

# INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

## ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS

## DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y MATERIALES

## "EFECTO DE LA ADICIÓN DE VANADIO EN LA MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES MECÁNICAS DEL HIERRO DÚCTIL, ADI'S Y CADI´S"

#### TESIS PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERIA METALURGICA

## PRESENTA:

Miguel Ángel Martínez Quiroz

DIRECTOR DE TESIS:

Dr. Alejandro Cruz Ramírez



Ciudad de México



#### INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

#### ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad deMéxicosiendo las12:00horas del día15del mes deDiciembredel2017se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de Tesisdesignada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación deESIQIEpara examinar la tesis titulada:

| "Efecto de la ad  | ición de vanadio en la mi   | croestructura y propiedades   |
|---|---|---|
| me  | cánicas de hierro dúctil, A                                       | ADI's y CADI's"   |
| Presentada por el alumno:   |   |   |
| MARTÍNEZ<br>Apellido paterno  | QUIROZ<br>Apeilido materno<br>Con                                 | MIGUEL ÁNGEL<br>Nombre(s)<br>registro: A 1 6 0 3 3 7  |
| aspirante de:   |   | [10] Physical Science and Sciences and Sc |
| MAESTRÍA EN   | CIENCIAS EN INGENIER  | A METALÚRGICA   |
| Después de intercambiar<br>APROBACIÓN DE LA TES<br>disposiciones reglamentarias | opiniones los miembro<br>SIS, en virtud de que sat<br>s vigentes. | s de la Comisión manifestaron <b>SU</b><br>isface los requisitos señalados por las  |
|   | LA COMISIÓN REVIS   | SORA  |
| Director de   | çesis<br>Ç  |   |
| DR. ALEJANDRO CRU   | Z RAMIREZ   | DR. JOSÉ FEDERICO CHÁVEZ ALCALÁ   |
| DR. JOSÉ ANA DIVIO POR  | MERO SERRANO  | DR MIQUEL ANGEL SUAREZ ROSALES  |
| DR VICTOR HUGO GUT  | IÉRREZ PĚREZ  | DR JESTS GILBERTO CODINEZ SALCEDO   |
|   |   | DLEGIO  |
|   | W. ENC. DANTE NEAL MIL  | SCUELA SUPERIOR DE<br>NGENIERIA QUIMICA E<br>NDUSTRIAS EXTRACTIVAS<br>SUCCION DE ESTUDIOS   |

INVESTIGACIÓN

SIP 14



## INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL secretaría de investigación y posgrado

## CARTA CESIÓN DE DERECHOS

En la Ciudad de México, el día <u>08</u> del mes de <u>Diciembre</u> del año <u>2017</u>, el que suscribe <u>Miguel Ángel Martínez Quiroz</u>, alumno del Programa de <u>Maestría en Ciencias en</u> <u>Ingeniería Metalúrgica</u>, con número de registro <u>A160337</u>, adscrito a la <u>Escuela Superior de</u> <u>Ingeniera Química e Industria Extractivas</u>, manifiesta que es el autor intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del <u>Dr. Alejandro Cruz Ramírez</u> y cede los derechos del trabajo titulado <u>"Efecto de la adición de vanadio en la microestructura y</u> <u>propiedades mecánicas de hierro dúctil, ADI's y CADI's</u>", al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o directores del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a las siguientes direcciones: <u>copenaguemisnk@gmail.com</u> y <u>alex73ipn@gmail.com</u>. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

Miguel Ángel Martínez Quiroz Nombre y firma del alumno



## Dedicatorias

### A mis padres

Por los ejemplos de perseverancia y constancia que los caracterizan y que me han infundado siempre, por el valor mostrado para salir adelante y por su amor. Además, por estar a mi lado en los momentos más difíciles y por su apoyo para salir de ellos.

#### A mi hermano

Por su apoyo en el ámbito académico y social.

## A mis amigos

Itzel, Andrea, Mariana, Priscilla, Ismael, Daniel y Jahaziel, de la vocacional No. 4, que, a pesar de tanto tiempo, nos seguimos apoyando.



#### Agradecimientos

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) por el apoyo económico brindado durante este trabajo.

Al Instituto Politécnico Nacional que ha sido mi segundo hogar.

