

TRABAJO FIN DE MASTER

Diseño del tratamiento térmico de nuevas calidades de fundición ADI

Autor: Abel García Anido

Entidad colaboradora: ITMA Tutor industrial: José Manuel Artímez Encina Departamento: Siderometalúrgia

Tutor académico**: Javier Belzunce Varela** Departamento :**Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica**

Universidad de Oviedo

Julio 2015



Máster interuniversitario en integridad estructural y durabilidad de materiales, componentes y estructuras

TRABAJO FIN DE MASTER

Diseño del tratamiento térmico de nuevas calidades de fundición ADI

José Manuel Artímez; Encina Javier Belzunce Varela; Abel García Anido

Universidad de Oviedo

Julio 2015



Resumen del trabajo

Este Trabajo Fin de Máster se enmarca en el estudio de nuevas calidades de fundiciones ADI, en concreto se pretende obtener fundiciones ADI con microestructura muy fina, mediante la aplicación de tratamientos térmicos controlados.

En la actualidad, las fundiciones ADI se están utilizando en componentes industriales sometidos a elevadas exigencias mecánicas (cigüeñales, árboles de levas, engranajes...), por lo que se requiere un producto final con unas propiedades mecánicas excelentes.

De esta manera, sobre dos fundiciones nodulares diseñadas exprofeso se han aplicado tratamientos térmicos de austemperizado, tras definir previamente las variables necesarias para llevarlos a cabo correctamente y se ha analizado su microestructura. Se he demostrado así la posibilidad de obtener fundiciones ADI con una microestructura muy fina y con unas propiedades mecánicas finales superiores a las de las fundiciones ADI convencionales, que pudieran utilizarse en sustitución de aceros forjados, reduciendo el coste de producción e incluso mejorando sus propiedades.

El único problema constatado es que la morfología del grafito conseguido no ha sido la más adecuada, de manera que las fundiciones mostraron una ductilidad muy baja en el ensayo de tracción.



Índice de contenidos

		<u>Pág.</u>
1.	Introducción	5
	1.1 Objetivos del trabajo	7
	1.2. Estructuración de la Memoria	7
2.	Estado del conocimiento sobre fundiciones ADI	8
	2.1 Composición química	8
	2.2 Tratamientos térmicos	9
	2.3 Transformación bainítica	11
3.	Procedimiento experimental	18
	3.1 Materiales empleados	17
	3.2 Análisis de imagen	17
	3.3 Diseño del tratamiento térmico	18
	3.4 Determinación de la austenita retenida	21
	3.5 Propiedades mecánicas	22
	3.5.1 Ensayo de dureza	22
	3.5.2 Ensayo de microdureza	23
	3.5.3 Ensayos de tracción	24
4.	Resultados	27
	4.1 Morfología del grafito	27
	4.2 Tratamientos térmicos	29
	4.3 Análisis microestructural y de durezas	32
	4.3.1 Resultados de durezas y austenita retenida	32
	4.3.2 Análisis microestructural	32
	4.4 Ensayos de tracción	34
5.	Conclusiones	36
6.	Bibliografía	37
7.	Presupuesto	38



1 Introducción

Entre los materiales ferrosos, las fundiciones con grafito libre, o fundiciones grises, tienen un extenso campo de aplicación. Algunas fundiciones han continuado ampliando su campo de aplicación debido a la mejora continua de sus propiedades mecánicas, la facilidad de obtención y su bajo coste, en comparación con otros materiales.

Un tipo de fundiciones que ha evolucionado de forma significativa en los últimos años han sido las fundiciones con grafito libre, microconstituyente que dota a las fundiciones grises de propiedades tales como alta conductividad térmica, autolubricación y capacidad de amortiguación de las vibraciones mecánicas, ligereza, etc.[Ref 1] La principal desventaja es que el grafito constituye una fase de resistencia mecánica prácticamente nula, por lo que su presencia puede asemejarse a la de fisuras o huecos distribuidos por toda la pieza, lo que implica una menor resistencia mecánica. Este grafito se puede presentar en varias morfologías: laminar (fundición gris convencional), esferoidal (fundición nodular) y cuasilaminar (fundición con grafito compacto).

Tradicionalmente la producción de hierro fundido se limitaba principalmente a la fundición gris con grafito laminar. Sin embargo, a partir de mediados del siglo XX se logró obtener la morfología esferoidal, gracias a la adición de elementos como el magnesio y/o cerio a la fundición en estado líquido. De esta forma, al disminuir el efecto de entalla del grafito y se pudo alcanzar una mayor resistencia mecánica y ductilidad. Este tipo de fundición se denomina fundición nodular, esferoidal o fundición dúctil.

El control de la morfología del grafito y de su tamaño, unido a la posibilidad de adecuar convenientemente la microestructura de la matriz mediante tratamientos térmicos, ha permitido un constante crecimiento de las aplicaciones industriales de estas fundiciones, e incluso ha llegado en algunos casos a sustituir a los aceros aleados de distintos tipos, tanto moldeados como forjados como forjados.

Este es el caso particular de las fundiciones nodulares austemperizadas o fundiciones ADI (*Austempered Ductile Iron*).Las fundiciones ADI se obtienen por medio de un



tratamiento térmico de transformación isotérmica de la austenita. Este tratamiento consta de dos partes: austenización en torno a 900 °C durante el tiempo conveniente según el tamaño de la pieza, enfriamiento rápido para evitar la transformación de la austenita hasta una temperatura a laque debe mantenerse el tiempo suficiente para que se produzca la transformación completa de la austenita en bainita. De esta forma se obtiene una fundición ADI, cuya matriz estará formada por una combinación ferrita acicular y austenita retenida (ausferrita).La composición de la matriz(contenido en carbono y elementos de aleación) dependerá de la composición química del acero, del contenido de grafito y de la temperatura y del tiempo de mantenimiento de austenización empleados.

