseen una matriz ausferrítica (ferrita bainítica + austenita de alto carbono), la cual presenta un excelente desempeño en partes fabricadas para la industria automotriz, agrícola y minera, entre otras [2], [3], [19]. El uso de ADI en la industria y por ende en el campo de la investigación ha tenido un gran impulso en las últimas décadas gracias

a que su relación resistencia/peso y costo/peso es superior al de muchas aleaciones convencionales [20]. Adicionalmente, su relativa fácil producción y procesamiento le ha permitido ser introducido en procesos de fabricación convencionales [21].

El tratamiento térmico de austemperado en los hierros nodulares (figura 1-1), se realiza austenizando a temperaturas que oscilan entre 840°C y 900°C con un tiempo de sostenimiento que depende del espesor de la pieza y de los elementos de aleación presentes (punto 1); en esta primera etapa de tratamiento se busca otorgar al hierro una matriz completamente austenítica y homogenizar todo lo posible la distribución de carbono en toda su microestructura. Posteriormente, el material se enfría rápidamente (punto 2) para someterse a una transformación isotérmica (punto 3); esta transformación se realiza tradicionalmente en baños de sales a temperaturas comprendidas entre los 230°C (Ms- Temperatura de inicio de la transformación martensítica) y los 425°C (Bs- Temperatura de inicio de la transformación bainítica) en donde se sostiene durante suficiente tiempo para que ocurra la reacción bainítica sin precipitación de carburos [22][23], finalmente se realiza un enfriamiento al aire o en agua para detener la transformación [4], [24]. Aunque el austemperado se realice en la región bainítica, en el caso de los hierros nodulares la matriz resultante es fundamentalmente libre de carburos y contiene 20-40% de austenita de alto carbono y entre un 60-80% de ferrita bainítica [4], [24], [25]. Otras fases como ferrita acicular y martensita pueden también estar presentes [22].

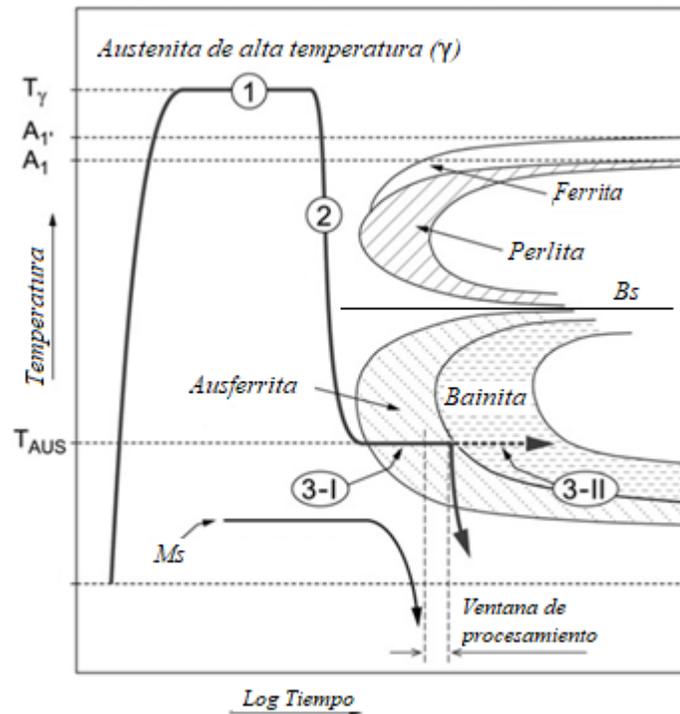


Figura 1-1. Diagrama tiempo-temperatura transformación para hierros nodulares (adaptado de [21]).

Las propiedades mecánicas de los ADI dependen de factores intrínsecos del material como lo son la composición química de la aleación y la microestructura de partida, y otros factores externos como lo son los parámetros de tratamiento térmico temperatura y tiempo de austenización y temperatura y tiempo de austemperado. De estos factores, la temperatura de austemperado es uno de los más importantes en el tratamiento [25]. A temperaturas bajas de austemperado (cerca de  $M_s$ ) la ferrita toma una forma acicular, contiene bajas cantidades de austenita y martensita, lo que proporciona propiedades de alta resistencia a la tensión y dureza, pero baja ductilidad. Cuando el tratamiento térmico de austemperado se realiza a altas temperaturas (cerca de  $B_s$ ), la ferrita bainítica se hace más gruesa y los porcentajes en volumen de austenita retenida pueden alcanzar hasta 40%, dando como resultado un notorio aumento en la ductilidad pero una disminución de la resistencia a la tensión y la dureza [25],[26]. En la figura 1-2 se presentan imágenes de microestructuras obtenidas a diferentes temperaturas de transformación isotérmica, donde se aprecia claramente la influencia de este parámetro en la microestructura. Se puede ver que las muestras tratadas a  $300^\circ\text{C}$  presentan

haces de ferrita bainítica y austenita retenida más gruesos, mientras que la muestra tratada a 250°C exhibe las mismas fases, pero más finas y con una mayor presencia de ferrita bainítica.

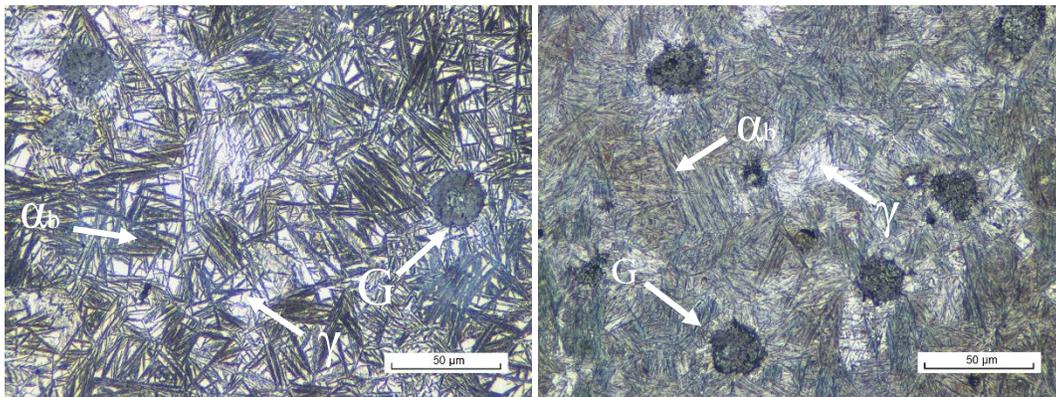


Figura 1-2. Imágenes de metalografías de muestras tratadas isotérmicamente a (a) 300°C (b) 250°C  $\alpha_b$ : Ferrita bainítica,  $\gamma$ : Austenita de alto carbono,  $G$ : Grafito. Imágenes del autor.

### 1.3. Transformación Bainítica

La transformación bainítica en los hierros nodulares ocurre en dos etapas; una primera donde la reacción inicia con la nucleación de las placas de ferrita bainítica en los límites de grano austenítico; consecutivamente las placas de ferrita bainítica crecen controladas por un mecanismo displasivo de transformación [27]. *Bhadeshia*, explica que “el movimiento individual de los átomos de hierro que conforman la red cristalina de la ferrita bainítica es inferior a un espacio interatómico y ocurren movimientos de cizalla, muy similares a los ocurridos durante la transformación de la martensita”. No obstante, la formación se da a temperaturas por encima de  $M_s$ ; por lo que la austenita, cuyo límite elástico disminuye cuando la temperatura de formación aumenta, es capaz de acomodar plásticamente dicha deformación asociada a la transformación. Al igual que en la formación de la martensita, la ferrita bainítica crece sobresaturada en carbono, pero, debido a la movilidad atómica permitida por las altas temperaturas de transformación, el carbono de la ferrita bainítica sobresaturada difunde a la austenita aledaña, enriqueciéndola en carbono. En la segunda etapa de la transformación bainítica, la austenita enriquecida en carbono se descompone en ferrita y carburos, pero en el caso de los hierros fundidos, la presencia de elementos de aleación como el silicio ayuda a retrasar tal descomposición; lo que permite un mayor enriquecimiento progresivo de carbono de la austenita residual a medida que avanza la

transformación bainítica y cuanto más enriquecida se encuentre, menor es su temperatura  $M_s$  asociada, de modo que un enriquecimiento adecuado estabiliza la austenita residual a temperatura ambiente, obteniéndose austenita de alto carbono en la microestructura final. Al retardarse la descomposición de la austenita en ferrita y carburos de hierro, las siguientes subunidades de ferrita bainítica pueden nuclear y crecer a partir de las previamente formadas zonas de austenita en bloque [28].

En los ADI, el mejor desempeño mecánico se obtiene en el momento en el que finaliza la primera etapa de la transformación sin un inicio de la segunda, ya que los carburos formados de la descomposición (segunda etapa) hacen que el material se fragilice, sin embargo el comienzo de la segunda etapa en los hierros nodulares toma demasiado tiempo, dado que los altos contenidos de silicio que normalmente presentan estos hierros retrasan la formación de los carburos [29][30]. El tiempo entre la finalización de la primera etapa de la transformación y el inicio de la segunda se conoce como “ventana de procesamiento”, la cual se ve influenciada por los elementos de aleación y la temperatura (figura 1-3).

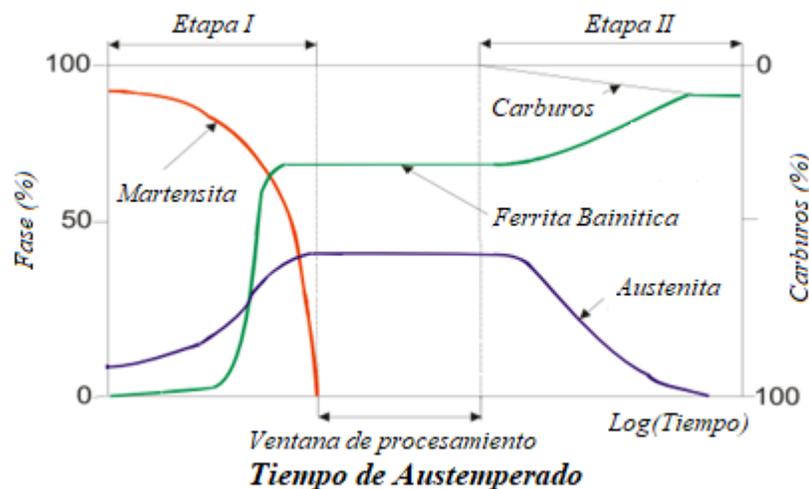


Figura 1-3. Representación esquemática del desarrollo de la microestructura durante el austemperado, junto con una ilustración de la “ventana de procesamiento” (adaptado de [26]).

En la definición de las temperaturas óptimas del tratamiento térmico de austenización es necesario conocer las temperaturas críticas de transformación para una correcta

austenización. La disolución de la microestructura de partida de la matriz está definida por las temperaturas críticas de formación de la austenita; cuando se calienta el material a una temperatura que se encuentre en el rango intercrítico no hay una transformación completa a austenita[6] , por lo que es necesario calentar el material a una temperatura mayor a la crítica superior para obtener una matriz completamente austenítica. En el momento que se pasa el material completamente austenizado al baño de sales para la etapa de transformación isotérmica, es de suma importancia conocer la temperatura a la cual se inicia la transformación de austenita a ferrita bainítica más austenita de alto carbono (temperatura de inicio de transformación bainítica o Bs) y la temperatura a la cual comienza la transformación de la austenita a martensita (Ms) durante el enfriamiento; conociendo ambas se puede definir el rango de temperatura en el cual se puede obtener una matriz ausferrítica; trabajando fuera de este rango (temperaturas superiores a la Bs e inferiores a Ms) el resultado sería una microestructura diferente a la buscada [31].

En el austemperado existe una relación entre la temperatura a la cual se realiza la transformación isotérmica y el tiempo de sostenimiento a dicha temperatura; mayores temperaturas de transformación aceleran la reacción bainítica y permiten obtener mayores fracciones volumétricas de austenita de alto carbono al final de la transformación, al mismo tiempo disminuye la fracción de ferrita bainítica y se obtienen mayores espesores en ambas fases. Al disminuir la temperatura de transformación ocurre totalmente lo opuesto, aumenta el tiempo necesario de sostenimiento debido a que la reacción se hace más lenta, disminuye la fracción volumétrica final de austenita de alto carbono, aumenta la fracción de ferrita bainítica y disminuye el espesor de ambas fases. Tanto a altas como a bajas temperaturas un tiempo de sostenimiento menor al necesario para que se detenga la reacción, habrá presencia de martensita o un exceso de austenita en bloque en la microestructura final, y si el tiempo de sostenimiento es excesivo la cantidad de austenita de alto carbono va a disminuir, aumenta la ferrita bainítica y se presenta la precipitación de los carburos [32]–[34]. Debido a esto, es necesaria una correcta selección de la relación temperatura/tiempo de sostenimiento isotérmico para obtener una microestructura adecuada que provea las propiedades finales necesarias de acuerdo con la aplicación.

#### 1.4. Elementos de Aleación

En los hierros nodulares, los elementos de aleación presentan una gran influencia en la modificación de los tiempos y temperaturas de austenización y homogenización de la matriz, la formación preferencial de fases (ferrita y perlita), velocidad de la reacción bainítica y estabilización de la austenita [35]. Por ende, empleando elementos de aleación en las fundiciones nodulares se pueden adquirir o mejorar una gran variedad de propiedades mecánicas deseables para aplicaciones específicas. El uso de elementos como manganeso, níquel, cobre y molibdeno es común, tanto a nivel investigativo como a escala industrial y sus rangos sugeridos de concentración se encuentran en la norma ASTM A897 [36].

El manganeso retrasa la reacción bainítica, lo que lleva a una baja formación de ferrita bainítica en tiempos cortos de transformación isotérmica, esto conlleva a que la austenita quede empobrecida en carbono y se transforme a martensita en el enfriamiento posterior al austemperado; adicionalmente el manganeso se restringe a un máximo de 0,3% en peso, dado que se segrega en las últimas zonas en solidificar, favoreciendo la formación de martensita y/o carburos en estas áreas fragilizando el material [37]. El molibdeno es un elemento que aumenta la templabilidad, pero también es un fuerte formador de carburos y se segrega a las zonas intercelulares, lo que puede fragilizar el material cuando se utiliza en concentraciones mayores a 0,3% en peso, por lo cual se utiliza en bajas concentraciones en especial cuando se funden secciones delgadas. Por otro lado el níquel también aumenta la templabilidad y además aporta a la estabilidad de la austenita, lo que permite obtener una microestructura con mayores contenidos de austenita de alto carbono[38]. El cobre se segrega alrededor de los nódulos de grafito disminuyendo la difusión del carbono hacia y desde la matriz durante la austenización, además, este, retrasa la transformación bainítica cuando se encuentra porcentajes superiores a 0,6% wt [39],[40].

Cuando se emplean diferentes de elementos aleantes en un mismo hierro se pueden obtener combinaciones de los efectos anteriormente mencionados que cada uno de ellos provee. *Viau et al.*[41] demostraron que con 1,5% de Ni en combinación con 0,75% de Cu se aumentaba de forma considerable la austemperabilidad de piezas de 2,5 cm de diámetro

aproximado, efecto que el cobre o el níquel por sí solo no lograrían. También demostraron que el uso de estos elementos en remplazo del Mo y/o Mn es beneficioso dado que se evita la segregación en las últimas zonas en solidificar y la consiguiente formación de carburos. *Olivera Erić et al.* [9] encontraron que la adición de Cu + Ni retrasa la cinética de transformación de la austenita de alta temperatura, obteniendo una mayor fracción volumétrica de austenita en 3 horas de austemperado comparado con solo la adición de Cu y austemperado por 2 horas; esto mecánicamente se traduce en una mayor resistencia al impacto solo con adicionar Cu + Ni a la aleación. Druschitz et al [42], [43] estudiaron la estabilidad de la austenita bajo condiciones de esfuerzo/deformación utilizando difracción de neutrones en cuatro hierros nodulares intercríticamente austemperados con variaciones en las concentraciones de níquel y manganeso. Los ADI con manganeso experimentaron la transformación de austenita a martensita por efecto TRIP a bajos esfuerzos, cercanos al límite de cedencia, mientras las aleaciones con níquel presentaron efecto TRIP a esfuerzos cercanos a la resistencia última o no presentaron efecto TRIP, lo cual indica una mejor estabilización mecánica de la austenita en presencia de níquel y por lo tanto un mayor favorecimiento para las propiedades mecánicas.

### **1.5. Segregación y su efecto en las propiedades mecánicas**

La segregación representa la no uniformidad composicional en la matriz de cualquier aleación metálica; este fenómeno, está asociado directamente con la solidificación por lo que su manifestación es prácticamente imposible de evitar, como consecuencia, la adición de elementos de aleación realizada en principio para el mejoramiento de las propiedades mecánicas o para aumentar la susceptibilidad a los tratamientos térmicos, puede dar lugar a problemas de procesamiento y deterioro de las propiedades mecánicas si no se toman las medidas necesarias [44]. En la mayoría de aleaciones no ferrosas, se puede suprimir el efecto generado por la segregación con tratamientos térmicos de homogenización, en los cuales, como su nombre lo indica se lleva el material a un punto de homogeneidad química [45]. Sin embargo, en los hierros nodulares el fenómeno de segregación está altamente radicado en la matriz del material, por lo que, para llegar a un punto de homogeneidad es necesario

austenizar a temperaturas muy altas, lo que afecta de manera negativa la nodularidad y el conteo de nódulos, lo que repercute en una caída de las propiedades mecánicas [46].

En los hierros nodulares la solidificación está gobernada por una reacción eutéctica, es decir, la aleación líquida, se transforma en dos fases sólidas (grafito + austenita); durante la solidificación tanto el grafito como la austenita nuclean y crecen en el metal líquido [47]. A medida que la austenita crece, el cambio de fase de líquido a sólido no se da a una temperatura constante sino en un rango de temperaturas, dentro del cual, varían la composición del sólido y del líquido, ya que la solubilidad de cada uno de los elementos presentes en la austenita de alta temperatura varía en función de su radio atómico, esto ocasiona que al final del proceso exista una distribución no uniforme de los solutos en la matriz del hierro [48][49]. El Si, Cu y el Ni presentan una segregación negativa, es decir su concentración es mayor cerca de los nódulos de grafito y decrece hacia las últimas zonas en solidificar. El C, Mn y Mo por otro lado, presentan una segregación positiva, es decir su concentración es baja cerca de los nódulos de grafito e incrementa en las últimas zonas en solidificar [50][5]. Esta distribución elemental ha sido ampliamente estudiada y en la actualidad se acepta que el comportamiento de cada uno de los elementos de aleación comúnmente usados en estas aleaciones es siempre el mismo (figura 1-4).