Al posgrado de Metalurgia de la ESIQIE por haberme dado la oportunidad de realizar dicho trabajo.

A mi asesor Dr. Alejandro Cruz Ramírez por su apoyo brindado durante el programa de la maestría.

Al M. en C. Eduardo Colin García por sus grandes enseñanzas y por su valiosa amistad brindada.

A los miembros del comité tutorial: Dr. J. Federico C., Dr. J. Romero S., Dr. M. Suarez R., Dr. V. Gutiérrez P. y Dr. J. Godínez S.

Al Instituto Mexicano del Petróleo (IMP) por brindarme el apoyo con sus equipos e instalaciones.

A los trabajadores del IMP Ing. Jesús Olayo, Ing. Bernardo Moreno, M. en I. Martín Urriza, Ing. Antonio Rodríguez, Ing. Cruz, Dr. Ricardo Sánchez, Arq. Gustavo Quiroz, Brito, Genaro, Manuel Vélez, Jorge, Rosalba<sup>†</sup>, Perdomo, Avelino, Manuel Mexicano, Carlos Salazar, Rubén, Belén, Chelito y Rebeca, por sus enseñanzas y amistad brindada.



## Contenido

| Resumen  | I   |
|--|-----|
| Abstract   | II  |
| Lista de Figuras   | III |
| Lista de Tablas  | IV  |
| Lista de Ecuaciones                                      | V   |
| 1 Introducción   | 1   |
| 2 Antecedentes   | 3   |
| 2.1 Generalidades  | 3   |
| 2.2 Diagrama Fe-Fe $_3$ C                                | 4   |
| 2.3 Tipos de hierro                                      | 6   |
| 2.3.1 Hierro dúctil                                      | 7   |
| 2.3.1.1 Nodulización                                     | 7   |
| 2.3.1.2 Inoculación                                      | 9   |
| 2.4 Fases y microconstituyentes                          | 11  |
| 2.5 Elementos de aleación                                | 12  |
| 2.6 Tratamiento térmico                                  | 13  |
| 2.6.1 Hierro Dúctil Austemperizado                       | 14  |
| 2.6.1.1 Proceso ventana                                  | 17  |
| 2.6.1.2 Microestructura del ADI y CADI                   | 17  |
| 2.6.1.3 Defectos microestructurales en el austemperizado | 19  |
| 2.6.1.4 Los ADI's y CADI's en la industria               | 20  |
| 2.7 Estado del Arte                                      | 22  |
| 3 Desarrollo experimental                                | 26  |
| 3.1 Fabricación del hierro dúctil                        | 27  |
| 3.2 Tratamiento térmico de austemperizado                | 29  |
| 3.3 Caracterización de los hierros fabricados            | 31  |
| 3.3.1 Caracterización Microestructural                   | 31  |
| 3.3.2 Caracterización mecánica                           |     |
| 3.3.2.1 Ensayo de dureza Brinell                         |     |
| 3.3.2.2 Ensayo de resistencia a la tensión               |     |



|   | 3.3.2.3 Ensayo de resistencia al impacto       | 34 |
|---|--|----|
|   | 3.3.2.4 Ensayo de resistencia al desgaste      | 35 |
| 4 | Resultados y discusión                         |    |
|   | 4.1 Análisis químico de los hierros fabricados |    |
|   | 4.2 Análisis microestructural                  |    |
|   | 4.3 Tratamiento térmico de austemperizado      | 45 |
|   | 4.4 Caracterización mecánica                   | 52 |
|   | 4.4.1 Ensayo de dureza                         | 52 |
|   | 4.4.2 Resistencia a la tensión                 | 54 |
|   | 4.4.3 Impacto                                  | 58 |
|   | 4.4.4 Desgaste                                 | 60 |
| 5 | Conclusiones                                   | 62 |
| 6 | Bibliografía                                   | 64 |