Tanto la composición química como el tratamiento térmico son dos factores muy influyentes en la microestructura y propiedades mecánicas finales de las fundiciones ADI. Por ejemplo, el silicio es el elemento que se emplea como grafitizante. Además, elevados contenidos en silicio evitan, en virtud de su elevado poder anticarburígeno, la formación de carburos durante la transformación bainítica. Es fundamental que dicha transformación sea completa (evitando la formación de martensita y/o bloques de austenita retenida) en el estado final del tratamiento. Un contenido adecuado de grafito esferoidal con el tamaño adecuado y homogéneamente distribuido en una matriz formada por ausferrita fina en la que la austenita retenida tenga la estabilidad adecuada, permite a estas fundiciones alcanzar elevados valores de resistencia a la tracción, ductilidad y resistencia al desgaste, por lo que el tratamiento térmico de austemperizado debe ser definido correctamente.

Debido a estas buenas propiedades, las fundiciones nodulares ADI han ampliado su campo de aplicación a componentes industriales sometidos a elevadas exigencias mecánicas. Algunos usos son en cigüeñales, árboles de levas, engranajes e incluso bolas de molinos para la minería.



1.1. Objetivos del trabajo

En este trabajo se analiza la posibilidad de obtener fundiciones nodulares ADI, con una matriz que sea similar a la de los aceros bainíticos libres de carburos con un tamaño del espesor de las lajas ferríticas por debajo de 100 nm (aceros nanobainíticos). [Ref2.]

Se han propuesto diferentes diseños composicionales, se han elaborado las fundiciones en una planta piloto de fusión y moldeo, se han diseñado mediante la técnica dilatométrica los tratamientos térmicos óptimos, se han sometido los lingotes a dichos tratamientos en un horno de laboratorio y se ha procedido a realizar una caracterización básica consistente en un análisis microestructural, dureza y propiedades mecánicas a tracción.

1.2. Estructuración de la Memoria

El trabajo se ha dividido en los siguientes capítulos:

- Introducción. En este capítulo se indica la naturaleza delas fundiciones ADI, sus principales usos, los objetivos planteados y la estructuración del trabajo.
- Estado del conocimiento sobre fundiciones ADI. En este capítulo se recoge la información general sobre las fundiciones ADI: tratamientos, propiedades, etc.
- Procedimiento experimental. En este apartado se explica el proceso que se ha seguido para llevar a cabo los ensayos necesarios para la realización de este trabajo.
- Resultados. este capítulo recoge tanto los resultados obtenidos en los ensayos descritos en el capítulo anterior, como la justificación de los mismos.
- Conclusiones. en este capítulo se enumeran las conclusiones más relevantes extraídas de todo el trabajo.
- Bibliografía. Recoge todas las referencias bibliográficas que han sido consultadas para la realización de este trabajo.
- Presupuesto. Recoge un listado con los costes derivados de la realización del trabajo completo desarrollado.



2 Estado del conocimiento sobre fundiciones ADI

2.1 Composición química

Las ADI, tal y como ya se ha descrito, son fundiciones esferoidales de matriz ausferrítica. Como fundiciones, se pueden considerar aleaciones Fe-C-Si con un contenido mínimo de carbono y otros elementos de aleación. En el caso de las fundiciones ADI el carbono equivalente (C+Si/3+P/3; % en peso) debe ser próximo al de la composición eutéctica y suele situarse entre el 3,6 y el 3,8 % En cuanto al silicio, su contenido debe dotar a la fundición de suficiente poder grafitizante (el fósforo, aluminio, níquel y cobre también son elementos grafitizantes pero con menor eficiencia que la del silicio). Su contenido suele ser superior al 2 % en peso; aumentando cuando aumenta el contenido de elementos de aleación carburígenos (como el cromo, molibdeno o manganeso), en presencia de magnesio (empleado como nucleante en fundiciones dúctiles) o en el caso de piezas de pequeña sección (elevadas velocidades de enfriamiento); siendo menos crítico cuanto mayor sea el contenido de carbono (mayor cinética de formación del grafito).

El grafito en las ADI debe tener morfología nodular. Esto se puede conseguir mediante a la adición al caldo de agentes nucleantes como el magnesio (al ser adicionado como agente nucleante, la cantidad de magnesio incorporada a la aleación, una vez solidificada, es prácticamente irrelevante; entre el 0.02 y el 0.05 % en peso).

Lógicamente, la fundición debe tener una templabilidad adecuada en función del tipo de piezas a tratar térmicamente. Con este objetivo se suelen emplear elementos de aleación como el molibdeno, el cromo o el manganeso; siendo el molibdeno el más efectivo en retrasar en tiempos la situación de la nariz perlítica en las curvas CCT (Continuos Cooling Transformation).



2.2 Tratamiento térmico

Para la obtención de fundiciones ADI, es necesario aplicar un tratamiento térmicocon objeto de obtener la microestructura requerida, y a partir de esta microestructura, las propiedades mecánicas características de estas fundiciones.

El tratamiento térmico de obtención de las fundiciones ADI consistente en tres etapas (véase la Figura 2.1) [Ref 3, 4]:

- Austenización
- Temple
- Transformación isotérmica



Figura2.1. Etapas de un tratamiento térmico de austempering

Se describirán a continuación las tres etapas citadas.

2.2.1 Austenización

El tiempo y la temperatura de austenización, son dos factores fundamentales en las propiedades finales de una fundición ADI.

Con la temperatura de austenización se controla la cantidad de carbono presente en la austenita formada a alta temperatura. Al aumentar la temperatura de austenización, el contenido en carbono de la austenita aumenta, lo que se traduce en una mayor templabilidad y dureza potencial, mientras que una temperatura excesiva daría lugar a un crecimiento excesivo del grano austenítico. El contenido en carbono de la



austenita aumentará al aumentar la temperatura de austenización, tal y como se muestra en la Figura 2.2 en la que se ha estimado, mediante la aplicación ThermoCalc, la evolución del contenido de carbono en la austenita en función de la temperatura de austenización. En este caso, entre 900 y 950 °C (temperaturas normalmente empleadas), en condiciones de equilibrio se formaría austenita con un contenido en carbono comprendido entre 0,86 y 1,0 % en peso.