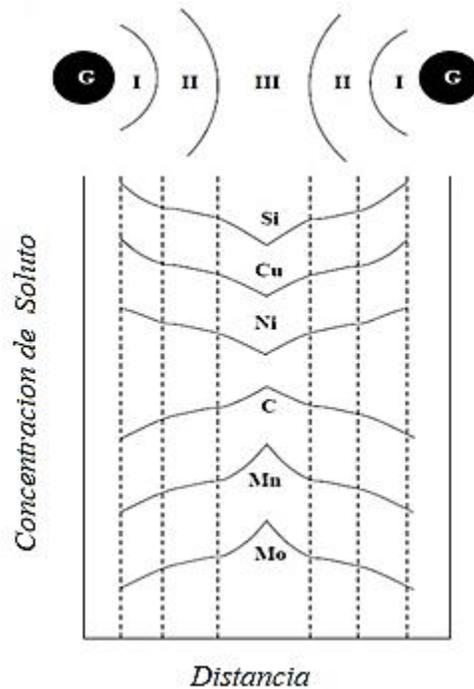


Figura 1-4. Perfil de micro-segregación de hierros nodulares (adaptado de [45]).

Los elementos de aleación con frecuencia se adicionan para favorecer la formación de fases específicas, con el fin de propiciar un mejoramiento de las propiedades mecánicas y/o para mejorar la austemperabilidad; pero debido a la micro-segregación, se pueden presentar diferencias en la cinética de transformación bainítica y diferencias microestructurales entre grafitos vecinos. En la figura 1-5 se representa la influencia de la segregación en la primera etapa de la reacción bainítica, se aprecia como la Bs y Ms son diferentes para cada zona y como en las últimas zonas en solidificar la reacción inicia en tiempos más prolongados dados sus bajos contenidos de silicio y su alto contenido de manganeso [11].

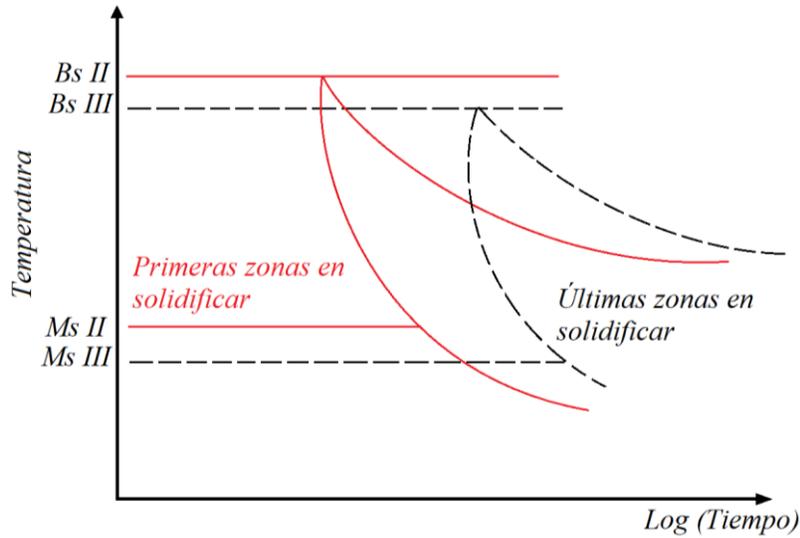


Figura 1-5. Influencia de la micro-segregación en la cinética de transformación bainítica (adaptado de [8]).

En el tratamiento térmico de austemperado, la micro-segregación puede implicar la formación de martensita en las zonas cercanas a los nódulos de grafito por su bajo contenido de carbono, mientras que en las zonas intercelulares se puede presentar mayor presencia de austenita y carburos por la alta concentración de manganeso y carbono [51]. *J.M Schissler* encontró que en hierros nodulares aleados con manganeso, un aumento de la segregación representa menores tiempos de la ventana de procesamiento, lo que dificulta el control del proceso de austemperado [11]. *A.D. Sosa* halló que en las fundiciones nodulares austemperadas de pared delgada, emplear Cu y Ni como elementos de aleación, promueve el refinamiento de la microestructura, lo que mecánicamente representa mayor límite elástico y dureza sin que se vea muy afectada su ductilidad, ya que también se promueve el aumento de la austenita de alto carbono [52].

*B.Y Lin et al* hicieron una investigación en la cual trabajaron con cuatro composiciones químicas diferentes, individualmente estaban aleadas con 0,4% Mn, 0,4% Mo, 1% Cu y 1.5% Ni. Cada una de las aleaciones se trabajó con 3, 15 y 75 mm de diámetro para variar su conteo de nódulos, se austenizaron a 900°C y se austemperaron a 350 y 400°C. Encontraron que la dureza en las cuatro aleaciones era muy similar para cada condición de

transformación isotérmica en los diámetros de 15 y 75mm. A pesar de esto, la energía de impacto era superior en las muestras de 15mm de diámetro. También se observó que entre las cuatro aleaciones austemperadas a 350°C no se presentaba una diferencia significativa en energía de impacto entre las aleaciones de Ni, Cu y Mn. Sin embargo, en ambos espesores los menores valores de energía los presentaba la muestra aleada con Mo. Los autores acreditan este comportamiento a la alta presencia de austenita en las zonas intercelulares en las muestras aleadas con Mo. Concluyeron que al momento de alea los hierros con Cu, Ni, Mo y Mn, la segregación presenta poco efecto en la dureza de los hierros nodulares austemperados, pero la energía de impacto es significativamente afectada de manera negativa por la segregación, principalmente cuando se emplea Mo como elemento de aleación, ya que este presenta una segregación más pronunciada, retardando la reacción bainítica en las zonas intercelulares [10].

*E. A. Chinfoorush* reporta que en hierros nodulares aleados con Cu, Ni y Mo al pasar de un conteo de 185 a 110 nódulos/mm<sup>2</sup> se ven disminuidas la resistencia última a la tensión, el límite elástico, el alargamiento y la energía de impacto, dado que, segregaciones más severas representan un aumento en tamaño y cantidad de carburos intercelulares acompañados de micro-cavidades en las zonas intercelulares, dando como resultado una temprana formación y propagación de grietas [53]. *A. Basso et al* evaluaron el efecto de la segregación en las propiedades mecánicas en ADI, IADI (Intercritically Austempered Ductile Iron) y en hierros nodulares ferríticos; trabajaron con secciones de 25, 50 y 75 mm de espesor con conteos de nódulos de 200, 110 y 50 nódulos/mm<sup>2</sup> respectivamente. Los tres materiales tenían una composición química de 3,35C-3,21Si-0,43Mn-0,94Cu % peso. Observaron que a medida que se aumenta el tamaño de la sección se presenta una disminución en la resistencia última a la tensión y en el alargamiento para las muestras con matrices ausferríticas, pero sin verse afectada el límite de fluencia. Por otro lado, en todas las matrices trabajadas, la resistencia al impacto presentaba una disminución a medida que aumentaba el tamaño de sección. Los autores atribuyen este comportamiento a los diferentes mecanismos de fractura que se presenta en cada sección y microestructura, principalmente a las inclusiones y micro-cavidades en las últimas zonas en solidificar. También encontraron que comparando las tres matrices, la que presentaba mayor influencia en sus propiedades

mecánicas con el tamaño de sección era la ADI, viéndose disminuido su alargamiento y resistencia al impacto hasta en un 40% [3].

*J. Aranzabal et al*, investigó la influencia de la fracción volumétrica y la morfología de la austenita retenida en las propiedades mecánicas de los ADI. En su trabajo utilizó un hierro de composición química 3,69C-2,53Si-0,25Mn-0,47Cu-1,07Ni wt%, este fue austenizado a 900°C por 30 minutos y posteriormente austemperado a 300, 370 y 410°C por tiempos entre 5 minutos y 24 horas de sostenimiento. Observaron que a bajos tiempos de austemperado la cantidad de austenita presente en la matriz es casi nula en las tres temperaturas de austemperado, sin embargo, con 120 minutos de austemperado la fracción volumétrica de austenita se duplica de 24% a 48% en volumen, a las temperaturas de 300 y 410°C respectivamente. Encontraron que los mayores valores de ductilidad se obtuvieron para tiempos intermedios en las tres temperaturas de transformación, esto se atribuyó a que tiempos muy prolongados de transformación isotérmica promueven la presencia de carburos en la microestructura, corroborando así la descomposición de la austenita a ferrita y carburos. Para el caso límite de fluencia encontraron que no se presentan diferencias significativas a las temperaturas de 370 y 410°C exceptuando un pequeño aumento para esta última a tiempos más prolongados. Concluyeron que a bajas temperaturas de transformación (300°C), la austenita era mucho más estable dados sus mayores contenidos de carbono y a que su distribución en la matriz era principalmente de láminas finas. Por otro lado, a las temperaturas de 370 y 410°C donde los contenidos de austenita son superiores a un 25%, la morfología de la misma es mayoritariamente en bloques, lo cual controla el comportamiento a la fluencia del material debido a las largas interconexiones de esta fase en la matriz [54].

## 2. CAPÍTULO 2: MATERIALES Y MÉTODOS

Este trabajo de investigación se desarrolló en tres etapas. En la primera se fabricaron las aleaciones y se caracterizaron en estado *as-cast*. En la segunda se cuantificó la micro-segregación en las aleaciones de trabajo; se definieron los parámetros de tratamiento térmico y se caracterizaron las microestructuras obtenidas (objetivos específicos 1 y 2). En la tercera etapa se determinaron las propiedades mecánicas de las muestras tratadas isotérmicamente (objetivo específico 3). El procedimiento seguido en cada etapa se presenta a continuación.

### 2.1. Material de estudio

#### 2.1.1 Fabricación

Los hierros nodulares se fabricaron en un horno de inducción de 250 kg de capacidad en la empresa ACUATUBOS S.A; se empleó de carga inicial 60% de acero bajo carbono *cold rolled* y 40% de retorno de hierro nodular; se utilizó 1,2 wt% de liga FeSi-Mg (48Si-6Mg-2Ca-1,2Al wt.%) y de inoculante un 1% de FeSi (80Si-2Zr-2,7Ca-1,5Al wt.%). Los 250 kg del hierro base se dividieron en 4 baches de aproximadamente 60 kg cada uno con adición de diferentes elementos de aleación (SA, Cu, Ni y CuNi) y 400g de pos-inoculante. La colada se nodulizó a una temperatura entre 1500-1510°C y se vació a ~1440°C en moldes de arena en verde previamente fabricados. A sabiendas que la diferencia en la velocidad de enfriamiento debido a las variaciones en el espesor permiten obtener diferencias en el conteo de nódulos y por tanto diferencias en la micro-segregación, se empleó el modelo en escalerilla presentado en la figura 2-1 [55]. De las cuatro aleaciones obtenidas se utilizaron dos para este estudio, la aleada con Cu y Ni y la que no tiene elementos de aleación adicionales (SA) considerada como la aleación base o de referencia. En diferentes etapas de la investigación se utilizaron muestras tomadas de diferentes secciones (espesores) de la escalerilla. A lo largo del documento se especificará con cual espesor se trabajó en cada caso.

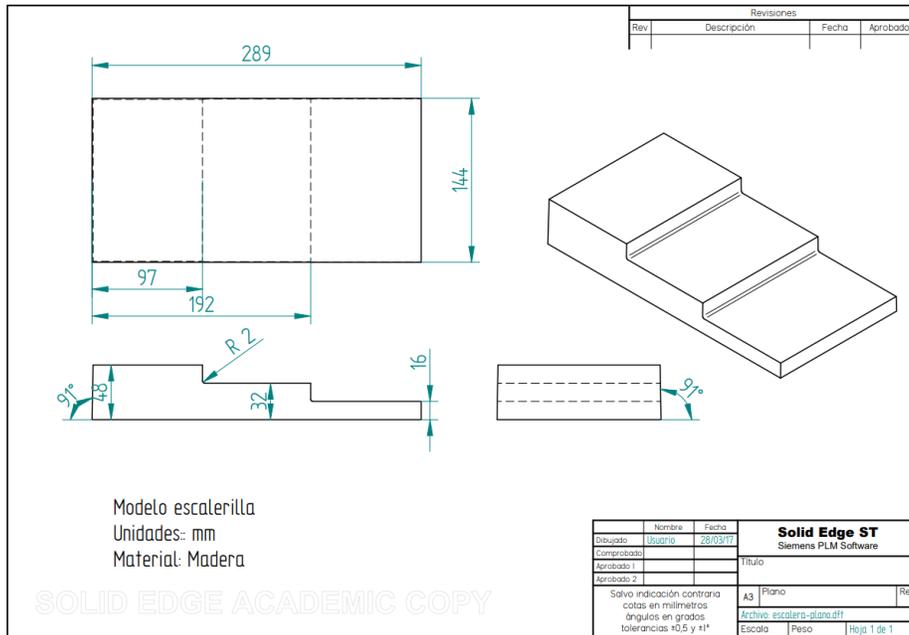


Figura 2-1. Modelo para moldeo en arena en verde.

## 2.1.2 Caracterización

### 2.1.2.1 Composición química

La caracterización química se realizó mediante espectrometría de emisión óptica (OES por sus siglas en inglés) en un espectrómetro marca Bruker de referencia Magellan Q8 bajo la norma ASTM E350 [56]. Las muestras para la caracterización composicional fueron obtenidas mediante el vaciado de la aleación fundida en una coquilla de cobre y posteriormente enfriada en agua para una rápida solidificación y enfriamiento, con esto se buscó evitar la formación de grafito en la muestra para análisis químico, el cual ocasiona interferencia en la medición de la composición. La determinación del contenido de carbono de cada aleación se realizó mediante la técnica gasométrica en un equipo LECO de referencia 523.

### 2.1.2.2 Análisis microestructural

Las muestras para el análisis microestructural se tomaron de ambas aleaciones de los espesores de 16 y 32 mm. Estas muestras fueron cortadas y montadas en baquelita para posteriormente ser pulidas mediante técnicas metalográficas convencionales hasta acabado

espejo de acuerdo con la normal ASTM E3 [57]. La caracterización microestructural del material *as-cast* se realizó por microscopía óptica en un microscopio Nikon, referencia Eclipse MA100 con una cámara digital Nikon de referencia DS-FI2. Inicialmente se realizó la caracterización del grafito de acuerdo a la norma ASTM A247 [58] para obtener la nodularidad y el conteo de nódulos. Posterior a la caracterización del grafito las muestras fueron atacadas con Nital al 1% por un tiempo de 5 segundos para la observar la microestructura de la matriz en estado *as-cast*, la cuantificación de las fases se realizó con ayuda del programa Image J®.

## **2.2. Diseño de tratamiento térmico**

### *2.2.1 Temperatura y tiempo de austenización*

La temperatura de austenización se definió a partir de análisis dilatométrico de alta resolución en un dilatómetro BARH 805A en probetas cilíndricas de 10mm de largo por 4mm de diámetro y con apoyo de la literatura disponible [59]. Adicionalmente empleando la composición química del material se simuló el diagrama hierro-carbono para cada sistema de aleación con ayuda del programa FactStage®. Los diagramas se construyeron con las modificaciones provocadas por los elementos de aleación (desplazamientos de las temperaturas críticas y áreas de transformación). El tiempo de austenización se seleccionó a partir de la bibliografía encontrada en la cual es considerada una matriz completamente austenítica y en condiciones de paraequilibrio [8], [60]–[62].

### *2.2.2 Temperatura y tiempo de transformación isotérmica*

Para establecer las temperaturas de transformación isotérmica se determinaron experimentalmente las temperaturas  $M_s$  para ambas aleaciones por ensayos dilatométricos. El ciclo de austenización se realizó a una velocidad de calentamiento de 10°C/s hasta 600°C, posteriormente se disminuyó la velocidad de calentamiento a 0,18°C/s hasta 900°C y se sostuvo por un tiempo de 15 minutos. Pasado este tiempo se realizó un enfriamiento a temperatura ambiente a una velocidad de 100°C/s, toda la etapa de calentamiento se realizó en ambiente de alto vacío para evitar la oxidación, el enfriamiento se realizó con helio. A

partir de los resultados obtenidos se estableció la temperatura de transformación isotérmica para cada sistema de aleación.

Los tiempos transformación isotérmica se establecieron de igual manera mediante ensayos dilatométricos. El ciclo de austenización se realizó bajo las mismas condiciones anteriormente mencionadas hasta una temperatura de 900°C con un sostenimiento de 15 minutos, pasado este tiempo se realizó un enfriamiento a la temperatura de transformación isotérmica de 250°C y 300°C a una velocidad de 100°C/s con un sostenimiento de 180 min para las muestras austemperadas a 300°C y 380 min para las muestras austemperadas a 250°C, posteriormente se realizó un enfriamiento a temperatura ambiente.

## **2.3. Caracterización de muestras tratadas térmicamente**

### *2.3.1 Caracterización Microestructural*

#### *2.3.1.3 Cualitativa*

Las muestras tratadas se analizaron inicialmente de forma cualitativa con ensayo metalográfico estándar preparándolas bajo la norma ASTM E3 [57]. Para este análisis microestructural se emplearon las técnicas de microscopía óptica en un equipo marca Nikon, referencia Eclipse MA100 con una cámara Nikon DS-FI2. En este punto se corroboró que la microestructura de la matriz fuera completamente ausferrítica.