#### Resumen

En este trabajo se fabricaron hierros dúctiles aleados con 0.1 y 0.4%V en un horno de inducción a partir de acero 1018, metal sorel y ferroaleaciones. El tratamiento de inoculación y nodulización se llevó a cabo utilizando 1% y 1.5% de FeSi y Noduloy 9C3. La nodulización se llevó a cabo mediante el proceso sándwich a 1450°C. El hierro se vacío en moldes de arena en verde y se obtuvieron muestra de 2/3 in y 1 in en espesor, para su análisis microestructural y mecánico. Las muestras de hierro dúctil (HD) se sometieron a un tratamiento térmico de austemperizado con temperaturas de austenitizado de 900 y 1150°C, y temperatura de austemperizado de 300°C por 15, 30, 45, 60, 70 y 80 minutos en baños de sales de NaNO<sub>2</sub> y KNO<sub>3</sub>. Los hierros dúctiles austemperizados se caracterizaron mediante microscopia óptica, DRX y ensayos mecánicos. Con el modelo de Aranzábal se determinó la ventana del proceso.

El conteo nodular de los HD fabricados disminuyó con el aumento del espesor de 2/3 in a 1 in. La adición de V al HD propicio que el conteo nodular aumentara de 252 a 289 nod/mm<sup>2</sup>, cuando se incrementó la adición de V de 0.1 a 0.4%. Sin embargo, la adición de 0.4 %V afecto la morfología de los nódulos y los contenidos de perlita aumentaron. Además, propició la formación de una gran cantidad de carburos de 10.58% y 19.75% con la adición de 0.1 y 0.4 % V, respectivamente para espesores de 1 in. La ventana del proceso del tratamiento térmico se determinó en 60 y 70 minutos. Se obtuvo la evolución microestructural de los hierros tratados térmicamente, obteniendo microestructuras de ausferrita para el ADI y ausferrita con carburos para el CADI. La resistencia a la tensión se incrementó al obtener el ADI-0.1V a partir del HD-0.1V de 680 MPa a 1099 MPa, respectivamente. Sin embargo, al incrementar el contenido de Vanadio para el ADI a 0.4 %, la resistencia a la tensión disminuyó debido al sobrecalentamiento en el tratamiento térmico. El CADI-0.4V obtuvo la mayor resistencia al desgaste.



#### Abstract

In this work, alloyed ductile irons were manufactured with 0.1 and 0.4% V in an induction furnace, using 1018 steel, metal sorel, and ferroalloys. The inoculation and nodulization were carried out using 1% and 1.5% FeSi and Noduloy 9C3. Nodulization was carried out by the sandwich process at 1450 ° C. The iron was poured in green sand molds and samples of 2/3 in and 1 in thickness were obtained for its microstructural and mechanical analysis. The HD samples were subjected to an austempering heat treatment with austenitizing temperatures of 900 and 1150 ° C, and austempering temperature of 300 ° C for 15, 30, 45, 60, 70 and 80 minutes in salts bath of NaNO<sub>2</sub> and KNO<sub>3</sub>. The austempering ductile irons were characterized by optical microscopy, XRD and mechanical tests. The process window was determined applying the Aranzabal model.

The nodular count of the manufactured HDs decreased with the increase in thickness from 2/3 in to 1 in. The addition of V to HD enabled the nodular count to increase from 252 to 289 nod/mm<sup>2</sup>, when the addition of V was increased from 1 to 4%. However, the addition of 0.4% V affected the morphology of the nodules and the pearlite contents were increased. In addition, a large amount of carbides were formed, these are of 10.58% and 19.75% for the addition of 0.1 and 0.4% V, respectively for thicknesses of 1 in. The window of the heat treatment process was determined at 60 and 70 minutes. The microstructural evolution of the cast irons heat treated was obtained showing microstructures of ausferrite for the ADI and ausferrite with carbides for the CADI. The tensile strength was increased from 680 MPa to 1099 MPa for a HD-0.1V and after heat treated to obtain ADI-0.1V, respectively. However, by increasing the Vanadium content for the ADI to 0.4%, the tensile strength decreased due to the overheating of the heat treatment. The CADI-0.4V obtained the highest wear resistance.