Figura 2.2. Evolución del contenido de carbono en la austenita en función de la temperatura de austenización para la aleación indicada.

Por otro lado, el tiempo de austenización debe ser el suficiente para asegurarla obtención de una matriz de austenita homogénea y saturada en carbono, por lo que este parámetro depende del tamaño de la sección de la pieza (mayor tiempo de austenización cuanto mayor es la sección citada).

2.2.2 Temple

La velocidad de enfriamiento hasta la temperatura de transformación en ausferrita debe ser lo suficientemente rápida para evitar las transformaciones ferrito-perlíticas que tiene lugar entre 550 y 700°C. La Figura 2.3 muestra las curvas de transformación de la austenita de una fundición y sobre ella se han representado las regiones correspondientes a las transformaciones ferrítica, perlítica, bainítica, así



como las temperaturas M_s y M_f de inicio y fin de la transformación martensítica. Mientras que la curva de enfriamiento azul (línea azul) daría lugar a la formación de una fundición de matriz perlítica, en la misma figura se muestra la ruta de enfriamiento necesaria para obtener una fundición de matriz bainítica (línea roja).



Figura2.2. Curvas TTT de una fundición dúctil y uso de diferentes enfriamientos

Un factor a tener muy en cuenta durante el temple es la presencia de ciertos elementos de aleación, que desplazan las curvas TTT hacia tiempos mayores. El cromo, manganeso y, sobre todo el molibdeno, permiten aumentar la templabilidad de la austenita; es decir, permiten disminuir su velocidad critica de temple, pudiendo de este modo realizar el temple utilizando una velocidad de enfriamiento menor (templar una pieza de mayor tamaño).

2.2.3 Transformación isotérmica

La tercera etapa del tratamiento térmico para la obtención de la microestructura característica de una fundición ADI, es la transformación isotérmica en el rango de temperaturas correspondiente a la transformación bainítica (bainita libre de carburos en este caso). Esta es una etapa clave del tratamiento, ya que es durante este mantenimiento en el que se va producir la transformación de la matriz de austenita en bainita y es esta bainita la que principalmente proporcionará las propiedades



mecánicas finales. El tiempo y la temperatura utilizados en esta etapa tienen una gran importancia en la transformación bainítica.

2.3 Transformación bainítica

Entre las transformaciones de fase desde la austenita que presentan las aleaciones Fe-C, se sabe que a temperaturas intermedias entre las correspondientes a la formación de perlita y martensita, la austenita se descompone en un producto microestructuralmente diferente llamado bainita, en honor a Bain, el investigador que la descubrió.

El primer paso para la transformación bainítica convencional consiste en el calentamiento del acero/fundición hasta la temperatura de austenización, en la cual debe mantenerse durante un tiempo suficiente para permitir la completa homogeneización de la composición química de la austenita. Luego el material debe enfriarse rápidamente hasta una temperatura en el rango entre 200°C y 500°C, donde debe permanecer el tiempo necesario para finalizar la transformación. La velocidad de enfriamiento desde la temperatura de austenización a la del tratamiento isotérmico debe ser lo suficiente elevada como para evitar la formación de ferrita o perlita. Una vez completada la transformación, el componente se enfría normalmente al aire hasta temperatura ambiente.

La transformación bainítica se caracteriza por la formación de placas de ferrita saturada en carbono. El carbono, dependiendo de la temperatura de transformación, difunde hacia la austenita residual adyacente promoviendo la precipitación de carburos (bainita superior) o precipita en forma de carburos dentro de las propias placas de ferrita (bainita inferior). El elevado contenido de silicio de estas fundiciones inhibe la precipitación de carburos dando lugar a la formación de una bainita "libre de carburos" consistente en un agregado de ferrita y austenita residual rica en carbono. El tiempo de mantenimiento en dicho rango de temperaturas (entre 200 y 500 °C) debe ser el adecuado para completar la trasformación de la austenita. Tiempos demasiado cortos dejarán sin transformar isotérmicamente islas de austenita



residual que se transformarán durante el enfriamiento final en martensita. Por otra parte, un tiempo de mantenimiento excesivo, puede dar lugar a una precipitación de carburos (a pesar del poder anticarburígeno del silicio), lo que reducirá la estabilidad de química de la austenita residual en virtud del menor contenido de carbono provocado por dicha precipitación.

2.3.1 Cinética de la transformación bainítica

La cinética de formación de la bainita tiene una curva en forma de C típica de los diagramas TTT, ya que se trata de un proceso de transformación que ocurre por nucleación y crecimiento, con un periodo de incubación bien definido antes del inicio de la formación de la bainita.

La adición de algunos elementos de aleación puede afectar de manera diferente a la velocidad de las transformaciones perlítica y bainítica y modificar la forma de esas curvas, de tal modo que puede existir una separación entre ambas.

Otra característica importante de la reacción bainítica, es la existencia de una temperatura B_s (Bainite start) por encima de la cual la austenita no se transforma en bainita. Esta temperatura viene definida por la composición química de la austenita. Por debajo de esta temperatura, la fracción volumétrica de bainita formada aumenta con la disminución de la temperatura del tratamiento isotérmico hasta una determinada temperatura y vuelve a disminuir al bajar más la temperatura (curva en forma de C).

Un aspecto muy importante en la transformación bainítica de las fundiciones grises nodulares es el fenómeno conocido como reacción incompleta. Así, la cinética de la transformación bainítica se puede dividir en dos etapas:

Etapa I:

$$\gamma \rightarrow \gamma_H + \alpha$$

Donde γ es la austenita con el contenido en carbono que adquirió en el proceso de austenización previo a alta temperatura, α es la ferrita bainítica producida en la transformación bainítica (con muy bajo contenido en carbono) y γ_H es la austenita



aún no transformada, que tendrá un mayor contenido en carbono que la austenita de partida, γ .