#### *2.3.1.4 Cuantitativa*

Se realizaron ensayos de difracción de rayos X (DRX) en un equipo marca Panalytical referencia Epyrean Serie 2 con fuente de Co en un intervalo de barrido ( $2\theta$ ) entre 35°-120° a un paso de 0,02 $\theta$  por segundo, con los resultados obtenidos se cuantificó la austenita de alto carbono. La fracción volumétrica se calculó a partir de las intensidades de los picos (200) y (220) de la austenita y (200) y (211) de la ferrita bajo los parámetros establecidos por la norma ASTM E975 [63]; el porcentaje de carbono en la austenita fue calculado a partir de los picos característicos de la austenita anteriormente mencionados con el modelo de Nelson-

Riley [64] y la ecuación de Dyson-Holmes, la cual relaciona el parámetro de red de la austenita con su contenido de carbono [63] (Ecuación 1).

$$a_y = 0,3548 + 0,0044 * C_y \quad (\text{Ecuación 1})$$

La medición de espesores de la ferrita bainítica y la austenita de alto carbono se realizó con la técnica reportada por García-Mateo et al [65] en imágenes de microscopía electrónica de barrido (SEM por sus siglas en inglés) obtenidas en un equipo marca JEOL referencia JSM-6490LV, las imágenes se procesaron con el programa de acceso libre IMAGE J®. Con el fin de determinar el grado de segregación en las aleaciones se cuantificó la micro-segregación del silicio, manganeso, cobre y níquel en mapas de 500µm x 500µm mediante la técnica Electro Probe Micro Analyzer (EPMA) en un equipo marca JEOL referencia Superprobe JXA-8900 M. Los datos arrojados por el ensayo se analizaron y representaron en mapas composicionales con ayuda del software Matlab®. Con estos mapas se relacionó la distribución de los elementos de aleación con las características de las fases en las primeras y últimas zonas en solidificar en función de la composición química y el espesor de pared. Los ensayos de EPMA se realizaron para muestras tomadas de los espesores de 16 y 48mm con el fin de maximizar la diferencia en micro-segregación en función del espesor. Con la información obtenida se calculó el grado de micro-segregación para cada uno de los elementos en base a las siguientes suposiciones y ecuaciones descritas por Scheil[12], [66]:

- La convección y difusión en la masa fundida son tan rápidas y violentas que la composición química en todo momento es uniforme.
- La difusión en la fase sólida es tan lenta que es despreciable.
- Existe un equilibrio local entre la fase sólida y la líquida; este equilibrio se puede expresar mediante la constante de partición:

$$k_{part} = \frac{x_s}{x_L} \quad (\text{Ecuación 2})$$

Donde  $x_s$  es la concentración de soluto en el solido y  $x_L$  la concentración de soluto en el líquido. Cuando resolvemos la ecuación 2 para la solidificación de un sistema volumétrico obtenemos *La ecuación de segregación de Schiel* (ecuación 3).

$$x_s^* = k_{part} x_0^L (1 - f_s)^{k_{ef}-1} \quad (\text{Ecuación 3})$$

Donde  $x_s^*$  es la concentración del soluto en la interfaz sólida,  $k_{part}$  es el coeficiente de partición,  $f_s$  es la fracción de sólido formada y  $x_O^L$  es la concentración inicial del soluto; cada uno de los elementos que se encuentran presentes en la aleación tienen constantes de partición diferentes y diferentes tendencias de segregación, por ende, para describir dicha tendencia se introduce el término *grado de segregación* (ecuación 4), el cual es la relación entre el máximo valor de concentración y el mínimo valor de concentración de cada elemento de aleación en una estructura dendrítica.

$$S = \frac{x_{max}^S}{x_{min}^S} \quad (\text{Ecuación 4})$$

Dado que la relación  $x_s = x_L k_{part}$  siempre se cumple, se puede emplear para calcular el grado de segregación cuando la segregación es máxima ( $f = 1$ ) y cuando la segregación es mínima ( $f = 0$ ) [67].

Con los grados de micro-segregación obtenidos a partir de los ensayos de EPMA de las piezas de 16 y 48mm de espesor, se estimaron los grados de micro-segregación para el espesor de 32 mm a partir de la relación lineal que existe entre el coeficiente de partición y el módulo de solidificación [10]. Teniendo los coeficiente de partición de los espesores de 16 y 32mm se simuló distribución de elementos de aleación desde las primeras zonas en solidificar hasta las últimas de cada elemento utilizando el modelo de *Schiel* (Ecuación 3) [12]. Con los resultados de la simulación de la composición química punto a punto se calculó la cantidad de carbono que puede aceptar la austenita posterior a la transformación bainítica para cada composición, ambos espesores y ambas temperaturas de transformación isotérmica con el programa Mucg83 [68]. Para el uso del programa MucgG83 se supuso que el porcentaje de carbono en la matriz austenítica era homogéneo y que no hay difusión de carbono desde los nódulos de grafito hacia la matriz y viceversa.

### 2.3.1.5 Caracterización Mecánica

Los ensayos de tracción solo se realizaron a las probetas de 32mm de espesor, para esto se cortaron y mecanizaron probetas cilíndricas bajo las norma ASTM E8 [69] espécimen 3. El ensayo se realizó a temperatura ambiente en un equipo marca INSTRON referencia

5984 con una capacidad de carga de 150 kN a una velocidad de  $2,4 \text{ s}^{-1}$  en probetas con una longitud calibrada de 24mm. Para los ensayos de impacto *charpy* se cortaron y maquinaron probetas rectangulares sin entalla bajo las norma ASTM E23 [70] espécimen simple para los espesores de 16 y 32mm esto con el fin de establecer si existe alguna influencia del conteo de nódulos (micro-segregación) en la tenacidad al impacto de las aleaciones bajo estudio. El ensayo de impacto se realizó a temperatura ambiente en un equipo marca Karl Frank referencia GMBH con una capacidad de 300J. Se realizaron medidas de dureza Brinell bajo la norma ASTM E10 [71] para las muestras de 16 y 32mm. Se empleó una carga de 182 Kgf, con una bola de acero de 5 mm y un tiempo de sostenimiento de 20 segundos en un durómetro marca NOVOTEST referencia TB-BRV-D.

### 3. CAPÍTULO 3: RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

#### 3.1. Sección 1: Caracterización de las aleaciones en estado *as-cast*

##### 3.1.1 Caracterización del material en estado *as-cast*

La composición química de las aleaciones fabricadas se presenta en la Tabla 3-1; las características microestructurales se presentan en la tabla 3-2; las micrografías de las aleaciones SA y CuNi en estado *as-cast* se presentan en las figuras 3-1 y 3-2 respectivamente.

Tabla 3-1. Composición química nominal de las aleaciones fabricadas.

<i>Composición Química (% Peso)</i>								
<i>Aleación</i>	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>P</i>	<i>Mg</i>	<i>Ni</i>	<i>Cu</i>	<i>CE</i>
<i>SA</i>	3.53	2,66	0,183	0,01	0,022	0,12	0,01	4,41
<i>Cu-Ni</i>	3.45	2,7	0,179	0,01	0,02	0,77	0,6	4,34

La composición química de ambas aleaciones cumple con los rangos estipulados por la norma ASTM 897[18] para ADI. Para ambas aleaciones frente a la norma ASTM A536[72], la nodularidad en los tres espesores es la típica exhibida en hierros nodulares de buena calidad (igual o superior al 80%), lo cual indica que los materiales fabricados son aptos para ser especímenes de estudio.

Tabla 3-2. Características microestructurales de las aleaciones fabricadas.

	<i>SA</i>			<i>CuNi</i>		
	<i>16mm</i>	<i>32mm</i>	<i>48mm</i>	<i>16mm</i>	<i>32mm</i>	<i>48mm</i>
<i>Conteo de nódulos (nódulos /mm<sup>2</sup>)</i>	280	258	245	295	284	254
<i>Nodularidad (%)</i>	90	90	85	90	85	90
<i>Fases (%<math>\alpha</math>-%Perlita)</i>	95-5	95-5	98-2	10-90	90-10	95-5

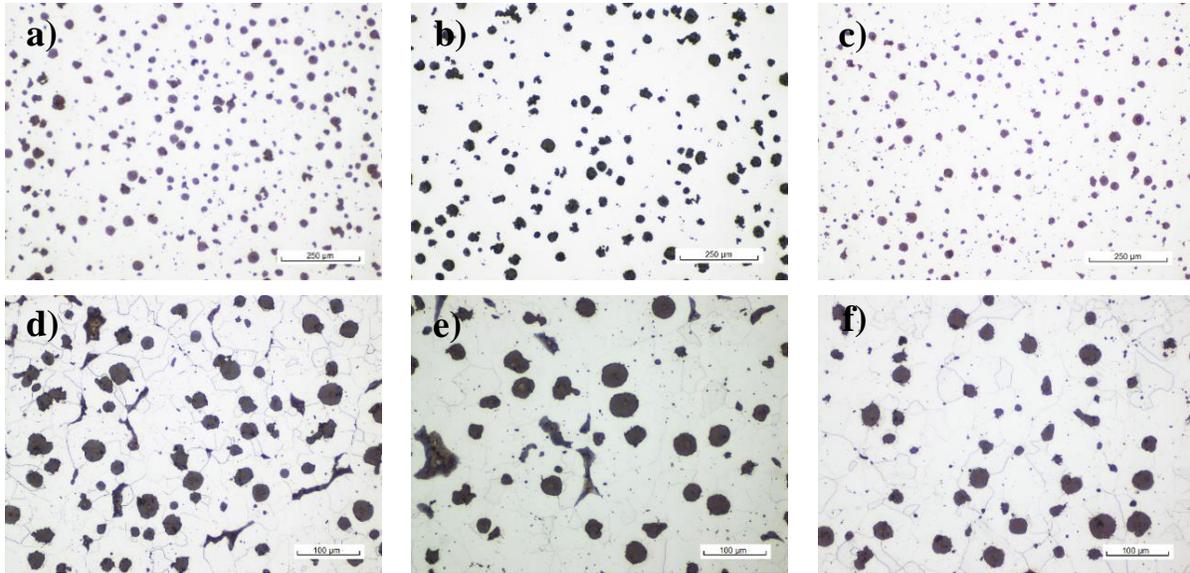


Figura 3-1. Características microestructurales aleación SA (a) 16mm sin ataque, (b) 32mm sin ataque, (c) 48mm sin ataque; (d) 16mm atacada, (e) 32mm atacada y (f) 48mm atacada.

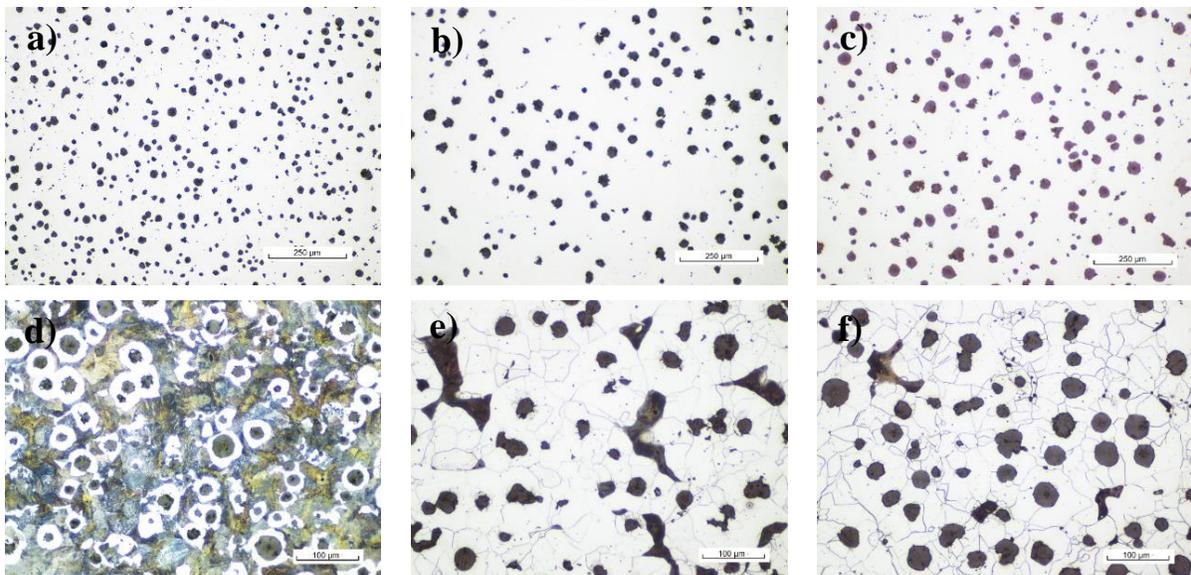


Figura 3-2. Características microestructurales aleación CuNi (a) 16mm sin ataque, (b) 32mm sin ataque, (c) 48mm sin ataque; (d) 16mm atacada, (e) 32mm atacada y (f) 48mm atacada.

### 3.1.1.6 Mapas de micro-segregación

Los resultados del estudio de la micro-segregación para ambas aleaciones (figuras 3-3,3-4) muestran la misma tendencia que la reportada por diferentes autores [3], [10],[5]. Como se puede observar la concentración de los elementos de aleación silicio, cobre y níquel es mayor en las zonas cercanas a los nódulos de grafito, esta tendencia es más marcada en el

cobre y el níquel, y disminuye al alejarse hacia las últimas zonas en solidificar, esto indica que dichos elementos presentan una segregación negativa. El manganeso, por otro lado, presenta mayor concentración en las últimas zonas en solidificar que cerca de los nódulos de grafito, lo cual indica una segregación positiva. Los perfiles de segregación se pueden ver más claramente en la figura 3-5, donde se presentan las concentraciones de los elementos Cu, Ni, Mn y Si para el espesor de 16mm, tanto para el sistema SA como para el CuNi. Se observa como la concentración del Cu y el Ni disminuye en el sistema CuNi al alejarse del nódulo de grafito hasta llegar a un mínimo; esta zona se considera la última en solidificar. Sobrepasando este mínimo la concentración aumenta, lo que indica la proximidad a otro nódulo de grafito, esto en contraste al sistema SA, donde ambas concentraciones se mantienen sin variaciones importantes a lo largo de la matriz metálica debido a la baja concentración de estos dos elementos en la aleación. En la misma figura 3-5 se observa como el Si y el Mn presentan el comportamiento esperado en ambos sistemas de aleación. Por parte del Si, el mismo que el Cu y el Ni, la concentración disminuye hacia las últimas zonas en solidificar, mientras el manganeso presenta el comportamiento inverso, una concentración menor cerca de los nódulos de grafito y mayor en las zonas intercelulares.

Las variaciones composiciones locales que se presentan en ambas aleaciones y espesores modifican tanto las temperaturas de inicio ( $T_{i\gamma}$ ) y finalización ( $T_{f\gamma}$ ) de la transformación austenítica como la cinética de transformación bainítica a lo largo de la microestructura, lo que denota zonas en la microestructura donde la transformación empieza antes que en otras. En el caso de las  $T_{i\gamma}$  y  $T_{f\gamma}$  en el sistema SA, se espera que cerca de los nódulos de grafito donde hay una alta concentración de Si dichas temperaturas sean mayores debido a que el silicio es un elemento estabilizador de la fase alfa ( $\alpha$ -ferrita), por otro lado en las zonas más alejadas de estos donde hay una alta concentración de Mn, estas temperaturas serán menores, ya que el Mn es un elemento estabilizador de la fase  $\gamma$ -austenita [73]. Esta variación de temperatura aplica para ambos espesores del sistema SA. Sin embargo, para las muestras con mayor grado de segregación, esta diferencia es más marcada dada su mayor desigualdad composicional entre un nódulo de grafito y otro. Para el sistema CuNi, donde la concentración de Ni y Cu disminuye en las zonas intercelulares, es de esperar que exista una disputa entre estos elementos y el Si para el desplazamiento de las  $T_{i\gamma}$  y  $T_{f\gamma}$ . Sin embargo,

es sabido que por cada 0,01% de Si la  $T_f$  aumenta aproximadamente en  $0,3^\circ\text{C}$  mientras que para el caso del Ni y el Cu por cada 0,01% la  $T_f$  baja aproximadamente en  $0,2^\circ\text{C}$ . Es necesario destacar que el contenido de Si en los hierros trabajados (y en general) está muy por encima del Cu y Ni por lo que las temperaturas cerca de los nódulos de grafito son mayores en comparación a las temperaturas en zonas más alejadas de los mismos. Cabe anotar adicionalmente que la mayor concentración de Mn en las últimas zonas en solidificar disminuye también las  $T_i$  y  $T_f$  en ambas aleaciones [74].

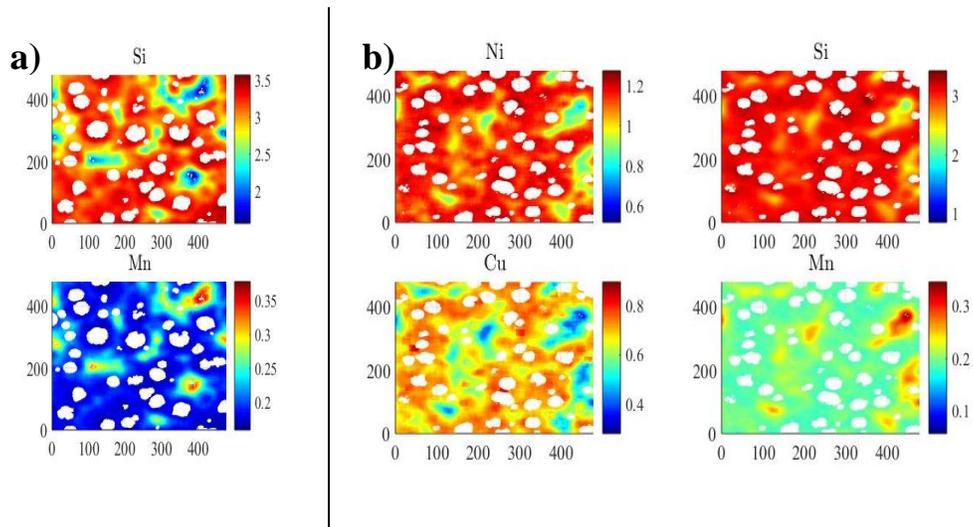


Figura 3-3. Mapas composicionales realizados por EPMA para el espesor de 16mm (a) Sistema SA y (b) Sistema CuNi. Las escalas a la derecha de los mapas indica la concentración del elemento en porcentaje en peso. Los números en los ejes de los mapas son micras.

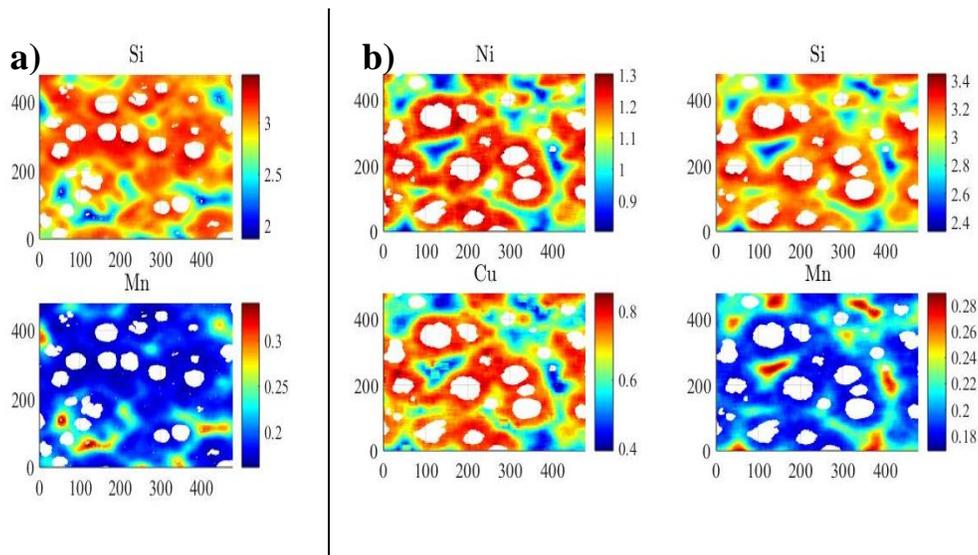


Figura 3-4. Mapas composicionales realizados por EPMA para el espesor de 48mm (a) Sistema SA y (b) Sistema CuNi. Las escalas a la derecha de los mapas indica la concentración del elemento en porcentaje en peso. Los números en los ejes de los mapas son micras.