## Lista de Figuras

| Figura 1 Diagrama Hierro – Carburo de Hierro (5) 5   |
|--|
| Figura 2 Clasificación de los hierros6   |
| Figura 3 Métodos para nodulizar a) Sándwich, b) Tundish9   |
| Figura 4 Efecto de los elementos aleantes en el carbono  |
| Figura 5 Tratamiento Isotérmico de Austemperizado15  |
| Figura 6 Fotomicrografia de un hierro dúctil austemperizado  |
| Figura 7 Microestructura típica de un CADI, nódulo de grafito, matriz de ausferrita y carburos   |
| Figura 8 Defectos en el tratamiento térmico, a) en el austenitizado (las regiones claras son ferrita) y b) austenperizado (perlita, microconstituyente obscuro, en ausferrita) |
| Figura 9 Metodología experimental 26   |
| Figura 10 Materia prima utilizada 27   |
| Figura 11 a) placa modelo escalera, b) horno de inducción Inductotherm y c) espectroscopio de emisión óptica Oxford  |
| Figura 12 Procedimiento para la fabricación de los hierros dúctiles  |
| Figura 13 Ciclos del tratamiento térmico de austemperizado   |
| Figura 14 Difractometro Bruker 32  |
| Figura 15 Maquina Universal Tinius Olsen Super L 120   |
| Figura 16 Probeta de tensión 34  |
| Figura 17 a) Maquina de impacto Charpy Tinius Olsen y b) probeta normalizada (ASTM E23)  |
| Figura 18 a) Maquina de desgaste multipropósito y b) probeta cubica para ensayo de desgaste  |
| Figura 19 Fundiciones de hierro dúctil fabricadas a) hierro dúctil s/a, b) hierro dúctil aleado con 0.1% V y c) hierro dúctil aleado con 0.4% V                                |



| Figura 20 Fotomicrografías de los hierros dúctiles para a) HD s/a 2/3 in, b) HD s/a<br>1 in, c) HD 0.1% V 2/3 in, d) HD 0.1% V 1 in, e) HD 0.4% V 2/3 in y f) HD 0.4 % V<br>1 in                            |
|---|
| Figura 21 Fotomicrografías de los hierros dúctiles atacadas con nital al 2%para a)<br>HD s/a 2/3 in, b) HD s/a 1 in, c) HD 0.1% V 2/3 in, d) HD 0.1% V 1 in, e) HD 0.4%<br>V 2/3 in y f) HD 0.4 % V in      |
| Figura 22 Fotomicrografías de los hierros dúctiles atacadas con persulfato de amonio para a) HD s/a 2/3 in, b) HD s/a 1 in, c) HD 0.1% V 2/3 in, d) HD 0.1% V 1 in, e) HD 0.4% V 2/3 in y f) HD 0.4 % V 1in |
| Figura 23 Avance microestructural con respecto al tiempo y difractogramas para diferentes tiempos de austemperizado del ADI 0.1% V, ataque con nital al 2% 47   |
| Figura 24 Avance microestructural con respecto al tiempo y difractogramas para diferentes tiempos de austemperizado del CADI 0.4% V, ataque con nital al 2% 48  |
| Figura 25 Avance microestructural con respecto al tiempo y difractogramas para diferentes tiempos de austemperizado del ADI 0.4% V, ataque con nital al 2% 49   |
| Figura 26 Micro-identaciones en a) nódulo, b) matriz y c) carburo   |
| Figura 27 Curvas de esfuerzo – deformación para los hierros dúctiles fabricados 56  |
| Figura 28 Curvas de esfuerzo – deformación para los ADI's y CADI's fabricados 58  |
| Figura 29 Resultados de la energía de impacto para los materiales fabricados 59   |
| Figura 30 Resultados de la perdida de volumen para los materiales fabricados 61   |
| Figura 31 Ancho de las huellas de desgaste para a) hierro dúctil 0.4% V, b) ADI 0.4% V y c) CADI 0.4% V   |
| Lista de Tablas   |

| Tabla 1. Composición típica del hierro dúctil                              | . 8 |
|--|-----|
| Tabla 2. Efecto de los elementos aleantes en la fundición de hierro dúctil | 10  |
| Tabla 3. Influencia de los elementos de aleación en el hierro dúctil       | 12  |
| Tabla 4. Clasificación de los ADI's de acuerdo con ASTM A897/897M          | 15  |
| Tabla 5. Condiciones del tratamiento térmico de Austempering               | 31  |



| Tabla 6. Análisis Químico  | 36       |
|--|----------|
| Tabla 7. Análisis microestructural de los hierros dúctiles fabricados              | 39       |
| Tabla 8. Cantidad de austenita retenida de alto contenido de carbono (%)           | 50       |
| Tabla 9. Ensayo de dureza Brinell  | 52       |
| Tabla 10. Ensayo de Microdureza Vickers  | 53       |
| Tabla 11. Ensayo de dureza Brinell para muestras austemperizadas                   | 53       |
| Tabla 12. Resultados del ensayo de resistencia a la tracción de los hierros dúctil | es<br>54 |
| Tabla 13. Resultados de resistencia a la tracción para ADI's y CADI's              | 57       |