Este tipo de reacciones está directamente relacionado con los procesos de intercambio de energía libre y el valor de ésta en cada componente. Este aspecto se puede apreciar en la Figura 2.4, que muestra la situación del mínimo energético en la mezcla de las dos fases, ferrita y austenita, a la temperatura de austemperizado, T_1 y, a su vez, indica los contenidos de carbono que tienen la ferrita y la austenita en equilibrio a la temperatura citada. La misma figura también muestra el punto de corte de las dos parábolas (ferrita y austenita), que corresponde a la curva T_0 , situación en la que la austenita y la ferrita con la misma composición química tienen la misma energía libre. Es decir, la transformación de la austenita en ferrita a la temperatura T_1 se detendrá cuando la austenita alcance el contenido de carbono que señala la curva T_0 (la transformación se detiene antes de que la austenita alcance la situación de equilibrio, que vendría dada por A_{e3}).



Concentración de Carbono

Figura 2.4. Representación gráfica de la variación de la energía libre de la austenita (γ) y de la ferrita (α) con el contenido de carbono, además de las rectas que muestran los contenidos de carbono de las dos fases en equilibrio, A_{e1} y A_{e3}, y la recta real T₀.



Tal y como ya se ha indicado, la primera etapa de la transformación isotérmica que tiene lugar a la temperatura de austemperizado finaliza en el momento en el que la austenita residual se ha enriquecido en carbono hasta alcanzar el contenido de carbono que marca la temperatura T_0 .

La segunda etapa de la transformación tiene lugar cuando, al cabo de un tiempo más o menos largo, la austenita enriquecida en carbono γ_H se desestabiliza y se transforma finalmente en ferrita y carburos:

<u>Etapa II</u>:

$$\gamma_H \rightarrow \alpha + carburos$$

De esta manera, durante la etapa II el nivel de austenita residual desciende progresivamente, aumentando la fracción en volumen de ferrita. Además, la precipitación de carburos empobrece en carbono a la austenita residual disminuyendo su estabilidad química y aumentando así su temperatura Ms, lo que disminuirá el contenido de austenita retenida.

En la Figura 5 se puede apreciar mejor la evolución de las fracciones volumétricas de la ferrita bainítica V_{α_b} y de la austenita residual V_{γ_r} durante el tiempo del tratamiento isotérmico de austemperizado. Se observa que al finalizar la etapa I de la transformación se alcanza la mayor fracción de austenita retenida y que ésta disminuye a lo largo de la etapa II. Existe sin embargo un rango de tiempo entre ambas etapas en las que no ocurre transformación alguna, que marca la ventana de proceso.



Figura 2.5. Evolución de la fracción de ferrita bainítica (a) y de austenita residual (b) conforme se desarrolla la fase isotérmica del tratamiento térmico de austemperizado.



Cuando el tratamiento isotérmico se detiene una vez finalizada la etapa I (para cualquier tiempo situado en la ventana del proceso), el contenido de carbono de la austenita residual es tan alto que no se transforma en el enfriamiento final del tratamiento hasta la temperatura ambiente (su temperatura M_s se sitúa por debajo de la temperatura ambiente), de tal modo que la microestructura final de la fundición será la misma que existía al terminar el mantenimiento isotermo.

Este proceso ha sido comprobado experimentalmente con fundiciones con diferentes composiciones químicas y tratadas también bajo diferentes condiciones. La Figura 2.6 muestra los resultados obtenidos con una de ellas para una determinada temperatura de transformación: el tiempo de tratamiento óptimo es en este caso de 70 minutos con objeto de obtener el máximo contenido en austenita retenida, 50% y la ventana de proceso se sitúa entre 30 y 300 minutos (fracción de austenita retenida mayor del 45%) [Ref.5].



Figura 2.6. Variación de la fracción en volumen de austenita retenida con el tiempo de austemperizado. Las barras de error representan el nivel de incertidumbre de los resultados obtenidos.



3 Procedimiento experimental

3.1 Materiales empleados

El objetivo del presente trabajo, fue diseñar los tratamientos térmicos a emplear para la obtención de dos nuevas calidades de fundición ADI. Por lo que se comenzó el trabajo con dos calidades de fundición elaboradas en la planta piloto de fusión y moldeo de Fundación ITMA, las cuales presentaban las composiciones química que se indican en la tabla 3.1.La principal diferencia entre los dos materiales es el contenido en carbono y en cromo (el contenido de carbono de la fundición 2 es menor y contiene un 0,40 % de cromo; la fundición 1 no contiene cromo).

Tabla 3.1. Composición química de las fundiciones 1 y 2 (% en peso)

	С	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Со	Al
F1	3,2	1,95	1,10	-	2,20	0,25	1,65	1,0
F2	2,7	2,00	0,90	0.40	2,20	0,25	1,80	1,0

3.2 Análisis de imagen

El primer paso que se realizó en el presente trabajo fue analizarla morfología del grafito formado durante la solidificación de ambas calidades de fundición. Para ello se procedió a realizar un análisis de imagen de la microestructura de las dos muestras.

Las muestras utilizadas de mecanizaron a partir de un lingote solidificado en molde de arena de aproximadamente 150mm de diámetro y una altura de 150 mm, por lo que se consideró necesario realizar la comprobación de la morfología del grafito tanto en el centro del cilindro como en la región superficial a las probetas



metalográficas se les aplicó un proceso de preparación convencional consistente en un desbaste y pulido en varias etapas.

Una vez obtenidas las muestras en estado de pulido, se procedió al análisis de imagen en el microscopio óptico, en el que se observaron las muestras bajo 100 y 200 aumentos.

Además de clasificar la morfología del grafito se calculó su contenido mediante análisis de imagen. Se empleó el software LeicaQWin acoplado al microscopio óptico Leica para la adquisición de imágenes grises, su conversión a imágenes binarias y su posterior procesamiento y medición.