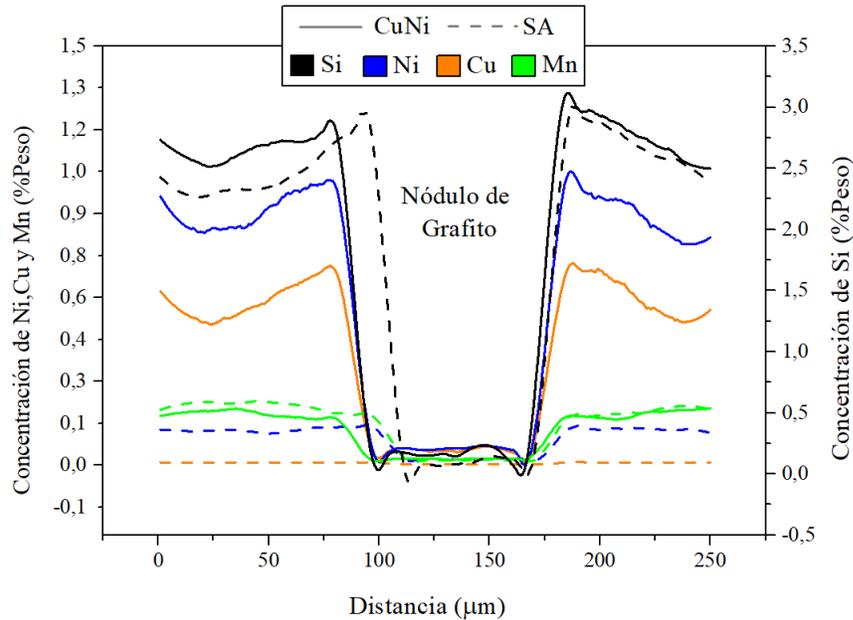


Figura 3-5. Perfil de segregación para el Cu y el Ni en el espesor de 16mm para ambos sistemas de aleación.

En la tabla 3-3 se listan los resultados de la determinación del grado de segregación ( $S$ ). Un  $S$  igual a uno indica que no hay segregación del elemento, por lo que a medida que aumenta el valor del  $S$  aumenta la segregación de dicho elemento. Este parámetro es una forma de comparar la segregación de los diferentes elementos de aleación en razón al conteo de nódulos. Los resultados en la tabla 3-3 muestran que a medida que aumenta el espesor de pieza aumenta el  $S$  para todos los elementos, lo que indica un aumento de la segregación a medida que disminuye el conteo de nódulos. Resultados similares fueron reportados por Lin et al. [10] quienes encontraron que a medida que aumenta el módulo de solidificación incrementa la micro-segregación. Además de esto, se observa que el silicio es el elemento con menores  $S$  en ambos espesores y el manganeso junto al cobre presenta los más altos, indicando que la segregación del silicio es la menos afectada por el conteo de nódulos y que la del manganeso junto al cobre la más afectada. Por otro lado, el níquel presenta valores de

S intermedios entre el silicio, el cobre y el manganeso. Sin embargo, sus grados de segregación entre ambos espesores son los que mayor diferencia presentan por lo que la distribución de este elemento en la matriz es la más marcada con la variación del conteo de nódulos.

*Tabla 3-3. Grado de micro-segregación para los tres espesores.*

Elemento	Espesor (mm)	S	
		Cu-Ni	SA
Si	16	1,31	1,34
	32	1,43	1,42
	48	1,55	1,50
Ni	16	1,50	Na
	32	1,78	Na
	48	2,06	Na
Cu	16	1,65	Na
	32	1,82	Na
	48	1,99	Na
Mn	16	1,66	1,79
	32	1,88	2,05
	48	2,10	2,31

En la figura 3-6 (a) se presentan las simulaciones de los perfiles de concentración de los elementos Ni, Cu y Mn en función de la distancia entre los nódulos de grafito. En la figura 3-10 (b) se comparan las simulaciones de la cantidad de carbono que puede aceptar la austenita en la transformación bainítica en razón de la composición química. A la izquierda se encuentra la zona 1, cerca de los nódulos de grafito, y a la derecha la zona 2, la más alejada de los nódulos de grafito. Se observa que la cantidad de carbono aceptada por la austenita en ambos espesores del sistema SA se mantiene prácticamente constante a lo largo de las zonas 1 y 2 de transformación, se aprecia un leve aumento en la muestra de 16mm dada la menor segregación del manganeso, también se observa que este comportamiento se presenta tanto a 250°C como a 300°C.

Para el sistema CuNi se observa que la cantidad de carbono aceptada por la austenita presenta un aumento a medida que se acerca a la zona 2, presentando una mayor pendiente, es decir, un cambio más drástico el espesor de 32mm, mientras que para el de 16mm el aumento es relativamente poco. Los perfiles de segregación simulados del sistema CuNi muestran que el cambio composicional es más acentuado en las piezas de 32 mm de espesor. En 32mm se presenta mayores concentraciones en la zona 1 de transformación y menores en la zona 2 en comparación al espesor de 16mm. Esto indica que en 16mm de espesor la distribución es más homogénea a lo largo de las zonas 1 y 2 de transformación. Por otro lado, el manganeso dada su segregación positiva presenta mayores contenidos en la zona 1 de transformación y menores en la zona 2 en las piezas de 16mm de espesor.

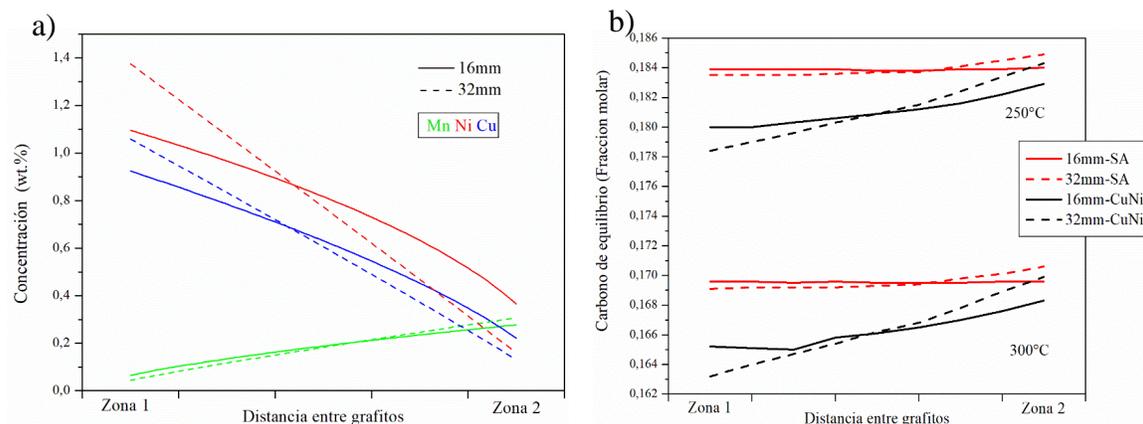


Figura 3-6. Simulación de (a) perfiles de segregación de la muestra aleada con Cu y Ni y (b) Carbono de equilibrio.

### 3.1.2 Diseño de tratamiento térmico

#### 3.1.2.7 Temperatura y tiempo de austenización

La Figura 3-7 muestra los diagramas de fase para cada sistema de aleación simulados usando FactSage®. Se observó un desplazamiento hacia la izquierda y hacia abajo de la línea  $A_3$  en la aleación CuNi, de igual forma se presenta una disminución en las temperaturas críticas, tanto la inferior como la superior, por la presencia del Cu y el Ni. En los diagramas se observa que para realizar una austenización completa es necesario calentar el material a una temperatura superior a los 850°C. En la literatura disponible sobre hierros nodulares

austemperados [75] se encuentra que austenizando cerca de los 850°C se tiene una caída de las propiedades mecánicas por la posible presencia de ferrita en la matriz; por encima de los 950°C se puede dar un crecimiento excesivo del grano austenítico y deterioro del grafito debido a la difusión del carbono de éste hacia la matriz austenítica, lo que representa también una disminución en las propiedades mecánicas, por lo que se decidió austenizar a una temperatura intermedia de 900°C. En los diagramas de equilibrio presentados en la figura 3-7 se observa que a esta temperatura se obtienen aproximadamente un porcentaje de carbono de 0,92 y 0,90 % wt en la austenita en equilibrio para los sistemas SA y CuNi respectivamente. Varios investigadores [8], [60]–[62][59] han encontrado que 2 horas de austenización es un tiempo prudente para una correcta disolución de fases en hierros nodulares aleados y una completa saturación de carbono en la austenita de alta temperatura. Para una homogenización “completa” son necesarios tiempos muy prolongados que económicamente no son viables [76]. Por consiguiente, el ciclo de austenización se definió para ambos sistemas de aleación de la siguiente forma: 1 hora de calentamiento hasta 900°C con 2 horas de sostenimiento. La velocidad de calentamiento (15°C/min) se definió de acuerdo con la capacidad de los hornos eléctricos empleados para efectuar el tratamiento térmico.

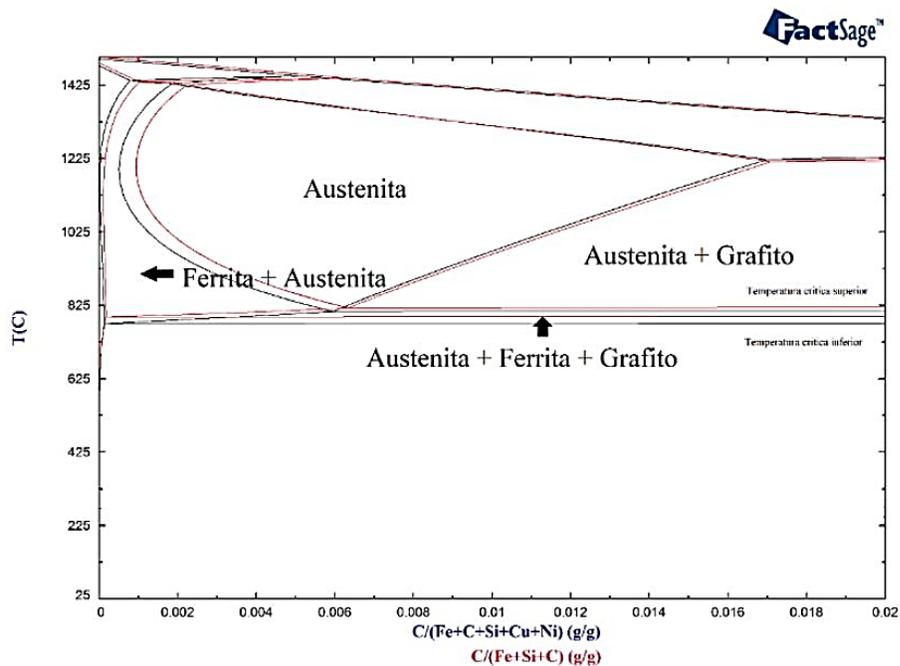


Figura 3-7. Diagrama de equilibrio hierro carbono para ambos sistemas de aleación. En rojo para el sistema SA y en negro para el sistema CuNi obtenidos con el software Facstage.

### 3.1.2.8 Temperatura y tiempo de transformación isotérmica

Los resultados obtenidos para ambos sistemas de aleación en el tratamiento de austenización y temple en el dilatómetro se presentan en la figura 3-8. Los valores de las temperaturas críticas se presentan en la Tabla 3-4. Analizando cada sistema por separado, las curvas muestran variaciones en el comportamiento lineal durante el calentamiento, estas variaciones se pueden interpretar como las temperaturas de inicio ( $T_{i\gamma}$ ) y finalización ( $T_{f\gamma}$ ) de formación de la austenita [77]. Para el sistema CuNi se observa que las temperaturas de inicio y finalización de la austenita son levemente menores comparadas con el sistema SA, esto es de esperarse ya que el Ni es un elemento estabilizador de la austenita, haciendo que estas temperaturas disminuyan y concuerda con los resultados previamente analizados de los diagramas de fase de equilibrio. Sin embargo, para ambos sistemas y ambos espesores la temperatura a la cual el material se halla completamente austenítico se encuentra aproximadamente entre los 842°C y los 862°C (figura 3-7) por lo que la temperatura para la austenización inicialmente seleccionada es adecuada para el tratamiento planteado.

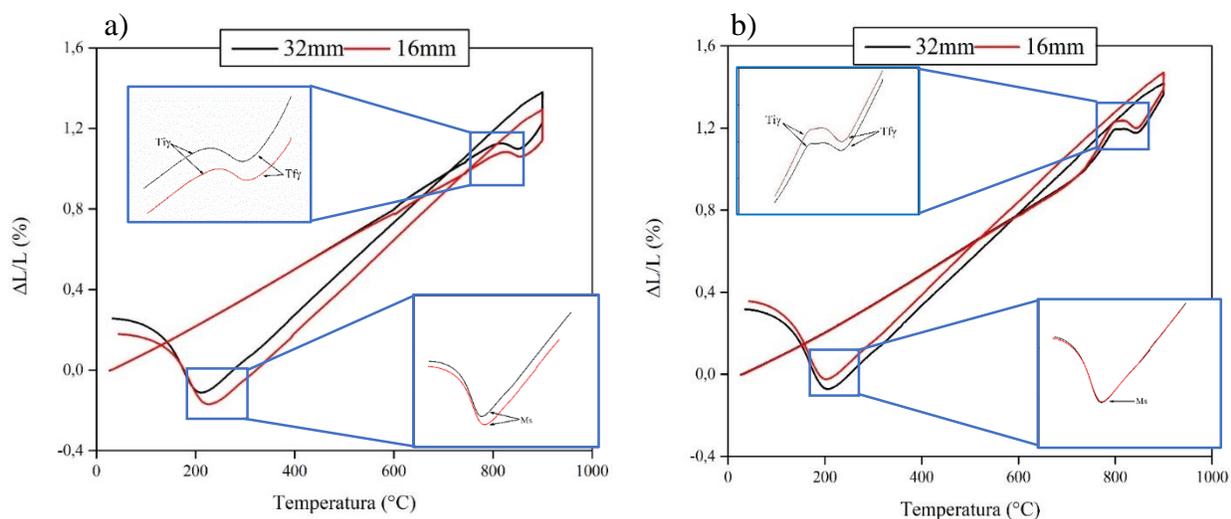


Figura 3-8. Curvas dilatométricas tratamiento de austenización y temple para sistema (a) SA, (b) CuNi.

Tabla 3-4. Temperaturas de transformación de la austenita para ambos sistemas y espesores

Sistema	Espesor (mm)	T <sub>iγ</sub> (°C)	T <sub>fγ</sub> (°C)	M <sub>s</sub> (°C)
SA	16	796	875	232
	32	792	865	230
Cu-Ni	16	785	855	219
	32	782	857	217

Se observa que el sistema CuNi presenta una temperatura menor de inicio de la martensita (M<sub>s</sub>), esto es de esperarse ya que el Ni es un elemento estabilizador de la austenita; también se observa que en ambos sistemas no se presentan variaciones en el comportamiento lineal de contracción de la probeta durante el enfriamiento antes de alcanzar M<sub>s</sub>, indicando que el temple se realizó correctamente y no hubo transformaciones intermedias. No se observaron variaciones importantes de la M<sub>s</sub> en función del conteo de nódulos, esto es debido a que el límite de saturación de carbono en la austenita de alta temperatura alcanzada a 900°C es el mismo para ambos espesores. Una vez determinadas las M<sub>s</sub>, se estableció para ambos sistemas dos temperaturas de austemperado; 250°C ya que cerca de M<sub>s</sub> se promueve el refinamiento de la microestructura y 300°C por ser una temperatura más convencional para el austemperado de hierros nodulares.

### 3.1.2.9 Análisis dilatométrico para tratamientos térmicos de austemperado

La figura 3-9 muestra el porcentaje de cambio relativo en longitud ( $\Delta L/L$ ) como función del tiempo para las aleaciones analizadas a las temperaturas de transformación isotérmica seleccionadas. Las curvas dilatométricas presentan el comportamiento sigmoidal esperado separado en 3 zonas; una primera zona correspondiente al periodo de incubación donde la transformación no ha comenzado o aún no es detectable. La segunda zona muestra un incremento rápido de ( $\Delta L/L$ ), lo cual indica la descomposición de la austenita madre en ferrita bainítica y el enriquecimiento de carbono de la austenita. En la tercera y última zona el cambio de longitud se estabiliza al punto de ser constante o casi constante, indicando que la tasa de transformación se hace cero, es decir, que la transformación se ha detenido. En la primera zona se puede observar que los tiempos de incubación para ambos sistemas de

aleación en ambos espesores se encuentra entre 70 y 80 segundos, lo cual no representa una diferencia significativa. En la segunda y tercera zona se observa el mismo comportamiento reportado por otros autores [60], [78]–[80]; la tasa de transformación en ambos sistemas y espesores es menor a 250°C que a 300°C, por consiguiente, los tiempos para que ésta finalice son mayores. Comparando ambos sistemas de aleación a las mismas condiciones de austemperado se puede observar que su comportamiento es similar. En ambas temperaturas el cambio relativo de longitud es mucho más lento en el sistema CuNi, de igual forma, a 250°C se observa un aumento en la expansión relativa de todos los sistemas, lo cual indica una mayor formación de ferrita bainítica a esta temperatura de transformación.

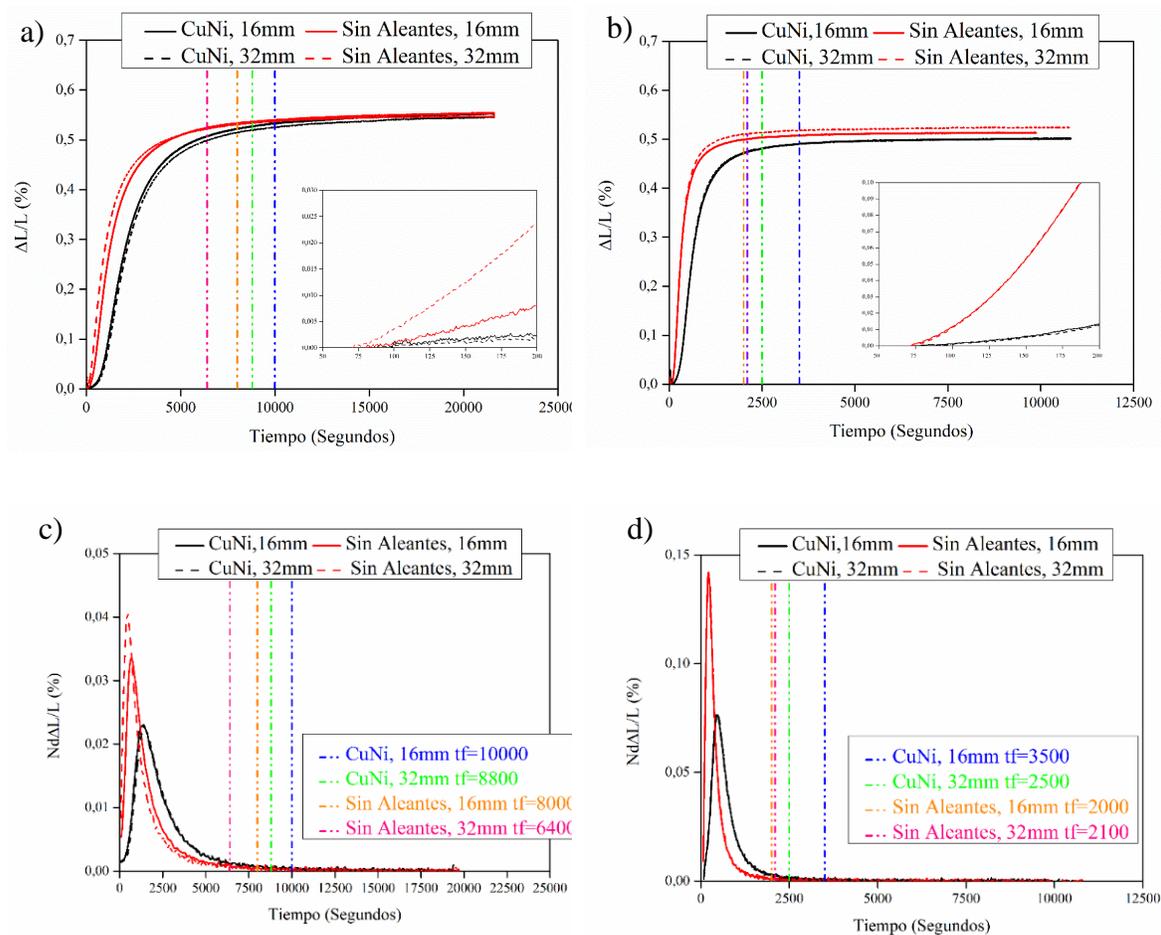


Figura 3-9. Curvas dilatométricas para ambos sistemas de aleación a temperaturas de transformación isotérmica de cambio relativo de longitud (a) 250°C, (b) 300°C y primera derivada de cambio relativo de longitud (c) 250°C, (d) 300°C.