## Lista de Ecuaciones

| (1) Reacción Eutectica Metaestable  | 4  |
|---|----|
| (2) Reacción Eutectica Estable  | 5  |
| (3) Determinación del Carbono Equivalente                                     | 7  |
| (4) Primer Estado de Austemperizado   | 16 |
| (5) Segundo Estado de Austemperizado  | 16 |
| (6) Duereza Brinell   | 33 |
| (7) Volumen Perdido para Ensayo de Desgaste                                   | 35 |
| (8) Determinacion de Austenita Retenida                                       | 50 |
| (9) y (10) Intensidades Relativas para Austenita y Ferrita, respectivamente 5 | 50 |





#### 1 Introducción

Los hierros fundidos son aleaciones hierro - carbono – silicio con contenidos en el intervalo de 2 a 4% C y 0.5 a 3% Si. Los hierros fundidos se clasifican en cinco tipos importantes de acuerdo con la morfología del grafito y/o el tipo de microconstituyente presente: hierro gris, blanco, maleable, dúctil o nodular y de grafito compacto.

Las fundiciones de hierro se caracterizan porque se establecen dentro de la reacción eutéctica. El hierro dúctil o nodular (HD), en el cual se basa este trabajo de investigación, se caracteriza porque contiene partículas esferoidales de grafito. En comparación con el hierro gris, el hierro dúctil posee una resistencia mecánica a la tracción y ductilidad mayores que el hierro gris.

Las propiedades mecánicas de los hierros dúctiles dependen de sus características microestructurales, como son el conteo nodular, esferoidicidad y tamaño de nódulo, al igual que los microconstituyentes presentes en la matriz, los cuales pueden ser perlita, ferrita, etc.

El hierro dúctil es uno de los materiales ampliamente utilizados en la industria automotriz, ya que presenta algunas ventajas con respecto al acero o al hierro gris, como son, por ejemplo, mayor resistencia a la fatiga y mayor resistencia al desgaste, aunque con un costo mayor de fabricación, con excepción del acero. Por su buena tenacidad el hierro dúctil se está utilizado para la fabricación de piezas que experimentan ciclos de fatiga, ya que, debido a su microestructura constituida por los nódulos de grafito, inhibe el crecimiento y propagación de grietas, además posee una alta resistencia al desgaste. Estas características mecánicas son los que se requieren en componentes automotrices como cigüeñales, monoblocks, engranes, árboles de levas, etc.

Existe interés de la industria automotriz de incrementar aún más la resistencia de sus componentes sustituyendo piezas de acero.

Los hierros dúctiles aleados presentan un aumento en sus propiedades mecánicas y el vanadio como elemento aleante, adicionado en ciertas cantidades, aumenta





algunas de sus propiedades debido al efecto que se genera en la microestructura del hierro dúctil.

Se han realizado tratamientos térmicos de austemperizado a los hierros dúctiles para modificar su microestructura y mejorar aún más sus propiedades mecánicas. A partir del tratamiento de austemperizado, se puede generar una matriz de ausferrita, la cual brinda excelentes propiedades mecánicas. Este tipo de hierro se conoce como hierro dúctil austemperizado (ADI). Recientemente existe otra clasificación para estos hierros austemperizados, los cuales se denominan como hierros dúctiles austemperizados con carburos (CADI), los cuales se obtienen cuando el HD se alea con elementos formadores de carburos como el Mo, Cr, V y Mn. La microestructura de los CADI's está constituida por ausferrita y una cantidad considerable de carburos que pueden alcanzar hasta un 35%. En función de la cantidad de carburos presentes en el CADI, se pueden obtener excelentes resultados en cuanto al incremento en su resistencia a la tracción y al desgaste.