3.3 Diseño del tratamiento térmico

Par el diseño del tratamiento térmico se realizó una simulación mediante la aplicación JmatPro de las curvas CCT de la austenita con un contenido en carbono resultante del balance de masas realizado a partir del contenido de carbono de la fundición y del contenido de grafito determinado mediante análisis de imagen. De esta forma se estimó la velocidad crítica de temple para las dos composiciones y se estimó la temperatura Ms. Posteriormente se empleó un dilatómetro metalúrgico de temple y deformación Bahr 805 A/D (figura 3.1) con el que se analizaron las principales transformaciones de fase que tienen lugar durante el tratamiento térmico. Se analizó la influencia de los principales parámetros del tratamiento térmico y se determinó el tiempo necesario para completar la transformación bainítica en función de la temperatura.





Figura 3.1. Dilatómetro empleado en los tratamientos térmicos de las fundiciones

Solo se realizaron los tratamientos térmicos en el dilatómetro sobre la fundición 2, ya que fue la que presentaba un grafito más nodular. Para realizar los ensayos dilatométricos se mecanizaron probetas cilíndricas de 4 mm de diámetro y 10 mm de longitud.

Sobre las probetas se suelda un termopar de control con el que es posible conocer la temperatura de la probeta durante el transcurso del ensayo. La probeta, con el termopar soldado, se coloca en el interior de una bobina de inducción (figura 3.2) con la que se procede a su calentamiento. La probeta está colocada entre dos palpadores: uno es fijo y el otro está conectado a un transductor de alta resolución con el que es posible medir la variación dimensional de la probeta durante el tratamiento térmico. De esta forma es posible medir la variación dimensional de la probeta durante el probeta en función de la temperatura y del tiempo. A partir de los dilatogramas " L/L_0 (T)" es posible analizar las anomalías dimensionales asociadas a los principales cambios microestructurales que sufre la probeta durante el tratamiento térmico. Las curvas " $L/L_0(t)$ " permiten conocer la cinética de la transformación (por ejemplo, de la trasformación bainítica). Los tratamientos térmicos se realizan en una cámara (figura 3.4) con condiciones de alto vacío (10-4 mbar) para evitar fenómenos de oxidación y descarburación superficial.





Figura 3.2. Bobina de inducción en la que se aprecia la probeta caliente en el interior en el transcurso de un tratamiento térmico



Figura 3.3 Cámara del dilatómetro en la que se coloca la probeta durante el ensayo.

Como el objetivo del trabajo fue diseñar los tratamientos térmicos necesarios para obtener estructuras ADI muy finas, es necesario emplear una temperatura de transformación isotérmica lo suficientemente baja, superior a Ms. Para determinar esta temperatura se realizó un primer ensayo que nos permitió conocer la temperatura Ms. El ensayo consistió en un enfriamiento acelerado desde la temperatura de austenización.

Tras conocer la temperatura Ms, se realizaron tres tratamientos térmicos diferentes, en los cuales lo único que se varió fue la temperatura de transformación bainítica y el tiempo de permanencia a esta temperatura. El tiempo que se empleó fue el necesario para obtener una matriz totalmente bainítica. En la siguiente figura (figura 3.4) se muestran los parámetros de los ciclos térmicos analizados.





Figura 4: Tratamientos térmicos realizados en el dilatómetro. Tb=220, 250 y 280 °C. El tiempo t_b fue el mínimo necesario para completar la transformación bainítica (el ensayo se interrumpió en la etapa de mantenimiento una vez que la dimensión de la probeta se estabilizó dando paso al enfriamiento final).

3.3.2 Análisis microestructural

Una vez realizados los tratamientos térmicos, se realizó un análisis mediante microscopía óptica y electrónica para analizar la naturaleza y morfología de la matriz. Para ello se realizó una preparación metalográfica de cada probeta dilatométrica. Las probetas fueron embutidas, desbastadas, pulidas y atacadas con nital al 2%. Se empleó un microscopio óptico Leica DMI5000M y un microscopio electrónico de barrido de alta resolución FEG-SEM Zeiss Ultra-Plus

3.4 Determinación de la austenita retenida

Un aspecto importante de la microestructura de las fundiciones ADI es conocer la cantidad de austenita retenida presente tras los tratamientos térmicos. La fracción de austenita retenida se determinó con un equipo de difracción de rayos X, como el que se muestra en la imagen 3.4. Esta determinación se llevó a cabo en el laboratorio de Ciencia de Materiales de la EPI de Gijón bajo los requerimientos de la norma ASTM E975.





Imagen 3.4. Imagen del equipo de difracción empleado para el cálculo de la austenita retenida.

En primer lugar se calibró el equipo de difracción, utilizando para ello un patrón de austenita. La calibración consiste en realizar medidas sobre una muestra patrón de austenita, con los parámetros correspondientes ajustados a la austenita, utilizando tanto el arco como el colimador adecuados. En el arco de medida están situados los detectores, que se disponen en el ángulo de difracción adecuado.

Para conocer la cantidad de austenita retenida, el procedimiento consistió en recoger en primer lugar los picos de difracción de los planos (220)y (200) de la austenita, colocando el detector A a 130° y el detector B a 80° y, a continuación, se cambiaron los ángulos para recoger ahora los picos de los planos de difracción (211) y (200) de la ferrita, para lo que se procedió a colocar el detector A a 156,4°y el detector B a 106,1°. A partir de las áreas integradas de los picos recogidos, el software del difractómetro proporciona directamente el porcentaje de austenita retenida.

3.5 Propiedades mecánicas

3.5.1 Ensayo de dureza

Los ensayos de dureza se realizaron a partir de las muestras tratadas térmicamente en el dilatómetro. Para la realización de los ensayos se empleó un durómetro automático (figura 3.5) Se realizaron medidas de dureza Vickers, bajo una carga de 30kg.





Figura 3.5. Durómetro automático empleado para determinar la dureza de las muestras

Se aplicó directamente sobre la superficie desbastada de la muestra a ensayar la carga de 30 kg mediante un penetrador de diamante con forma de pirámide de base cuadrada. El durómetro proporciona la dureza resultante de la muestra de forma automática.