Los tiempos similares de nucleación en ambas aleaciones se deben a que la bainita nuclea en el límite de grano de la austenita y se espera que este sea similar en todos los casos, dado que las condiciones de austenización fueron siempre las mismas. Adicionalmente, como se presentó en resultados anteriores la cantidad de carbono que contiene la austenita de alta temperatura es similar en ambos sistemas de aleación. Sin embargo, otros autores han encontrado que a mayor temperatura de austemperado se presenta una disminución en los tiempos de incubación dada las altas tasas de difusión de carbono [15], también han observado que en el caso de los hierros durante la transformación bainítica puede haber formación de ferrita acicular, esta crece bajo los mismos mecanismos que la ferrita bainítica, sin embargo nuclea en las inclusiones no metálicas [78], [81]. El aumento en  $(\Delta L/L)$  a las temperaturas de 250°C es atribuido a que el volumen específico de la ferrita bainítica es mayor que el de la austenita y que a bajas temperaturas de transformación la fracción volumétrica de esta fase aumenta. La explicación de esto se puede discutir usando el diagrama de energía libre de austenita y ferrita presentando en la figura 3-10, La línea  $T_0$  representa esquemáticamente los puntos donde la energía libre de la austenita y la ferrita son iguales, las líneas  $Ae_1$  y  $Ae_3$  son las composiciones de equilibrio de la austenita y la ferrita respectivamente. La transformación de austenita a ferrita ocurre siempre y cuando la energía libre de la austenita sea mayor que la de la ferrita, esta condición se presenta cuando la concentración de carbono en la austenita es menor a  $T_0$  (recta que representa el límite de saturación de carbono en la austenita); cuando se disminuye la temperatura de transformación aumenta la fuerza impulsora de la transformación de la austenita y aumenta la concentración de carbono  $T_0$  que puede aceptar la austenita, es decir, se puede formar más ferrita bainítica ya que solo la austenita con concentraciones de carbono menores a  $XT_0$  puede transformarse [30], [77], [82], [83].

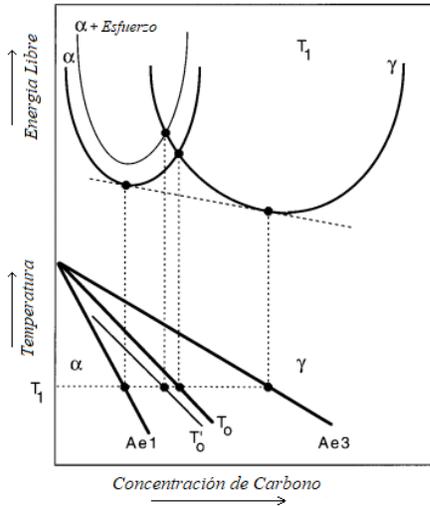


Figura 3-10. Ilustración esquemática de energía libre de transformación de austenita ferrita (adaptado de [70]).

Los tiempos a los cuales la transformación se detiene para ambos sistemas a ambas temperaturas se presentan en la tabla 3-5; estos tiempos se determinaron a partir del criterio que define la finalización de la reacción cuando la velocidad de transformación se hace cero (ver figura 3-9). Como se mencionó anteriormente los tiempos de transformación para el sistema CuNi son mayores a ambas temperaturas en ambos espesores, a 250°C esta diferencia es de 19% y 27% para los espesores de 16 mm y 32 mm respectivamente. A 300°C esta diferencia aumenta a un 43% para el espesor de 16 mm pero disminuye a 16% en el espesor de 32 mm. En definitiva, a bajas temperaturas de transformación isotérmica el efecto retardante del Cu y el Ni en la transformación bainítica es menor a niveles bajos de segregación. Por otro lado, cuando se aumenta la temperatura de transformación este comportamiento se revierte, es decir, el efecto retardante del Cu y el Ni en la transformación bainítica es mayor a niveles bajos de segregación.

Tabla 3-5. Tiempos de transformación isotérmica.

Temperaturas de transformación isotérmica			
Aleación	Espesor	250°C	300°C
SA	16mm	2 horas 14 minutos	33 minutos
	32mm	1 hora 47 minutos	35 minutos
Cu-Ni	16mm	2 horas 47 minutos	58 minutos
	32mm	2 horas 27 minutos	42 minutos

### 3.1.3 Caracterización microestructural

Las micrografías de las muestras tratadas isotérmicamente con los tiempos obtenidos de los ensayos dilatométricos presentan microestructuras que consisten en nódulos de grafito (G) embebidos en una matriz ausferrítica que contiene: ferrita bainítica ( $\alpha_b$ ), austenita de alto carbono ( $\gamma_c$ ) y austenita en bloques ( $\gamma_b$ ). No se observa la presencia de martensita (figura 3-11) o carburos.

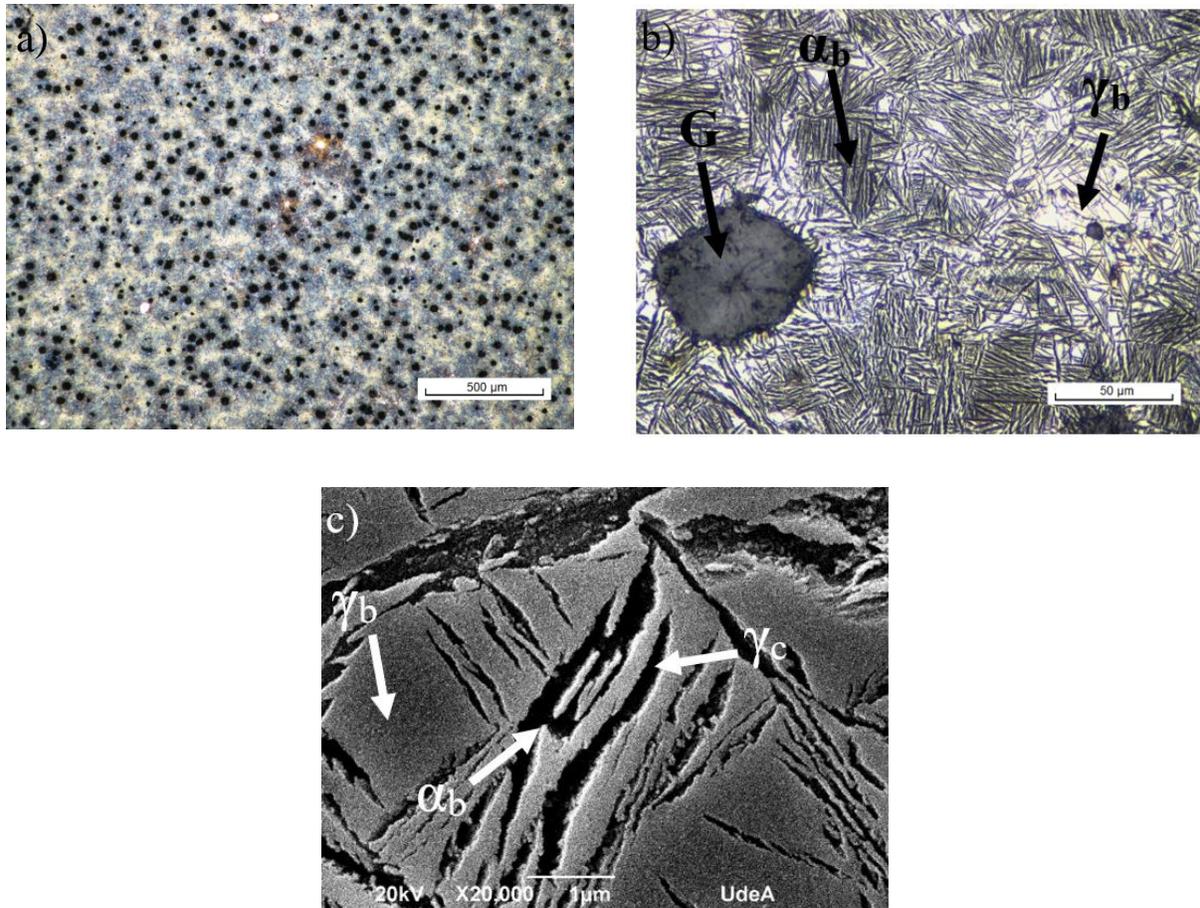
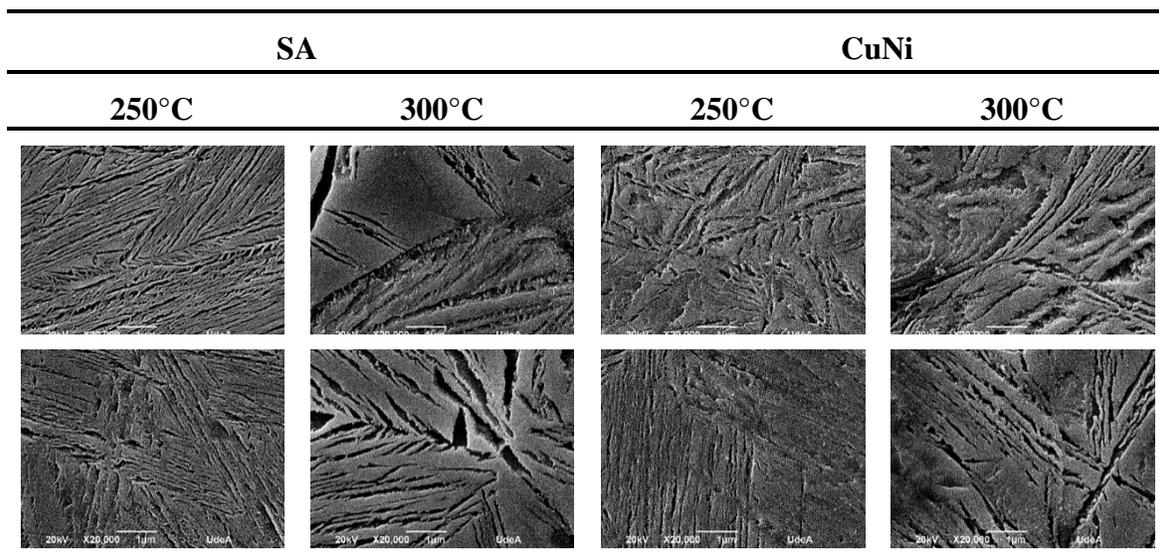


Figura 3-11. Micrografías representativas de las muestras tratadas isotérmicamente, aleación CuNi a 300°C por 58 minutos. (a) y (b) ópticas, (c) SEM.

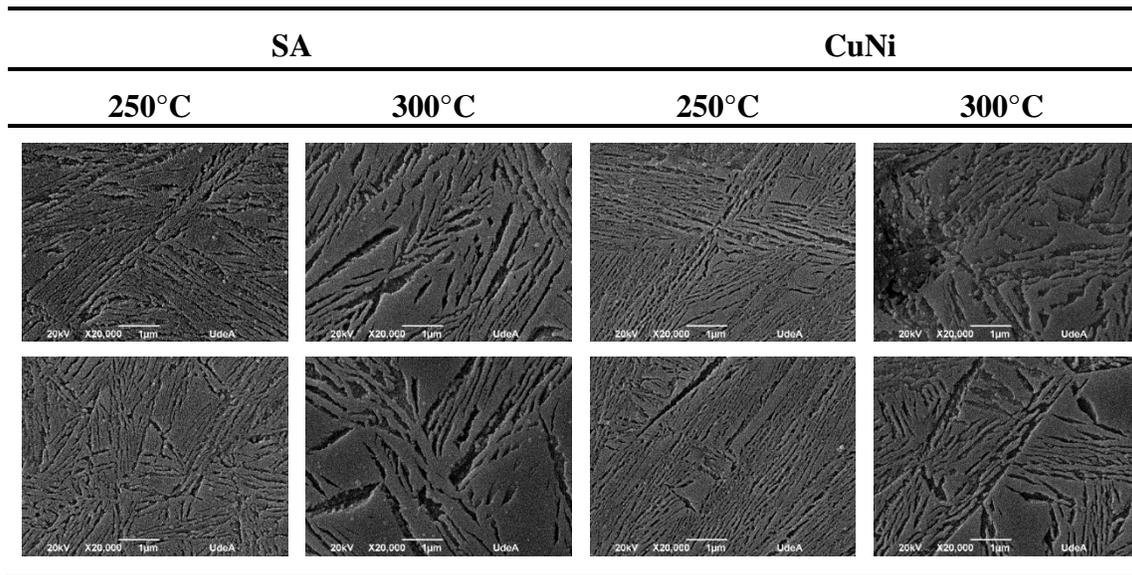
La micro-segregación genera un efecto de diferencias locales en la cinética de transformación [8] y esto puede conducir diferencias microestructurales a través de la matriz. En el sistema SA, cerca de los nódulos de grafito donde se tiene una alta presencia de silicio la respuesta al austemperado es rápida. Sin embargo, elementos de aleación como el

manganeso, segregan fuertemente en las regiones intercelulares promoviendo el aumento de la resistencia mecánica de la austenita. Por otro lado, la concentración de elementos como Cu y Ni disminuye a medida que aumenta la distancia desde el nódulo de grafito. Dado lo anterior se espera que la facilidad con la que bainita ferrítica crece sea mayor cerca de las últimas zonas en solidificar y en los límites de grano austeníticos.

Las imágenes SEM donde se realizaron las mediciones de los espesores de la ferrita bainítica se presentan en las figuras 3-12 y 3-13; las primeras y últimas zonas en solidificar están denominadas como zona 1 y 2 respectivamente. Los resultados de la determinación de los espesores para cada tratamiento se presentan en la figura 3-14. En las imágenes SEM se revela la variación del tamaño de los componentes microestructurales (ferrita bainítica y austenita) en razón de la temperatura de transformación isotérmica. Cabe resaltar que no se observa la presencia de carburos, tal y como lo indican los espectros de difracción de rayos X. Es bien sabido que la fuerza impulsora y la densidad de dislocaciones que puede acomodar la austenita durante la formación de la ferrita bainítica son los principales factores que gobiernan la transformación bainítica [27]. En este caso estos factores entran en competencia por efecto de la temperatura y de los elementos de aleación presentes.



*Figura 3-12. Micrografías SEM para microestructuras obtenidas tras transformación isotérmica en el espesor de 16mm, las imágenes de la fila 1 y 2 corresponde a la zona 1 y 2 de solidificación respectivamente.*



*Figura 3-13. Micrografías SEM para microestructuras obtenidas tras transformación isotérmica en el espesor de 32mm, las imágenes de la fila 1 y 2 corresponde a la zona 1 y 2 de solidificación respectivamente.*

En el sistema SA para ambas temperaturas de austemperado y espesores de sección en la escalerilla se presenta el mismo comportamiento, ferrita bainítica más gruesa en la zona 1 que en la zona 2. En la zona 1 de transformación se tiene una concentración mayor de Si, el cual disminuye la solubilidad del carbono en la austenita. Esto provee una austenita madre de menor resistencia mecánica y por ende posibilita el engrosamiento de los haces de ferrita bainítica. Por otro lado, el manganeso y el carbono segregan positivamente aumentando el endurecimiento por solución sólida de la austenita madre en la zona 2 de transformación aumentando su resistencia mecánica. En consecuencia, se presenta una restricción en el crecimiento de la ferrita bainítica en las últimas zonas en solidificar y una microestructura más fina luego del austemperado. A 300°C la tendencia es la misma anteriormente descrita con la diferencia de que los espesores de ferrita bainítica en ambas zonas de transformación son mayores debido al efecto de la disminución general de la resistencia mecánica de la austenita madre (dada la mayor temperatura de transformación) lo que aumenta su capacidad de acomodar dislocaciones durante la transformación.

*H Lopez et al.*[84] han reportado que en los ADI, el Cu y el Ni en conjunto presentan efectos retardantes en las tasas de la transformación bainítica la disminución de la solubilidad del mismo debido a la presencia de Cu y Ni y el endurecimiento por solución sólida de la austenita madre por parte de estos elementos de aleación. En el sistema CuNi para el espesor de pieza de 32mm en ambas temperaturas de transformación isotérmica se obtuvieron espesores de ferrita bainítica similares en ambas zonas analizadas. En la zona 1, el efecto del Cu y el Ni prima sobre los fenómenos de transformación dadas las altas concentraciones de estos, por otro lado, en la zona 2 de transformación, la baja concentración de estos elementos no presenta un efecto significativo sobre el tamaño de la ferrita bainítica. Sin embargo, como se explicó anteriormente, en estas zonas la presencia de carbono y manganeso son considerables, y presentan el mismo efecto de endurecimiento de la austenita madre y por tanto la restricción del crecimiento de la ferrita bainítica. Para el espesor de piezas de 16mm en el sistema CuNi, se observa que la distribución de espesor de ferrita bainítica es el mismo que el observado de forma general en el sistema SA (mayores espesores en la zona 1 y menores en la zona 2). Lo anterior posiblemente se deba a que el cambio composicional del Cu y el Ni a lo largo de las zonas 1 y 2 de transformación es menos drástico (figura 3-10), es decir su concentración es más constante a lo largo de la microestructura. Esto apunta a que el espesor de las fases se encuentra sujeto principalmente a los efectos de los elementos con mayores grados de micro-segregación (manganeso y carbono).