En este trabajo se fabricaron hierros dúctiles (HD) con adiciones de 0.1 y 0.4 %V, para incrementar las propiedades mecánicas de los hierros fabricados. El vanadio es un fuerte estabilizador de carburos, de tal manera que a los hierros fabricados se les aplicó un tratamiento térmico de austemperizado para obtener hierro dúctil austemperizado (ADI) y hierro dúctil austemperizado con carburos (CADI). El tratamiento térmico consistió en una etapa de austenitizado a temperaturas entre 900 y 1100 °C, seguido de otra de austemperizado en un baño de sales fundidas, en el intervalo de temperaturas de 250 a 400 °C, para obtener una microestructura del tipo bainítico conocida como ausferrita. El HD, ADI y CADI aleados con V se caracterizaron microestructuralmente mediante microscopía óptica y difracción de rayos X. Se evaluaron las propiedades mecánicas de tenacidad, dureza, resistencia a la tensión y al desgaste de los hierros fabricados.





#### 2 Antecedentes

#### 2.1 Generalidades

Debido a la Segunda Guerra Mundial, la industria de la fundición en Norteamérica se expandió y trabajó a su máxima capacidad enfocada casi en su totalidad a producir armamentos y componentes estratégicos para la guerra, lo que sin duda contribuyó de manera importante para el triunfo de los aliados. En la segunda mitad del siglo XX se desarrolló el concepto de "control de calidad", con lo cual se obtuvieron especificaciones más precisas, tanto dimensionales como químicas y físicas, por ejemplo, en la industria automotriz se fabricaron motores más eficientes, lo que se favoreció a la disminución de espesores de los monoblocks<sup>[1]</sup>.

Entre 1940 y 1950, a nivel mundial, hubo un invento notable para la industria de la fundición. Por una parte, en 1946, Heton Morrogh, obtuvo un hierro fundido con propiedades dúctiles al agregar cerio a un hierro fundido en un horno de cubilote, consiguiendo que el grafito precipitara en forma de pequeñas esferas o nódulos. Inmediatamente la British Cast Iron Association (BRICA) se volvió su promotor ya que difundió sus características y propiedades. Poco tiempo después en la Convención de la American Foundrymen's Society (AFS), que se celebró en 1948, se presentaron dos ponencias: En la primera, H. Morrogh describió que agregando un mínimo de 0.02% de cerio a un hierro desulfurado y desoxidado, se precipitaba el grafito en forma de esferas. En la segunda ponencia, Albert Paul Gangebin y Keith D. Mills, describieron un proceso por el cual, con adiciones de magnesio, se obtenían los esferoides de grafito con los mismos resultados de H. Morrogh. Este proceso se patentó y hasta la fecha es utilizado <sup>[2]</sup>.

Esta tecnología fue perfeccionada por las fundiciones que suministran partes vaciadas a la industria automotriz que, poco a poco, sustituyó una serie de piezas de acero y de hierro maleable por hierro nodular, como son los cigueñales, bielas, bisagras, etc <sup>[3]</sup>. Con costos de fabricación inferiores a los de los aceros.

A finales del siglo XX se desarrollaron hierros nodulares con alta resistencia, denominados ADI's, que por medio de un tratamiento térmico posterior, logran

3





resistencia hasta de 120,000 psi, con una elongación hasta del 18%. A partir de estos desarrollos se han realizado grandes cantidades de artículos relacionados con el hierro dúctil, y los ADI's<sup>[1]</sup>.

Las principales aleaciones de hierro que se encuentran dentro del mercado son aceros y fundiciones de hierro. Las fundiciones de hierro son aleaciones de hierro, carbono y silicio, que generalmente contienen también manganeso, fósforo, azufre, etc. Su contenido en carbono (2.11 a 4.5 %) es superior al contenido en carbono de los aceros (0.1 a 1.5 %). Las fundiciones de hierro se caracterizan porque adquieren su forma definitiva directamente por colada, además de que estos materiales nunca son sometidos a procesos de deformación plástica ni en frio ni en caliente, esto debido a los altos contenidos de carbono ocasionan que estos materiales sean frágiles y por ende no pueden forjarse ni laminarse<sup>[4]</sup>.