Se realizaron cinco medidas de dureza en cada probeta, y se estimó el valor de la dureza como la media de las medidas, tras desestimar tanto el mayor valor como el menor.

3.5.2 Ensayo de microdureza

Al igual que para los ensayos de dureza, para los ensayos de microdureza se utilizaron las muestras obtenidas previamente en el dilatómetro. La medida de las microdurezas se realizó en la matriz bainítica. Para este ensayo se recurrió a un microdurómetro (Figura 3.6), en el que al igual que para los ensayos de durezas se realizaron las medidas de dureza Vickers, a partir de la huella resultante de aplicar una carga de 1kg.





Figura 3.6. Microdurómetro empleado para las mediciones de la microdureza en la matriz.

El microdurómetro aplica sobre la superficie de la probeta una carga de 1kg, mediante un indentador de diamante de forma piramidal, obteniéndose una huella de forma cuadrada. Posteriormente debe medirse la longitud de las dos diagonales del cuadrado, se calcula el valor medio de ambos valores y, utilizando las tablas de dureza Vickers correspondientes a la carga de 1 kg, se obtiene directamente el valor de la microdureza del material.

Sobre cada una de las muestras se realizaron cinco medidas, y el valor de la dureza del constituyente matriz de cada fundición se determinó como la media de las mismas tras desestimar tanto los valores mínimo y máximo.

3.5.3 Ensayo de tracción

Con el objetivo de conocer la resistencia mecánica y la ductilidad de las fundiciones desarrolladas en este trabajo se realizaron ensayos de tracción. Para la realización de los ensayos de tracción fue necesario mecanizar varias probetas de cada fundición con la geometría y dimensiones que se indican en la Figura 3.7.



Figura 3.7. Geometría y dimensiones de las probetas de tracción.

Una vez premecanizadas en forma cilíndrica las probetas, se realizaron sobre ellas los tratamientos térmicos previamente diseñados en el dilatómetro. Debido al mayor tamaño que tenían estas probetas en relación con las empleadas en el dilatómetro, el tiempo de permanencia a 900 °C fue de 3 h. Se emplearon tres temperaturas de transformación bainítica (220, 250 y 280 °C) y diferentes tiempos de mantenimiento, calculados a partir de los dilatogramas, para asegurar la total transformación de la austenita sin entrar en la etapa II a la que se hizo referencia anteriormente. Los tratamientos térmicos empleados fueron los mostrados en la Tabla 3.2:

calidad de fundición	número de probeta	tratamiento térmico
1	1.1	900 °C 3h, 220°C 66.5 h
1	1.2	900 °C 3h, 250°C 27.5 h
1	1.3	900 °C 3h, 280°C 16.5 h
2	2.1	900 °C 3h, 220°C 66.5 h
2	2.2	900 °C 3h, 250°C 27.5 h
2	2.3	900 °C 3h, 280°C 16.5 h

Tabla 3.2. Tratamientos térmicos realizados sobre las probetas premecanizadas antes de los ensayos de tracción

Los tratamientos térmicos se realizaron utilizando dos hornos diferentes, por un lado para la etapa de austenización se utilizó un horno de mufla (Figura 3.8), mientras que los tratamientos isotérmicos se llevaron a cabo en un horno de sales fundidas (Figura 3.9). El cambio de un horno a otro se realizó de la forma más rápida posible, consiguiendo de este modo un enfriamiento suficientemente rápido entre las dos temperaturas.





Figura 3.8. Horno de mufla



Figura 3.9. Horno de sales fundidas

Una vez realizados los tratamientos térmicos correspondientes, se realizó el mecanizado final de las probetas, para posteriormente realizar los ensayos de tracción. Estos ensayos se realizaron en una máquina de tracción modelo INSTRON 5882 como la que se muestra en la Figura 3.10. Los ensayos mecánicos se hicieron respetando la norma UNE.EN.ISO-6892-1/2010 (materiales metálicos, ensayos tracción a temperatura ambiente). La velocidad a la que se realizó el ensayo fue de 0.7mm/min, para la media del alargamiento a rotura se tomó como referencia 25 mm como muestra la figura 3.7, y para la medida de la deformación se empleó un extensómetro de vídeo.



Figura 3.10. Máquina de tracción empleada en los ensayos de tracción.



4 Resultados

En este apartado se recogen todos los resultados obtenidos durante todo el proceso experimental desarrollado en este trabajo. También se incluye un análisis de los resultados obtenidos.

4.1 Morfología del grafito

En primer lugar se observaron al microscopio óptico muestras de las dos calidades en estado bruto de fundición, con objeto de analizar la morfología y el tamaño del grafito. Las micrografías obtenidas se muestran en las figuras 4.1 y 4.2. Nótese que en la superficie la densidad de nódulos es superior y su tamaño es menor, lo que se justifica por la mayor velocidad de enfriamiento de la superficie de la muestra.



Figura 4.1. Micrografías de la fundición 1 en estado de pulido. a) Exterior a 100x; b) exterior a 200x; c) interior a 100x; d) interior a 200x





Figura 4.2. Micrografías de la fundición 2 en estado de pulido. a) Exterior a 100x; b) exterior a 200x; c) interior a 100x; d) interior a 200x

Como se observa en las micrografías expuestas, la morfología del grafito fue diferente en las dos calidades.

En el caso de la fundición 1, se aprecia que la formación de grafito durante la solidificación no fue la deseada, ya que aunque parte del grafito adquirió morfología nodular, otra parte significativa de este grafito presentó morfología laminar o una morfología nodular degenerada.

En el caso de la fundición 2 se puede apreciar que la mayor parte del grafito formado adquirió la forma nodular deseada aunque, una pequeña parte del grafito adquirió al igual que en la fundición 1 una morfología cuasilaminar.