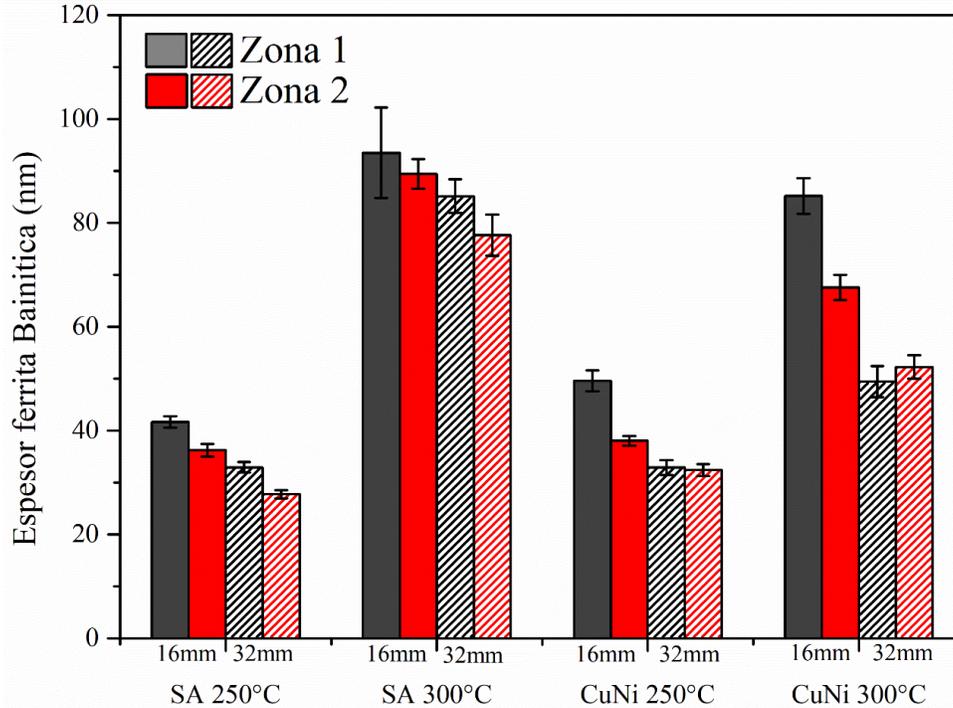


Figura 3-14. Espesores de ferrita bainítica de las microestructuras obtenidas tras transformación isotérmica.

Los resultados obtenidos a partir de los difractogramas de las muestras analizadas se presentan en la tabla 3-6; en esta se presentan las fracciones volumétricas de austenita, ferrita bainítica y el porcentaje en peso de carbono en la austenita. Los volúmenes de austenita de alto carbono y ferrita bainítica en la microestructura ausferrítica dependen en gran parte de la cantidad de carbono que contenga la austenita de alta temperatura y la temperatura a la cual se realiza la transformación isotérmica. En los difractogramas obtenidos (figura 3-15) se observan los picos característicos tanto de la ferrita bainítica  $\{(110), (200) \text{ y } (211)\}$  como los de la austenita  $\{(111), (200) \text{ y } (220)\}$ , se logra apreciar que el pico  $\gamma(111)$  se encuentra bien definido y presenta una intensidad considerable en comparación al de  $\alpha(110)$ , esto da a entender que la cantidad de austenita en las microestructuras obtenidas es relativamente altas. Basados en el anterior comentario es de esperar que las muestras de 32mm de espesor presenten mayores volúmenes de ferrita bainítica ya que, en este caso mayor relación de intensidad entre los picos principales de las dos fases mayoritariamente presentes. También se destaca que los tiempos de transformación aparentemente no fueron excesivos ya que no se observan picos característicos de carburos de hierro formados en la segunda etapa de la

transformación bainítica. Sin embargo, es necesario recalcar que para que se observen estos picos por DRX es necesaria una fracción volumétrica considerable y en la mayoría de los casos emplear técnicas de caracterización de mayor resolución para afirmar completamente la ausencia de carburos en la microestructura. En la tabla 3-5 se observa como en ambos espesores y aleaciones se obtuvo una mayor cantidad de ferrita bainítica a la temperatura de transformación de 250°C, lo cual es acorde a lo esperado dados los resultados de los ensayos dilatométricos. A pesar de que por la teoría de transformación bainítica se espera un mayor enriquecimiento de la austenita en los ensayos realizados a 250°C, este no es el caso debido a que las dislocaciones generadas por la transformación funcionan como trampas para el carbono que difunde de la ferrita bainítica a la austenita residual y es de esperar que a 250°C la densidad de dislocaciones sea mayor que a 300°C puesto que la tasa de relajación de las dislocaciones es más lenta a 250°C [85]. Se observa que en las piezas de 16mm en ambas aleaciones y temperaturas de transformación isotérmica las fracciones volumétricas de ferrita bainítica son menores. En la figura 3-14 se contempla que la tendencia es de mayores espesores de ferrita bainítica en las piezas de 16mm, por lo que esta condición debe estar asociada a una menor densidad de dislocaciones en la austenita de alto carbono y por lo tanto un menor atrapamiento del carbono. Las muestras aleadas con Cu-Ni presentan un contenido mayor de austenita por el efecto estabilizador del Ni. Comparando entre espesores, la cantidad de austenita de alto carbono al igual que su contenido de carbono es significativamente mayor en las muestras de 16mm. Como se ha visto reflejado en los resultados anteriores, las muestras de 32mm presentan mayor fracción de ferrita bainítica.

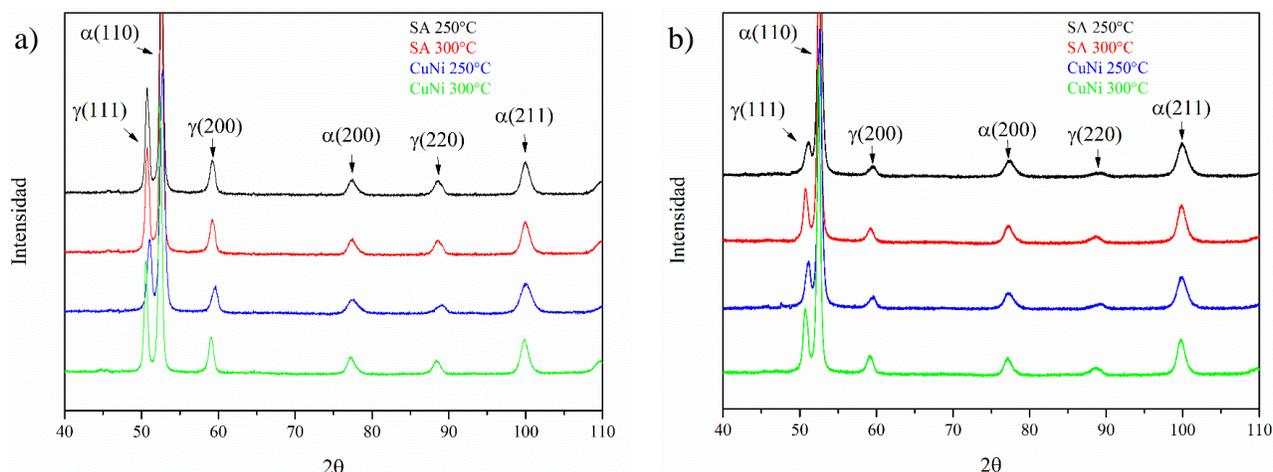


Figura 3-15. Difractogramas de muestras tratadas isotérmicamente, (a) 16mm y (b) 32mm.

Tabla 3-6. Resultados de refinamiento de los difractogramas (DRX) mediante Rietveld

		16mm			32mm		
		Austenita(%V)	C $\gamma$ (%p/p)	Ferrita(%V)	Austenita(%V)	C $\gamma$ (%p/p)	Ferrita(%V)
SA	250°C	27,53	1,36	65,87	16,59	1,23	78,15
	300°C	41,12	1,61	52,28	23,02	1,60	71,72
Cu-	250°C	32,17	1,40	60,81	18,13	1,17	75,24
Ni	300°C	39,07	1,72	53,91	30,41	1,50	62,96

### 3.2. Sección 2: Caracterización del desempeño mecánico

#### 3.2.1 Caracterización mecánica

En la tabla 3-7 se presentan las propiedades mecánicas evaluadas en los hierros tratados isotérmicamente. En la figura 3-16 se presenta en comparativa la resistencia última a la tensión (UTS) vs ductilidad de los tratamientos térmicos realizados y los presentados bajo la norma ASTM A897M. Se observa que, en ambos sistemas de aleación, a ambas temperaturas de austemperado se obtienen menores valores de dureza en las piezas de 16mm comparadas con las de 32mm, esto es de esperar ya que como se presentó en la tabla 4, estas presentan menores fracciones volumétricas de ferrita bainítica. Comparando con la norma ASTM A897 las propiedades mecánicas evaluadas a las muestras de 32mm se aprecia que la

resistencia última a la tensión y el esfuerzo de fluencia ajustan para los Grados 4 y 3 para las temperaturas de 250°C y 300°C respectivamente en ambos sistemas de aleación. Por otro lado, los porcentajes de elongación para el sistema CuNi son considerablemente superiores a los presentados por la norma para ambos sistemas de aleación (2% para el grado 4 y 4% para el grado 3). Los resultados de energía de impacto mostraron que el espesor de 16mm para el sistema SA ajusta a los grados 3 y 1 para las temperaturas de transformación isotérmica de 250°C y 300°C. El sistema CuNi ajusta a los grados 1 y 2 para las temperaturas de transformación de 250° y 300°C. Para el espesor de 32mm, sistema SA, sus valores se ajustan a los grados 4 y 3 para las temperaturas de transformación de 250°C y 300°C y para el sistema CuNi. grados 1 y 2.

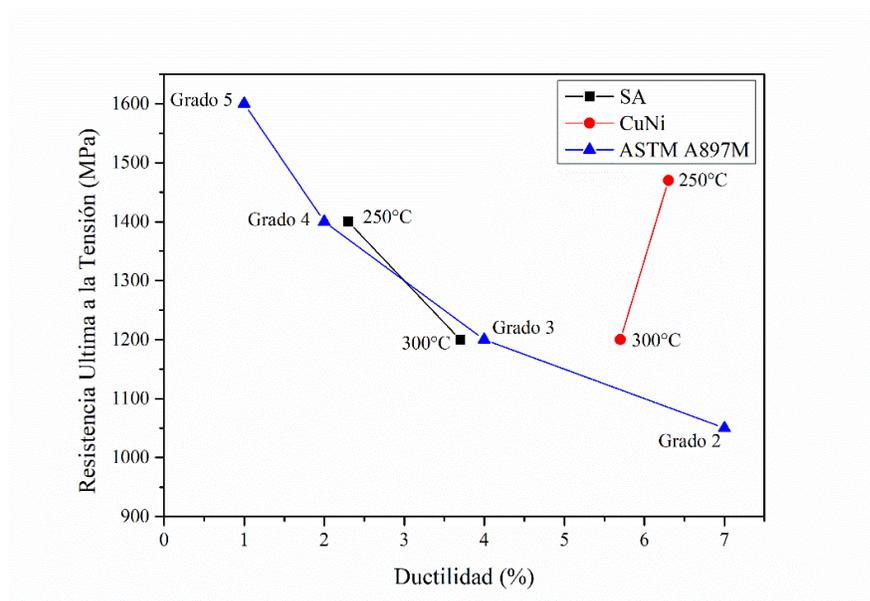


Figura 3-16. Comparativa resistencia última a la tensión vs Ductilidad aleaciones tratadas y norma ASTM A897M.

Es notorio que existe una variación del desempeño mecánico entre sistemas, éste, se puede discriminar para cada una de las propiedades medidas y los factores microestructurales que presentan mayor impacto en cada una de estas. En el caso de la dureza donde se considera la fracción volumétrica de la ferrita bainítica junto al espesor de la misma como los factores más influyentes, se observa (figura 3-14, tabla 3-6 y tabla 3-7) de forma general que las mayores durezas en ambos espesores se obtienen en la menor temperatura de transformación

isotérmica donde la ferrita bainítica presenta una mayor fracción volumétrica y menores espesores. Lo anterior es solo comparando entre el mismo sistema y espesor en diferentes temperaturas de transformación. Cuando comparamos entre sistemas bajo el mismo espesor, se observa que a 250°C el sistema SA a pesar de tener menores espesores y mayores fracciones volumétricas de ferrita bainítica presenta una menor dureza que el sistema CuNi, esto posiblemente se deba a una influencia adicional de la austenita de alto carbono y la dureza que esta adiciona al sistema dado su mayor contenido de carbono y al endurecimiento por solución sólida generada por el Cu y el Ni. En el espesor de 32mm, al presentar una microestructura más homogénea (tal y como se concluyó anteriormente) la dureza del material es dominada por la fracción volumétrica de ferrita bainítica.

Entrando en las propiedades medidas en los ensayos de tracción, la resistencia última a la tensión (UTS) y el esfuerzo de fluencia (YS) se ven influenciadas por los mismos factores que la dureza. Por otro lado, en la ductilidad, tiene más peso la cantidad de austenita retenida y el porcentaje de carbono que esta contenga. En este caso, se observa en las piezas de 32mm que para las propiedades UTS y YS la diferencia entre sistemas no es significativa. Sin embargo, era de esperarse que a la menor temperatura de transformación ambas propiedades aumentarían debido a las mayores fracciones de ferrita bainítica y menores espesores de esta. Por otro lado, lo interesante se observa en el porcentaje de deformación la cual es mayor en el sistema CuNi en comparación al sistema SA a ambas temperaturas de transformación. En la literatura disponible se reporta que mayores fracciones volumétricas de austenita de alto carbono permiten obtener mayores porcentajes de elongación [9], [54]; los mayores porcentajes de elongación en el sistema CuNi pueden deberse a los contenidos superiores de austenita de alto carbono que presenta este sistema de aleación respecto al sistema SA. Sin embargo, cuando se compara entre temperaturas de transformación de cada sistema, se observa que la diferencia de dicho porcentaje de elongación es menor en el sistema CuNi, es decir, no hay un cambio en la elongación a pesar de la evidente diferencia de austenita de alto carbono. Una posible explicación a esto sería el endurecimiento por solución sólida de la austenita dada la presencia de los elementos de aleación CuNi. Es bien sabido que la presencia de CuNi restringe la difusión del carbono de la ferrita bainítica hacia la austenita circundante [84] por lo que a menores temperaturas de transformación la difusión se ve aún

más obstruida. A 250°C la cantidad de austenita presente es considerablemente menor, pero simultáneamente es más “blanda” por lo que su capacidad para acumular dislocaciones por la transformación bainítica es mayor. Por otro lado, a 300°C la fracción volumétrica de austenita de alto carbono es mayor, pero esta se encuentra más restringida a deformarse plásticamente, por lo que, debido a la ocurrencia preferencial de estos dos fenómenos dependientes de la temperatura, al final se tendría un equilibrio en la acumulación de dislocaciones por parte de cada una de las austenitas presentes cada condición.

Por último, la tenacidad al impacto se ve incrementadas a medida que el material presenta mayores cantidades de austenita de alto carbono. En este caso, se observa que lo anterior se cumple, donde un factor determinante es la velocidad a la cual ocurre el ensayo, donde, prima el tamaño, fracción volumétrica y morfología las fases presentes en la microestructura. Mayores espesores en las fases presentan mayor energía de impacto; tal y como se observa en la tabla 3-6 para las muestras de espesores de 32mm los tratamientos térmicos realizados a 300°C presentan mayores valores de energía de impacto que a 250°C en ambos sistemas de aleación. Desde otro punto de vista en las muestras aleadas con CuNi las energías de impacto son mayores a las del sistema SA debido a que dichos elementos promueven la formación de austenita de alto carbono en morfología de bloques. Sin embargo, al observar las energías de impacto para las muestras de espesor de 16mm no se presenta una diferencia significativa comparando entre las mismas temperaturas de transformación y entre sistemas de aleación, esto posiblemente se deba a que menores grados de segregación (mayor conteo de nódulos) disminuye la formación de micro-cavidades durante la solidificación de hierro fundido, las cuales promueven la propagación de grietas a menores niveles de energía[51].

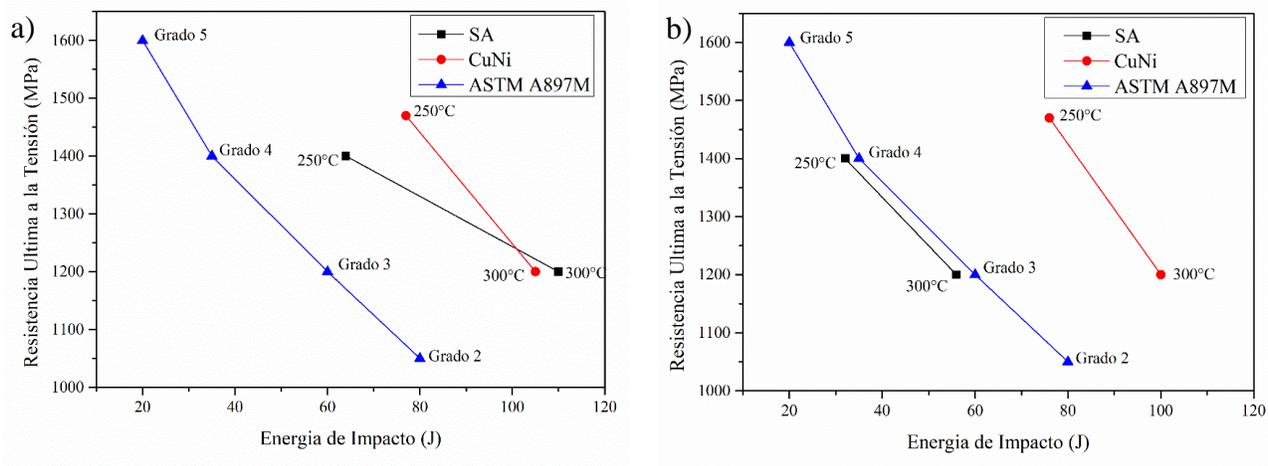


Figura 3-17. Resistencia última a la Tensión Vs Energía de Impacto, (a)16mm y (b) 32mm.

Tabla 3-7. Propiedades mecánicas evaluadas a los hierros nodulares austemperados.