El empleo de las fundiciones de hierro para la fabricación de piezas para usos muy diversos ofrece las siguientes ventajas <sup>[3]</sup>.

1) Las piezas de fundición de hierro son más baratas que las de acero, y su fabricación es también más sencilla por emplearse instalaciones menos costosas y el punto de fusión para este material es relativamente más bajo que los aceros.

2) Las fundiciones son mucho más fáciles de mecanizar que los aceros.

3) Se pueden fabricar piezas con relativa facilidad, tanto de grandes como de pequeñas dimensiones y además complicadas, que se pueden obtener con gran precisión de formas y medidas.

#### 2.2 Diagrama Fe-Fe<sub>3</sub>C

El diagrama de fases para el sistema binario Fe – C se caracteriza por su equilibrio de fases estable (grafito) y metaestable (Fe<sub>3</sub>C). La figura 1 muestra el diagrama de fases de Fe – Fe<sub>3</sub>C, en este diagrama se observa que la reacción eutéctica ocurre a 1130 °C, en donde:

$$L \to \gamma + Fe_3C \tag{1}$$



Esta reacción produce hierro blanco (cementita), con una microestructura compuesta de Fe<sub>3</sub>C y perlita. Sin embargo, para condiciones verdaderamente de equilibrio, la reacción eutéctica es:

$$L \to \gamma + grafito \tag{2}$$

Cuando ocurre la reacción eutéctica estable de L  $\rightarrow \gamma$  + grafito a 1146 °C, se obtienen fundiciones de hierro, las cuales se caracterizan por la formación de precipitados de grafito en una matriz que puede ser perlítica, ferrítica o ferritico-perlítica, de acuerdo con las condiciones de enfriamiento <sup>[4]</sup>.



Figura 1 Diagrama Hierro – Carburo de Hierro<sup>[6]</sup>

En aleaciones hierro - carbono, el líquido fácilmente se subenfría 6 °C y se propicia la formación de hierro blanco. Sin embargo, al adicionar alrededor de 2 % de silicio a la aleación hierro – carbono, se incrementa la diferencia de temperatura entre las reacciones eutécticas, permitiendo que sean tolerados subenfriamientos mayores y exista un mayor tiempo para la nucleación y crecimiento del grafito eutéctico estable. El silicio, por lo tanto, es un elemento estabilizador de grafito <sup>[2]</sup>.





#### 2.3 Tipos de hierro

Según la morfología del precipitado de grafito (Figura 2), se clasifican las fundiciones de hierro en cinco tipos <sup>[4]</sup>.



Hierro Gris Hierro Dúctil Hierro Blanco Hierro Maleable Hier Figura 2 Clasificación de los hierros

Hierro Vermicular

1) Hierro gris. - La fundición de hierro gris contiene pequeñas hojuelas de grafito interconectadas que producen resistencia y ductilidad baja. Este es el hierro fundido de más uso y recibe ese nombre por el color gris deslustrado de su superficie fracturada.

2) Hierro blanco. - La fundición de hierro blanco es una aleación dura y quebradiza que contiene grandes cantidades de Fe<sub>3</sub>C. La superficie fracturada de este material se observa blanca y de ahí su nombre. Elementos tales como el cromo, níquel y molibdeno se agregan para que además de los carburos de aleación formados durante la solidificación, propicien la formación de martensita al ser tratado térmicamente.

3) Hierro maleable. - La fundición maleable se obtiene por el tratamiento térmico del hierro fundido blanco, produciendo agrupamientos redondeados de grafito (rosetas). Tiene mejor ductilidad que las fundiciones de hierro gris y blanco.

4) Hierro vermicular o de grafito compacto. - Este hierro contiene grafito compacto interconectado, que es producido por la solidificación. La forma del grafito se observa con morfologías intermedias entre escamas y esferas con numerosas barras redondas de grafito interconectadas al núcleo de la celda eutéctica.

5) Hierro dúctil o nodular. - Este tipo de hierro contiene partículas esferoidales de grafito. Este hierro se produce por tratamiento del hierro líquido con un carbón





equivalente de 4.3% con magnesio, lo cual propicia la formación del grafito esferoidal durante la solidificación. La microestructura típica de un hierro dúctil consiste en nódulos de grafito embebidos en una matriz de ferrita y perlita.