A partir de las imágenes anteriores, y con el uso del analizador de imagen del microscopio óptico se calculó el contenido total de grafito de ambas fundiciones, siendo los resultados obtenidos los que se exponen en la tabla 4.1.

Fundición	Área de grafito (%)	Volumen de grafito (%)	
1	7.7	7.7	
2	7.8	7.8	

Tabla 4.1. Contenido total de grafito en las fundiciones



4.2 Tratamientos térmicos

Los tratamientos térmicos aplicados en el dilatómetro sobre la calidad 2 fueron los expuestos en la tabla 4.2, en la que se muestran las temperaturas y los tiempos de cada etapa.

Tratamiento térmico	Temperatura y tiempo de austenización	Temperatura y tiempo de trans. Bainítica
1	900°C, 1 hora	Enfriamiento rápido
2	900°C, 1 hora	220°C, 48 horas
3	900°C, 1 hora	250°C, 24 horas
4	900°C, 1 hora	280°C, 20 horas

Tabla 4.2. Tratamientos térmicos realizados sobre la calidad 2.

Como se mencionó en el apartado anterior, en la calidad 1 no se logró obtener un grafito con la morfología nodular necesaria para, tras realizar los tratamientos de transformación de la matriz obtener fundiciones ADI. Por esta razón la calidad 1 fue desestimada y solo se realizó el diseño de los tratamientos térmicos a la calidad 2.

A continuación se describen los principales resultados de los ensayos dilatométricos realizados:

<u>Tratamiento térmico 1</u>. El tratamiento térmico 1 se realizó con el objetivo de determinar la temperatura Ms de la fundición, mediante la realización de un enfriamiento acelerado desde la temperatura de austenización 900°C hasta la temperatura ambiente a una velocidad de 10 °C/s. En la figura 4.3 se muestra la variación de longitud durante el ciclo térmico. Durante el calentamiento se puede apreciar la contracción asociada a la formación de la austenita y durante el enfriamiento se puede observar la expansión asociada a la transformación martensítica que comienza a 200 °C (temperatura Ms) y no es completa del todo a temperatura ambiente. La temperatura Ms o comienzo de la transformación martensítica se tomó como el punto en el que la recta comienza a perder la pendiente.





Figura 4. 3. Dilatograma correspondiente al ciclo térmico 1 (véase tabla 4.2). la temperatura Ms resulto ser de 200°C

<u>Tratamientos térmicos 2, 3 y 4.</u> Como el objetivo del trabajo fue obtener unas fundiciones ADI muy finas, una vez conocida la temperatura Ms se decidió emplear tres temperaturas diferentes de transformación isotérmica ligeramente por encima de Ms. Las temperaturas que se emplearon fueron las siguientes 220°C, 250°C y 280°C (20, 50 y 80 °C sobre la temperatura Ms). Con estos tratamientos térmicos se pretendió conocer el tiempo necesario para completar la transformación bainítica en función de la temperatura. Los tiempos necesarios de transformación bainítica se muestran en la figura 4.4.En esta figura se muestra la evolución de la transformación bainítica en función de la temperatura, haciendo uso de la regla de la palanca. Estos tiempos de transformación completa fueron los indicados anteriormente en la tabla 4.2.





Figura 4.4. Gráfica del *porcentaje de transformación-tiempo* en función de la temperatura de transformación (se ha obtenido mediante la regla de la palanca)

En la figura 4.5 se muestra la variación de longitud experimentada por las probetas durante la transformación bainítica. Sobre estas curvas se aplicó la regla de la palanca para la obtención de las curvas que se muestran en la figura 4.4



Figura 4.5. Incremento isotérmico de longitud en las probetas debido a la transformación bainítica a diferentes temperaturas (220, 250, 280 °C).



4.3. Análisis microestructural y de durezas

4.3.1. Resultados de dureza, microdureza y del contenido de austenita retenida

La tabla 4.3 muestra el contenido de austenita retenida presente en las fundiciones ADI obtenidas en el dilatómetro aplicando los diferentes tratamientos térmicos. No hay diferencias significativas en el contenido de austenita retenida para los tres tratamientos térmicos aplicados (entre el 22 y el 26 %). La dureza aumenta a medida que disminuye la temperatura de transformación como consecuencia de un mayor afino microestructural. Se observa la misma tendencia en la evolución de la microdureza de la matriz. Los valores de dureza son inferiores a los de la microdureza, ya que en aquellos influye la presencia del grafito, fase relativamente blanda.

Tabla 4.3. Contenido de austenita retenida presente tras los tratamientos térmicos, dureza y microdureza.

Tratamiento	o térmico	Austenita retenida (%)	HV30	HV1
2	220°C, 48 horas	26+/- 4,5	518	570
3	250°C, 24 horas	22+/-5,5	479	515
4	280°C, 20 horas	25+/- 3,8	 445	487

4.3.2 Análisis microestructural

Una vez realizados los tratamientos térmicos, se realizó un análisis mediante microscopía electrónica de barrido para analizar la naturaleza y morfología de la matriz. Para ello se realizó una preparación metalográfica de cada probeta dilatométrica. Las probetas fueron embutidas, desbastadas, pulidas y atacadas con nital al 2%. Se empleó un microscopio electrónico de barrido de alta resolución FEG-SEM Zeiss Ultra-Plus, bajo un voltaje de 5 kV, manteniendo una distancia de 5 mm. Las imágenes de las microestructuras obtenidas se muestran en la figura 4.6.





Figura 4.6. Microestructura obtenida tras los diferentes tratamientos térmicos. Las imágenes 1 corresponden al tratamiento térmico con transformación isotérmica a 280°C, las imágenes 2 a 250°C y las imágenes 3 a 220°C. La columna (a) muestra las microestructuras obtenidas a 10000 aumentos, y las (b) a 50000 aumentos.