	16mm			32mm				
		Dureza(HRC)	Impacto(J)	Dureza(HRC)	UTS(MPa)	YS(MPa)	Elongación(%)	Impacto(J)
<b>SA</b>	<b>250°</b>	42,6±0,5	64±6	50,4±0,5	1406±5	1203±2	2,3±0,1	32±4
	<b>300°</b>	39,4±0,2	110±4	46,6±0,5	1207±7	869±82	3,7±0,2	56±2
<b>Cu</b>	<b>250°</b>	48,7±0,3	77±2	40,8±0,7	1469±1	1103±4	6,3±0,8	76±7
<b>Ni</b>	<b>300°</b>	45,4±0,8	105±11	34,6±0,2	1205±4	768±0,7	5,7±0,2	100±8

### 3.2.2 Fractografía

Las superficies de fractura de los ensayos Charpy de las muestras SA y CuNi se observan en las figuras 3-18 y 3-19 respectivamente. De forma general se observan cavidades de nódulos de grafito y las cavidades que aún conservan sus grafitos se encuentran deformadas y con sus grafitos separados de la matriz. En las figuras 3-18 y 3-19, se observan principalmente superficies de ruptura de hoyuelos combinada con zonas de cuasi clivaje, exceptuando la muestra SA de 16mm austemperada a 250°C (Figura 3-18b) la cual presenta un comportamiento mayormente frágil; en comparativa se observó que las muestras austemperadas a 250°C en ambos espesores del sistema CuNi presentan un comportamiento

similar, mientras que para el sistema SA es notorio el cambio del modo de fallo de dúctil a frágil. La presencia de este último modo de falla en el sistema SA se debe posiblemente a un menor tamaño de las fases presentes y al mayor contenido de ferrita bainítica, cuando la microestructura presenta bajos espesores de fases las grietas tienden a propagarse a través de la matriz metálica a lo largo de la interface ferrita-austenita [86], lo cual concuerda con los resultados presentados en tabla 3-7 donde la elongación y la energía de impacto muestran los valores más bajos de todas las condiciones evaluadas y la dureza los valores más alto.

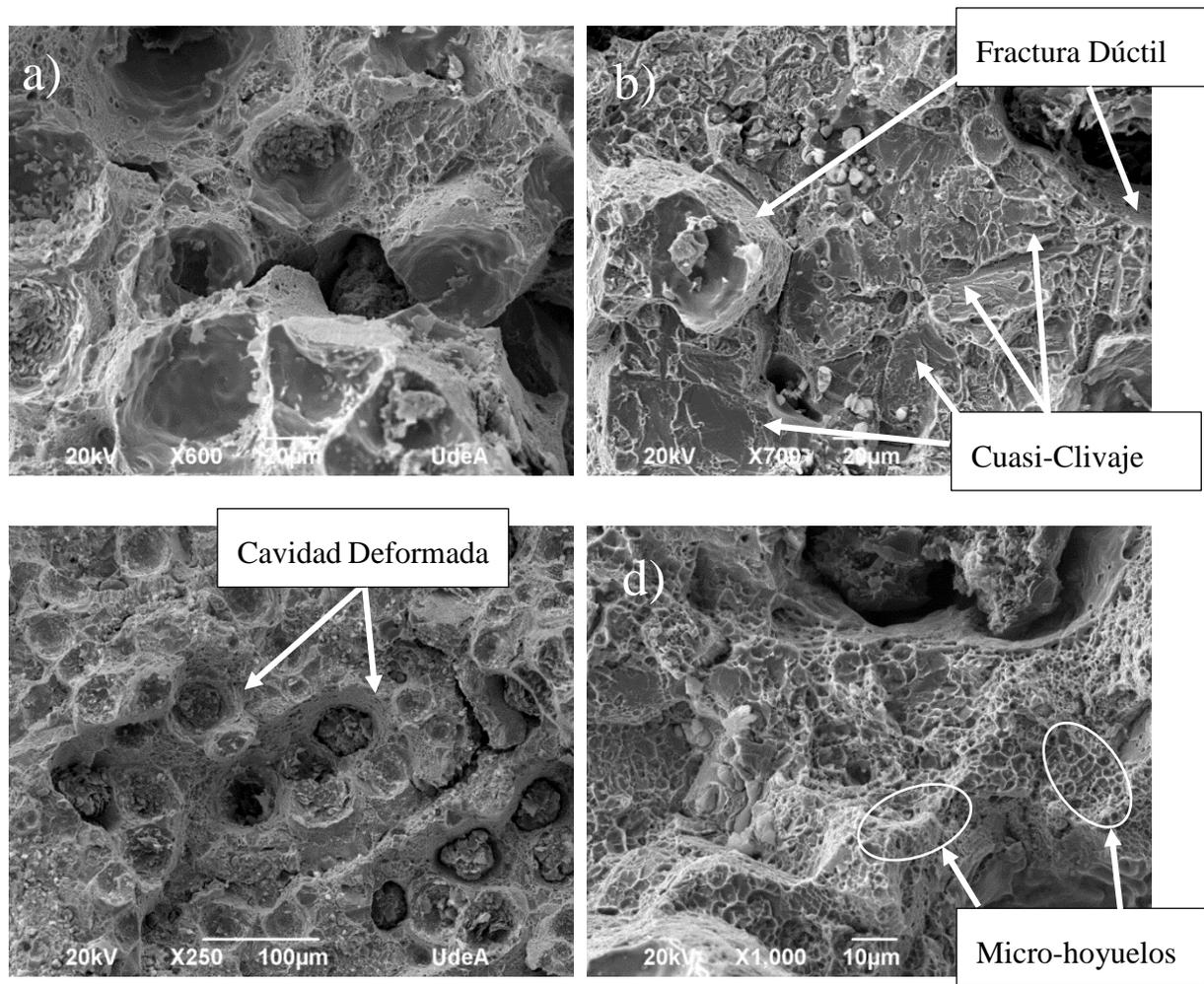
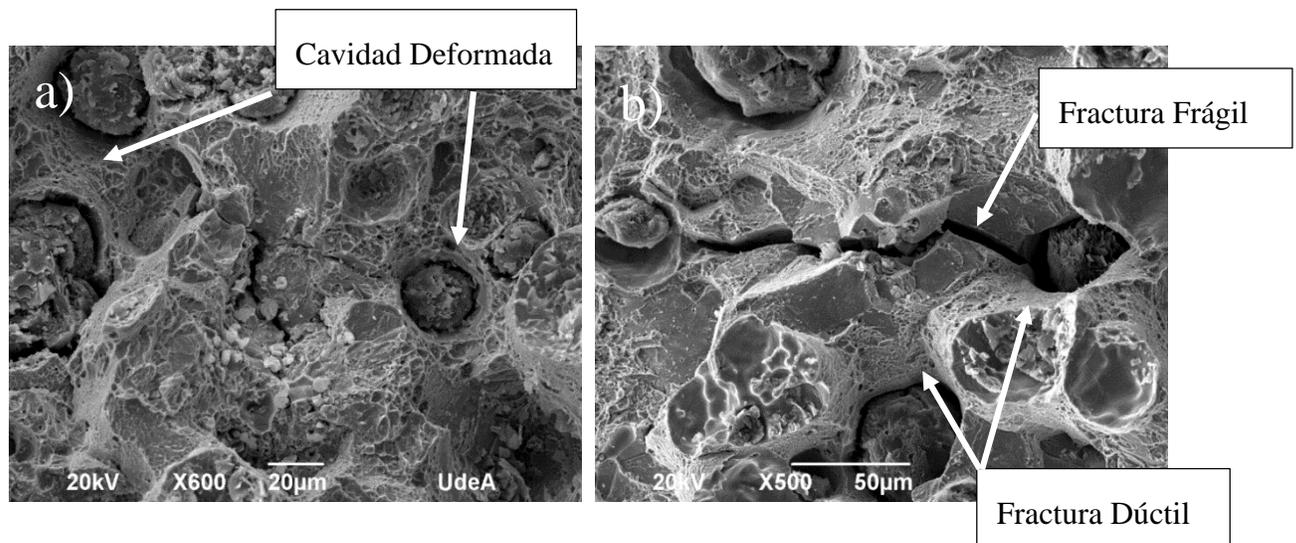
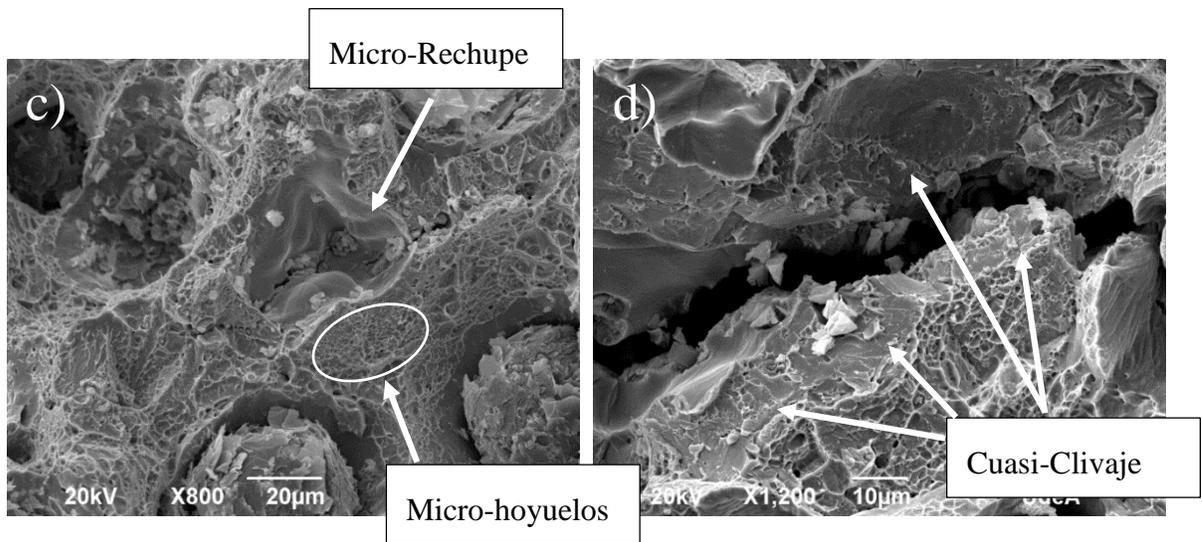


Figura 3-18. Superficies de fractura sistema de aleación SA (a) 16mm-250°C, (b) 32mm-250°C, (c) 16mm-300°C y (d) 32mm-300°C.

Las zonas de cuasi clivaje observadas el sistema CuNi se generan cuando el mecanismo de falla de micro-hoyuelos cambia a uno de clivaje al momento de la grieta cruzar por los micro-rechupes formados en las últimas zonas en solidificar o al encontrarse con una inclusión no metálica. En la figura 3-19b y figura 3-19d se observa un cambio del modo de fractura de dúctil a uno frágil en las zonas más alejadas de los nódulos de grafito (zonas intercelulares), esta fractura es una combinación de intergranular y del tipo clivaje. La fractura por clivaje son fracturas transgranulares de baja energía que se derivan de la separación de planos atómicos de bajo índice. Como la fractura por clivaje siempre ocurre a través de planos cristalográficos bien definidos dentro de cada grano, esta cambia de dirección cuando cruza de un límite de grano a otro [87]. Este tipo de fracturas ocurren comúnmente en microestructuras de baja plasticidad o alta resistencia y tienden a comenzar en los límites de grano[88], [89].





*Figura 3-19. Superficies de fractura sistema de aleación CuNi (a) 16mm-250°C, (b) 32mm-250°C, (c) 16mm-300°C y (d) 32mm-300°C.*

#### **4. CAPÍTULO 4: DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES GENERALES**

Los análisis y resultados que componen esta tesis de maestría se dividen en dos secciones, una primera sección en la cual se discute el efecto de la micro-segregación y los elementos de aleación sobre la transformación bainítica y una segunda sección donde se discutió cómo dichos efectos afectan el desempeño mecánico de la aleación. Este cuarto capítulo pretende simplificar de una forma concisa, todos los resultados significativos presentados en los capítulos anteriores y concluir la elaboración de este trabajo.

En el mundo de los ADI, está a disposición una amplia gama de aplicaciones en las cuales el material necesita brindar, diciéndolo de una forma sencilla, una alta resistencia mecánica sin verse comprometida su tenacidad. Para lograr este propósito, es necesaria la modificación de la microestructura de la aleación, la cual, presentará diferentes características morfológicas y de distribución dependiendo de la composición química y los parámetros de tratamiento térmico como lo son en el caso del presente estudio la temperatura y el tiempo de transformación isotérmica. En los ADI estudiados, se encontró de forma general, que los elementos de aleación Cu y Ni presentan efectos retardantes en los tiempos de transformación bainítica. Esta consecuencia será más propensa a darse dependiendo de la temperatura de transformación isotérmica y del grado de micro-segregación de la aleación. Una combinación de bajas temperaturas de transformación con bajos grados de micro-segregación provoca que el efecto retardante del Cu y el Ni se vea disminuido. Por otro lado, si se aumenta la temperatura de transformación isotérmica este efecto se hará más pronunciado en bajos grados de micro-segregación. Obtenida una microestructura ausferrítica en las aleaciones trabajadas, hablando desde el punto de vista morfológico de las fases que la componen, era de esperarse menores espesores de ferrita bainítica cuando se ejecutó transformación isotérmica a bajas temperaturas (250°C) [80], [90], [91][54]. Sin embargo, debido a los diferentes perfiles composicionales que presenta la matriz de los ADI trabajados debido a su intrínseca micro-segregación los fenómenos de nucleación y crecimiento de la ferrita bainítica varían a lo largo de su microestructura. Al medir y comparar los espesores de esta fase en las primeras y últimas zonas en solidificar (zonas cercanas y alejadas del nódulo de grafito respectivamente) las muestras sin elementos de aleación

evidenciaron un comportamiento sistemático a ambas temperaturas de transformación y grados de micro-segregación, es decir, espesores mayores de ferrita bainítica en las primeras zonas en solidificar respecto a las últimas zonas en solidificar (Figura 3-14). En las muestras aleadas con Cu y Ni se observó este mismo comportamiento pero solo en las muestras de bajo grado de micro-segregación (menor conteo de nódulos). En las muestras con mayor grado de micro-segregación (mayor conteo de nódulos) a ambas temperaturas de transformación los espesores de ferrita bainítica son similares en las primeras y últimas zonas en solidificar, es decir, se obtuvieron microestructuras con una distribución morfológica más homogénea.

Dejando concluido el análisis microestructural, se aborda el desempeño mecánico de las aleaciones fabricadas donde es posible comparar las aleaciones trabajadas con las presentadas en la norma ASTM A897M. Los ensayos de tensión realizados demostraron que el adicionar Cu y Ni como elementos de aleación cumple el propósito planteado al inicio de este capítulo, ya que, la presencia de estos elementos le otorgó una mayor ductilidad a las aleaciones trabajadas con valores similares de resistencia última a la tensión y límite de fluencia en comparación a los materiales tratados sin estos elementos de aleación y al reportado por la norma (Figura 3-16 y Tabla 3-7). Respecto a la tenacidad de los materiales fabricados, se observó que cuando hay presentes bajos grados de micro-segregación a altas temperaturas de transformación isotérmica los ADI aleados con Cu y Ni y sin alear presentan un desempeño mecánico significativamente superior al establecido por la norma. Sin embargo, al disminuir las temperaturas de transformación isotérmica solo los ADI aleados con Cu y Ni siguen cumpliendo con este comportamiento superior al de la norma. Por otra parte, al aumentar el grado de micro-segregación de la aleación la mejora a la tenacidad de los ADI se hace ajena a la temperatura de transformación isotérmica y se vuelve dependiente del efecto del Cu y el Ni (Figura 3-18).

Con lo anterior se concluye el efecto de los elementos de aleación y de la micro-segregación en el desempeño mecánico de los ADI aleados con Cu y Ni. Sin embargo, cabe mencionar que es necesario realizar estudios más profundos para entender y relacionar el

efecto de los elementos de aleación estudiado con el comportamiento mecánico del material. El estudio realizado solo evidencia la complejidad de la transformación bainítica en los hierros nodulares y como se ve afectada con pequeñas variaciones en el tratamiento térmico y en la composición química de la aleación.

## BIBLIOGRAFÍA

- [1] N. R. Bowne and D. M. Krahmer, “Fundición nodular de alto rendimiento,” in *Researchgate.net*, 2015, no. February, pp. 1–38, [Online]. Available: [https://www.researchgate.net/publication/272487696\\_Fundicion\\_nodular\\_de\\_alto\\_rendimiento](https://www.researchgate.net/publication/272487696_Fundicion_nodular_de_alto_rendimiento).
- [2] J. M. Velez Restrepo, “Austemperado de la fundición nodular: fundamentos y tecnología.” p. 136, 2001.
- [3] J. Sikora, A. Basso, and R. Martínez, “Influence of section size on dual phase ADI microstructure and properties : comparison with fully ferritic and fully ausferritic matrices,” vol. 25, no. 10, pp. 1271–1278, 2009, doi: 10.1179/174328408X365784.
- [4] J. Zimba, D. J. Simbi, and E. Navara, “Austempered ductile iron: an alternative material for earth moving components,” *Cem. Concr. Compos.*, vol. 25, no. 6, pp. 643–649, Aug. 2003, doi: 10.1016/S0958-9465(02)00078-1.
- [5] H. D. Machado, R. Aristizabal-Sierra, C. Garcia-Mateo, and I. Toda-Caraballo, “Effect of the Starting Microstructure in the Formation of Austenite at the Intercritical Range in Ductile Iron Alloyed with Nickel and Copper,” *Int. J. Met.*, vol. 14, no. 3, pp. 836–845, 2020, doi: 10.1007/s40962-020-00450-1.
- [6] H. D. Machado, I. Toda-Caraballo, C. Garcia-Mateo, and R. Aristiz, “Modelling the formation of austenite in the intercritical interval in ductile iron,” 2021, doi: 10.1016/j.jmrt.2021.12.072.
- [7] R. Aristizabal, R. Foley, J. Griffin, and C. Monroe, “Austemperability of Intercritically Austempered Ductile Iron ( IADI ),” pp. 279–286, 2014.
- [8] R. Viau, M. Gagné, and R. Thibau, “CuNi Alloyed Austempered Ductile Irons,” *AFS Trans.*, pp. 171–178, 2011, [Online]. Available: <papers3://publication/uuid/3D6A40B2-177C-4139-9CCE-686CC438A2EF>.
- [9] O. Erić, D. Rajnović, S. Zec, L. Sidjanin, and M. T. Jovanović, “Microstructure and fracture of alloyed austempered ductile iron,” *Mater. Charact.*, vol. 57, no. 4–5, pp.