Como se puede observar en la figura 4.6 la microestructura de la matriz obtenida al aplicar los diferentes tratamientos térmicos es similar, en todas ellas aparece una microestructura de un tamaño muy fino, formada por agujas de ferrita bainítica y austenita retenida. La principal diferencia que se observa en los distintos tratamientos térmicos es el tamaño de las agujas bainíticas, que es tanto menor cuanto más baja es la temperatura de transformación (temperatura de austemperizado). Nótese también que el tamaño de los bloques de austenita también se reduce al hacerlo la temperatura. De este modo se justifica la diferencia observada en la dureza y microdureza tras los tratamientos citados: la dureza y la microdureza aumentan cuanto más fina es la microestructura del constituyente matriz.



De cualquier manera se quiere resaltar el tamaño nanométrico de las agujas citadas: el espesor de las mismas se sitúa por debajo de 200 nm.

4.4 Ensayos de tracción

La tabla 4.4 recoge todos los datos obtenidos al realizar ensayos de tracción sobre las diferentes calidades de fundición ADI. Las figuras 4.7 y 4.8 muestran las gráficas *tensión-deformación* obtenidas mediante un extensómetro de vídeo durante los ensayos. Se realizaron ensayos de tracción sobre las dos calidades (sobre la calidad 1 se aplicaron los mismos tratamientos térmicos, que se habían optimizado para la calidad 2 En la primera columna de la tabla 4.4 se muestran las temperaturas y los tiempos empleados en los tratamientos térmicos empleados.

Tabla 4 .4. Datos obtenidos en el ensayo de tracción aplicando la norma: UNE.EN.ISO.6892-1/2010

Probeta	Límite elástico 0.2% (MPa)	Tensión máxima (MPa)	A25 %	Estricción %
66.5 h/220°C -1-Calidad1	1054	1238	0,54	1,97
66.5 h/220°C -2 – Calidad 2	1264	1360	0,35	1,98
27.5h/250°C -3 - Calidad 1	966	1194	0,94	5,86
27.5h/250°C -4 - Calidad 2	1136	1241	0,39	1,58
16.5h/280°C -5 - Calidad 1	869	1074	0,92	3,55
16.5h/280°C -6 - Calidad 2	969	1180	0,94	1,99





Figura 4.7. Curva *tensión – deformación* de la calidad 1



Figura 4.8. Curva tensión - deformación de la calidad 2.

A partir de los datos de la tabla 4.4, se puede observar que las fundiciones ADI obtenidas no presentan un buen comportamiento a tracción, ya que el alargamiento obtenido, en ninguno de los tratamientos térmicos empleados superó el 1%. Esto se debe a la presencia de grafito con morfologías cuasilaminares que actúa como concentrador de tensiones y facilita la nucleación y propagación de la rotura durante el ensayo de tracción.



5 Conclusiones

En este trabajo se ha llevado a cabo el diseño del tratamiento térmico y la caracterización básica de dos nuevas calidades de fundición ADI, las cuales presentaban una composición química diferente. Se analizó la microestructura, la dureza, la microdureza y la resistencia a la tracción de las estructuras resultantes. Una vez finalizados todos los ensayos y obtenidos todos los resultados expuestos en el capítulo anterior, se pueden extraer las siguientes conclusiones:

➤ La morfología del grafito de las fundiciones ADI debe ser esferoidal, y en las dos calidades de fundición estudiadas, mediante el análisis óptico se comprobó que este grafito no presentaba una buena morfología esferoidal, lo que influenció negativamente en las propiedades mecánicas finales de las fundiciones ADI obtenidas.

➢ Los tratamientos térmicos diseñados permitieron obtener una matriz bainítica muy fina especialmente a la temperatura de 220 °C. Los tiempos necesarios para la transformación de la matriz son elevados; siendo de unas setenta horas para el mantenimiento realizado a 220 °C.

Con los tratamientos térmicos empleados se obtienen estructuras con unas durezas superiores a las de las fundiciones ADI convencionales, que disminuyen con el aumento de la temperatura de transformación isotérmica.

➢ En los ensayos de tracción llevados a cabo, se pudo comprobar que las fundiciones ADI obtenidas presentaban un límite elástico y una carga máxima elevados, pero tienen una elongación muy baja, que en ninguno de los casos alcanzaba el 1%, como consecuencia de la presencia de grafito cuasilaminar.

Como trabajo futuro, sería deseable elaborar una nueva fundición con la morfología del grafito correcta y realizar de nuevo los tratamientos térmicos y los ensayos de tracción.



6 Bibliografía

Ref. 1: J. Crisanti "ADI: Obtención de ausferrita a partir de fundiciones esferoidales y su uso", Univ. Palermo. 2007

Ref. 2: C.García Mateo, F. G. caballero; The Role of Retained Austenite on Tensile Properties of Steels whith Bainitic 6Microestructures, Materials Transactions, Vol 46, No. 8 (2005) 1839-1846.

Ref. 3: B.J.P. Sandvick; The bainite reaction in Fe-Si-C alloys: the primary stage. Metall. Trans. A, Vol 13 A (1979) 777-787

Ref.4: D.J. Moore, T.N Roundy K.B.Rundman, AFS Trans.,94 (1986) 255.

Ref.5: L.C.Chang. An analysis of retained austenite in Austempered Ductile Iron.Metallurgical and Materials Transactions, Vol. 33 A, (2003), 211-217.



7 Presupuesto

Cantidad	Descripción	Precio unitario (€)	total (€)
	Coste ensayos		
6	Preparación metalográfica	30	180
6	Análisis microestructural (óptico)	20	120
3	Análisis microestructural (SEM)	50	150
4	Tratamiento térmico (dilatómetro)	100	400
6	Tratamiento térmico hornos	40	240
3	Análisis austenita retenida	80	240
6	Ensayos de tracción	30	180
3	Análisis de dureza	10	30
3	Análisis de microdureza	10	30
		Subtotal	1570

	Coste personal		
600	Revisión de información y elaboración documento	15	9000
10	Asesoramiento	80	800
		Subtotal	9800

Subtotal	11370
IVA (21%)	2387,7
TOTAL	13757,7