- 211–217, 2006, doi: 10,1016/j.matchar.2006.01.014.
- [10] B. Y. Lin, E. T. Chen, and T. S. Lei, “The Effect of Segregation on the Austemper Transformation and Toughness of Ductile Irons,” *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 7, no. 3, pp. 407–419, 1998, doi: 10,1361/105994998770347864.
- [11] J. M. Schissler and J. Saverna, “The Effect of Segregation on the Formation of Austempered Ductile Iron,” *J. Heat Treat.*, vol. 4, no. 2, pp. 167–176, 1985, doi: 10,1007/BF02833136.
- [12] L. Nastac and D. M. Stefanescu, “Modeling of Microsegregation in SG Cast Iron,” *AFS Trans.*, vol. 101, no. February, pp. 933–938, 1993.
- [13] E. Fraś, M. Górny, E. Tyrała, and H. Lopez, “Effect of nodule count on austenitising and austempering kinetics of ductile iron castings and mechanical properties of thin walled iron castings,” *Mater. Sci. Technol. (United Kingdom)*, vol. 28, no. 12, pp. 1391–1396, 2012, doi: 10,1179/1743284712Y.0000000088.
- [14] P. W. Shelton and A. A. Bonner, “The effect of copper additions to the mechanical properties of austempered ductile iron (ADI),” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 173, no. 3, pp. 269–274, Apr. 2006, doi: 10,1016/j.jmatprotec.2005.06.090,
- [15] E. Fraś, M. Górny, E. Tyrała, H. Lopez, and M. Go, “Effect of nodule count on austenitising and austempering kinetics of ductile iron castings and mechanical properties of thin walled iron castings Effect of nodule count on austenitising and austempering kinetics of ductile iron castings and mechanical pro,” vol. 0836, 2013, doi: 10,1179/1743284712Y.0000000088.
- [16] C. Labrecque and M. Gagné, “Ductile Iron: Fifty years of continuous development,” *Can. Metall. Q.*, vol. 37, no. 5, pp. 343–378, 1998, doi: 10,1179/cm.1998.37.5.343.
- [17] J. R. Keough and K. L. Hayrynen, “Automotive Applications of Austempered Ductile Iron (ADI): A Critical Review,” *SAE Tech. Pap.*, 2000, doi: 10,4271/2000-01-0764.
- [18] ASTM International, “Standard Specification for Austempered Ductile Iron Castings (A 897/A 897 M),” 2006, doi: 10,1520/A0897.
- [19] S. A. Tupy, R. P. Malschitzki, V. S. Cecilia, and V. Redonda, “Quenching and

- Partitioning Heat Treatment in Ductile Cast Irons,” vol. 17, no. 5, pp. 1115–1123, 2014.
- [20] J. R. Keough, *Ductile Iron Data*. 1990,
- [21] S. Samaddar, T. Das, A. K. Chowdhury, and M. Singh, “Manufacturing of Engineering components with Austempered Ductile Iron - A Review,” *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 11, pp. 25615–25624, 2018, doi: 10.1016/j.matpr.2018.11.001.
- [22] M. A. F. S. Aristizabal, RE; Druschitz, AP; Druschitz, E; Bragg, R; Hubbard, CR; Watkins, TR; Ostrander, “Intercritically Austempered Ductile Iron,” in *Transactions of the American Foundry Society. Vol 119*, 2011, pp. 407–413.
- [23] Aristizabal R.E., “Intercritical Heat Treatments in Ductile Iron and Steel.”
- [24] M. Ferry and W. Xu, “Microstructural and crystallographic features of ausferrite in as-cast gray iron,” *Mater. Charact.*, vol. 53, no. 1, pp. 43–49, Sep. 2004, doi: 10.1016/j.matchar.2004.07.008.
- [25] A. A. Nofal, “The current status of the metallurgy and processing of austempered ductile iron (ADI),” in *The International Conference on Applied Mechanics and Mechanical Engineering*, 2016, p. 14, doi: 10.21608/amme.2016.35200,
- [26] Y. J. Kim, H. Shin, H. Park, and J. D. Lim, “Investigation into mechanical properties of austempered ductile cast iron (ADI) in accordance with austempering temperature,” *Mater. Lett.*, 2008, doi: 10.1016/j.matlet.2007.05.028.
- [27] H. K. D. H. Bhadeshia, *Bainite in steels, transformations, microstructure and properties*, IOM Commun. 2001.
- [28] S. K. Putatunda, S. Panneerselvam, and M. Alshwigi, “Development of nanostructured austempered ductile cast iron (ADI),” *ASM Int. - 28th Heat Treat. Soc. Conf. HEAT Treat. 2015*, pp. 71–75, 2015.
- [29] S. K. Putatunda, S. Kesani, R. Tackett, and G. Lawes, “Development of austenite free ADI (austempered ductile cast iron),” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 435–436, pp. 112–122, 2006, doi: 10.1016/j.msea.2006.07.051.
- [30] Z. Lawrynowicz, “Bainitic Transformation During Austempering of Ductile Cast

- Iron,” *Indian J. Res.*, vol. 5, no. 4, pp. 71–76, 2016.
- [31] J. M. F. Gimeno and M. A. M. Sediles, *Ensayos de Metalografía y Tratamientos Térmicos*. Prensas Universitarias de Zaragoza, 2000,
- [32] M. C. Cakir and Y. Isik, “Investigating the machinability of austempered ductile irons having different austempering temperatures and times,” *Mater. Des.*, vol. 29, no. 5, pp. 937–942, 2008, doi: 10.1016/j.matdes.2007.04.002.
- [33] T. Kobayashi and S. Yamada, “Effect of holding time in the ( $\alpha + \gamma$ ) temperature range on toughness of specially austempered ductile iron,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 27, no. 7, pp. 1961–1971, 1996, doi: 10.1007/BF02651945.
- [34] S. Savicevic, M. Vukcevic, M. Janjic, H. Avdusinovic, A. Gigovic, and Z. Jurkovic, “Influence of the Austempering Temperature on the Tensile Strength of the Austempered Ductile Iron (ADI) Samples,” *Metalurgija*, vol. 56, no. 1–2, pp. 149–152, 2017.
- [35] C. Labrecque and M. Gagné, “Ductile Iron: Fifty years of continuous development,” *Can. Metall. Q.*, vol. 37, no. 5, pp. 343–378, 1998, doi: 10.1179/cm.1998.37.5.343.
- [36] ASTM International, “Standard Specification for Austempered Ductile Iron Castings (A897/A897M-16),” *Building*, vol. 03, no. Reapproved, pp. 1–7, 2002, doi: 10.1520/A0897.
- [37] Gagné M., “Effect of Mn and Si on the quality of heavy section ADI castings,” *AFS Trans.*, vol. 95, pp. 523–532, 1987.
- [38] E. Konca, K. Tur, and E. Koç, “Effects of alloying elements (Mo, Ni, and Cu) on the austemperability of GGG-60 ductile cast Iron,” *Metals (Basel)*, vol. 7, no. 8, pp. 1–9, 2017, doi: 10.3390/met7080320,
- [39] O. Eric, L. Sidjanin, Z. Miskovic, S. Zec, and M. T. Jovanovic, “Microstructure and toughness of CuNiMo austempered ductile iron,” *Mater. Lett.*, vol. 58, no. 22–23, pp. 2707–2711, 2004, doi: 10.1016/j.matlet.2004.02.041.
- [40] U. Batra, S. Ray, and S. R. Prabhakar, “The Influence of Nickel and Copper on the Austempering of Ductile Iron,” *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 13, no. 1, pp. 64–68,

2004, doi: 10.1361/10599490417515.

- [41] R. Viau, M. Gagné, and R. Thibau, *AFS Transactions*. 1987.
- [42] A. P. Druschitz *et al.*, “In Situ Studies of Intercritically Austempered Ductile Iron Using Neutron Diffraction,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 43, no. 5, pp. 1468–1476, 2011, doi: 10.1007/s11661-011-0921-7.
- [43] H. C. et al Druschitz A., Aristizabal R., Druschitz E., “Neutron Diffraction Studies of Intercritically Austempered Ductile Irons,” *SAE Int. J. Mater. Manuf*, vol. 4, pp. 111–118, 2011.
- [44] A. Ghosh, “Segregation in cast products,” *Sadhana - Acad. Proc. Eng. Sci.*, vol. 26, no. 1–2, pp. 5–24, 2001, doi: 10.1007/BF02728476.
- [45] B. Rinderer, “The metallurgy of homogenization,” *Mater. Sci. Forum*, vol. 693, pp. 264–275, 2011, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.693.264.
- [46] W. Orłowicz and M. Tupaj, “The effect of austenitizing conditions in the ductile iron hardening process on longitudinal ultrasonic wave velocity,” *Metalurgija*, vol. 53, no. 2, pp. 212–214, 2014.
- [47] N. S. Tiedje, “Solidification, processing and properties of ductile cast iron,” *Mater. Sci. Technol.*, vol. 26, no. 5, pp. 505–514, 2010, doi: 10.1179/026708310X12668415533649.
- [48] R. Boeri and F. Weinberg, “Microsegregation of Alloying Elements in Cast Iron,” *Cast Met.*, vol. 6, no. 3, pp. 153–158, 1993, doi: 10.1080/09534962.1993.11819142.
- [49] D. M. Stefanescu, “Modeling of cast iron solidification - The defining moments,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 38 A, no. 7, pp. 1433–1447, 2007, doi: 10.1007/s11661-007-9173-y.
- [50] L. Nastac and D. M. Stefanescu, “An analytical model for solute redistribution during solidification of planar, columnar, or equiaxed morphology,” *Metall. Trans. A*, vol. 24, no. 9, pp. 2107–2118, 1993, doi: 10.1007/BF02666344.
- [51] E. A. Chiniforush, N. Iranipour, and S. Yazdani, “Effect of nodule count and austempering heat treatment on segregation behavior of alloying elements in ductile

- cast iron,” *CHINA FOUNDRY*, vol. 13, no. 3, pp. 217–222, May 2016, doi: 10,1007/s41230-016-6034-6.
- [52] A. D. Sosa, M. D. Echeverría, O. J. Moncada, N. Míngolo, and J. A. Sikora, “Influence of nodule count on residual stresses and distortion in thin wall ductile iron plates of different matrices,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 209, no. 15–16, pp. 5545–5551, 2009, doi: 10,1016/j.jmatprotec.2009.05.010,
- [53] E. Akbarzadeh Chiniforush, N. Iranipour, and S. Yazdani, “Effect of nodule count and austempering heat treatment on segregation behavior of alloying elements in ductile cast iron,” *China Foundry*, vol. 13, no. 3, pp. 217–222, 2016, doi: 10,1007/s41230-016-6034-6.
- [54] J. Aranzabal, I. Gutierrez, J. M. Rodriguez-Ibabe, and J. J. Urcola, “Influence of the amount and morphology of retained austenite on the mechanical properties of an austempered ductile iron,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 28, no. 5, pp. 1143–1156, 1997, doi: 10,1007/s11661-997-0280-6.
- [55] B. Domeij, “On the Solidification of Compacted and Spheroidal Graphite Irons,” 2017.
- [56] S. T. Methods, “Standard Test Methods for Chemical Analysis of Carbon Steel , Low-Alloy Steel , Silicon Electrical Steel , Ingot Iron , and Wrought Iron 1,” *Annu. B. ASTM Stand.*, vol. 95, no. C, pp. 1–65, 2009, doi: 10,1520/E0350-18.Copyright.
- [57] ASTM E3-11, “Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens,” *ASTM Int.*, vol. i, no. Reapproved, pp. 1–12, 2011, doi: 10,1520/E0003-11.2.
- [58] W. Conshohocken, “Standard Test Method for Evaluating the Microstructure of Graphite in Iron Castings 1,” pp. 1–13, 2017, doi: 10,1520/A0247-17.1.
- [59] M. Górny, G. Angella, E. Tyrała, M. Kawalec, S. Paź, and A. Kmita, “Role of Austenitization Temperature on Structure Homogeneity and Transformation Kinetics in Austempered Ductile Iron,” *Met. Mater. Int.*, vol. 25, no. 4, 2019, doi: 10,1007/s12540-019-00245-y.
- [60] M. Grech and J. M. Young, “Influence of Austempering Temperature on the Characteristics of Austempered Ductile Iron Alloyed with Cu and Ni.” pp. 1–8, 2011,

- [Online]. Available: [papers3://publication/uuid/CB039832-83D0-4AA4-A3F3-655D648D4243](https://papers3://publication/uuid/CB039832-83D0-4AA4-A3F3-655D648D4243).
- [61] D. J. Moore, T. N. Rouns, and K. B. Rundman, "The Relationship between Microstructure and Tensile Properties in Austempered Ductile Iron," *Trans. AFS*, vol. 95, pp. 765–74, 1987.
- [62] T. N. Rouns and K. B. Rundman, "Constitution of Austempered Ductile Iron and Kinetics of Austempering.pdf," *AFS Res.*, pp. 851–874.
- [63] ASTM E975-13, "Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation," *ASTM Int.*, vol. 03, no. Reapproved 2008, pp. 1–7, 2009, doi: 10.1520/E0975-13.necessary.
- [64] AFS, "Ductile iron microstructure rating chart," 1695. .
- [65] C. Garcia-Mateo *et al.*, "Analyzing the scale of the bainitic ferrite plates by XRD, SEM and TEM," *Mater. Charact.*, vol. 122, pp. 83–89, 2016, doi: 10.1016/j.matchar.2016.10.023.
- [66] J. Eiken and J. Lacaze, "Microsegregation build-up during solidification of nodular cast iron - Phase-field simulation versus experimental information," *6th Decenn. Int. Conf. Solidif. Process.*, no. July, p. 4, 2017, [Online]. Available: [https://www.researchgate.net/profile/Janin\\_Eiken/publication/318788836%0Ahttps://drive.google.com/open?id=0B0fTxDBXtHZMWFVJTmJ6OGNSdEk](https://www.researchgate.net/profile/Janin_Eiken/publication/318788836%0Ahttps://drive.google.com/open?id=0B0fTxDBXtHZMWFVJTmJ6OGNSdEk).
- [67] H. Fredriksson and U. Åkerlind, "Microsegregation in Alloys - Peritectic Reactions and Transformations," *Mater. Process. Dur. Cast.*, pp. 183–225, 2012, doi: 10.1002/9780470017920,ch7.
- [68] H. K. D. . Bhadeshia, "MAP\_STEEL\_MUCG83." <https://www.phase-trans.msm.cam.ac.uk/map/steel/programs/mucg83.html>.
- [69] ASTM Int., "Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials 1," *Astm*, no. C, pp. 1–27, 2009, doi: 10.1520/E0008.
- [70] ASTM E23–18, "Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials," *ASTM Int.*, pp. 1–26, 2018, doi: 10.1520/E0023-18.

- [71] ASTM, “Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials 1,” pp. 1–32, 2014, doi: 10.1520/E0010-12.Copyright.
- [72] S. Specification, “Standard Specification for Austenitic Ductile Iron Castings 1,” *Current*, vol. 83, no. Reapproved, pp. 4–9, 1999, doi: 10.1520/A0842-11A.2.
- [73] A. V. Giraldo, *Tecnología del tratamiento térmico de los metales*, 19th ed. 2009.
- [74] D. . Bullens, *Steel and its Heat Treatment*, 5th ed. New York, 1963.
- [75] M. Bahmani, P. Elliot, and N. Varahram, “The austempering kinetics and mechanical properties of an austempered Cu – Ni – Mo – Mn alloyed ductile iron,” *J. Mater. Sci.*, vol. 2, pp. 4783–4791.
- [76] M. Nili-Ahmadabadi and M. Mosallaiee-Pour, “Homogenization of ductile iron using partial melting aided by modeling,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 373, no. 1, pp. 309–314, 2004, doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.02.004>.
- [77] J. Zimba, D. J. Simbi, T. Chandra, and E. Navara, “A Dilatometry Study of the Austenitization and Cooling Behavior of Ductile Iron Meant for the Production of Austempered Ductile Iron (ADI),” *Mater. Manuf. Process.*, vol. 19, no. 5, pp. 907–920, 2004, doi: 10.1081/lmmp-200030644.
- [78] A. J. Nathan and A. Scobell, *How China sees America*, vol. 91, no. 5. 2012.
- [79] O. Ríos-Diez, R. Aristizábal-Sierra, C. Serna-Giraldo, J. A. Jimenez, and C. Garcia-Mateo, “Development of Nanobainitic Microstructures in Carbo-Austempered Cast Steels: Heat Treatment, Microstructure and Properties,” *Metals (Basel)*, vol. 10, no. 5, 2020, doi: 10.3390/met10050635.
- [80] A. F. Santacruz-Londoño, O. Rios-Diez, J. A. Jiménez, C. Garcia-Mateo, and R. Aristizábal-Sierra, “Microstructural and mechanical characterization of a nanostructured bainitic cast steel,” *Metals (Basel)*, vol. 10, no. 5, pp. 14–17, 2020, doi: 10.3390/met10050612.
- [81] M. Pellizzari *et al.*, “Austempering kinetics of a ductile iron,” *Metall. Ital.*, vol. 107, no. 11–12, pp. 13–18, 2015.
- [82] Y. Amran, A. Katsman, P. Schaaf, and M. Bamberger, “Influence of copper addition

- and temperature on the kinetics of austempering in ductile iron,” *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.*, vol. 41, no. 5, pp. 1052–1058, 2010, doi: 10.1007/s11663-010-9388-y.
- [83] J. L. Hernández-Rivera, C. G. Garay-Reyes, R. E. Campos-Cambranis, and J. J. Cruz-Rivera, “Design and optimization of stepped austempered ductile iron using characterization techniques,” *Mater. Charact.*, vol. 83, pp. 89–96, 2013, doi: 10.1016/j.matchar.2013.06.004.
- [84] M. Górný, E. Tyrała, and H. Lopez, “Effect of Copper and Nickel on the Transformation Kinetics of Austempered Ductile Iron,” *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 23, no. 10, pp. 3505–3510, 2014, doi: 10.1007/s11665-014-1167-5.
- [85] C. Garcia-Mateo *et al.*, “Low temperature bainitic ferrite: Evidence of carbon supersaturation and tetragonality,” *Acta Mater.*, vol. 91, pp. 162–173, 2015, doi: 10.1016/j.actamat.2015.03.018.
- [86] D. O. Fernandino and R. E. Boeri, “Fractographic analysis of austempered ductile iron,” *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 39, no. 5, pp. 583–598, 2016, doi: 11111/ffe.12380.
- [87] L. L. T. Boneti, M. F. Hupalo, S. Vurobi Junior, and A. M. Rosário, “Influence of casting heterogeneities on microstructure and mechanical properties of austempered ductile iron (ADI),” *Rev. Mater.*, vol. 22, no. 3, 2017, doi: 10.1590/S1517-707620170003.0192.
- [88] J. Yang and S. K. Putatunda, “Improvement in strength and toughness of austempered ductile cast iron by a novel two-step austempering process,” *Mater. Des.*, vol. 25, no. 3, pp. 219–230, 2004, doi: 10.1016/j.matdes.2003.09.021.
- [89] B. Stokes, N. Gao, and P. A. S. Reed, “Effects of graphite nodules on crack growth behaviour of austempered ductile iron,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 445–446, pp. 374–385, 2007, doi: 10.1016/j.msea.2006.09.058.
- [90] C. Garcia-Mateo, T. Sourmail, and F. G. Caballero, “Bainitic Steel: Nanostructured,” *Encycl. Iron, Steel, Their Alloy.*, no. Table 1, pp. 271–290, 2016, doi: 10.1081/E-EISA-120051819.

- [91] Z. G. Yang and H. S. Fang, "An overview on bainite formation in steels," *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.*, vol. 9, no. 6, pp. 277–286, 2005, doi: 10.1016/j.cossms.2006.06.005.