#### 2.3.1 Hierro dúctil

Los tres constituyentes de la fundición de hierro dúctil que tienen mayor influencia en las propiedades de resistencia y dureza son el carbono, silicio y fósforo. Un término conocido como carbón equivalente (CE), combina el efecto de esos elementos. En el hierro dúctil la reacción invariante eutéctica ocurre con un contenido de carbono de 4.3 % en el sistema binario Fe – C. Debido a que el silicio y fósforo están presentes en este hierro, el contenido de carbono eutéctico es menor. El efecto de los contenidos de Si y P dentro del contenido del carbono eutéctico se obtiene por el carbono equivalente (CE) <sup>[5]</sup>:

$$\% CE = \% C + \frac{\% Si}{3} + \frac{\% P}{3}$$
(3)

La fundición de hierro dúctil con un valor menor que 4.3 % de CE, es conocido como hierro dúctil hipo - eutéctico; mientras que los hierros con valores de CE mayores a 4.3 % se conocen como hierro dúctil híper – eutéctico.

#### 2.3.1.1 Nodulización

El hierro dúctil se fabrica mediante el tratamiento del hierro líquido de composición adecuada con magnesio antes de la colada <sup>[5]</sup>. Esto promueve la precipitación de grafito en forma de nódulos. El hierro dúctil fabricado tiene alta ductilidad y resistencia, por lo que se pueden fabricar componentes como: Cigüeñales, rótulas de dirección, soportes diferenciales, discos de freno, tubos de agua y válvulas, entre otros.

Elementos tales como cerio, calcio y litio <sup>[6]</sup>, también propician la formación de nódulos de grafito, sin embargo, el tratamiento con magnesio es el utilizado en la práctica. La composición base del hierro que es típicamente usado en la industria de la fundición se presenta en la Tabla 1:





 Tabla 1. Composición típica del hierro dúctil (% masa)

| С     | Si        | Mn    | S     | Р     | Mg          |
|-------|-----------|-------|-------|-------|-------------|
| 3 – 4 | 2.5 – 3.5 | < 0.3 | < 0.1 | < 0.1 | 0.04 - 0.08 |

De la tabla 1 se observa que se requieren altos valores de carbono equivalente y bajos contenidos de azufre para fabricar hierro dúctil. Se adiciona un contenido suficiente de magnesio (1% de la masa de la carga) para formar los nódulos de grafito y obtener un contenido de magnesio residual de alrededor de 0.04 % a 0.08%, lo que indica un buen tratamiento de nodulización.

La adición de magnesio en el hierro líquido no es fácil, debido a que la temperatura de ebullición del magnesio es de 1090 °C, por lo que ocurre una violenta reacción debido a la alta presión de vapor del magnesio, causando una agitación violenta del hierro líquido con una considerable pérdida de magnesio en forma de vapor, debido a que este elemento reacciona con el azufre <sup>[5]</sup>. Durante el tratamiento con magnesio, óxidos y sulfuros son formados en el hierro, resultando en la formación de escoria en la superficie del metal, la cual debe ser removida antes de la colada.

Se han desarrollado diferentes métodos para adicionar el magnesio al hierro líquido con el objetivo de incrementar la eficiencia de la nodulización. El magnesio se adiciona como ferroaleación; industrialmente se utiliza Fe-Mg con un contenido de magnesio de 5 a 8%, además de contener otros elementos minoritarios como Ca, Ce y tierras raras.

El magnesio es un fuerte desulfurizante, por lo que al ser adicionado al hierro reacciona con el azufre, una vez que el contenido de azufre disminuya a valores de aproximadamente 0.01 %, el magnesio iniciará la formación de los nódulos de grafito, por lo que el contenido de azufre en el hierro deberá ser menor a 0.1%. Los métodos para tratar el hierro líquido con el magnesio más usados en la industria son el sándwich y el convertidor o tundish. La figura 3 muestra los esquemas de estos dos métodos <sup>[7]</sup>:



1) Método sándwich: el nodulizante está contenido en el fondo de la olla de reacción y este es cubierto con pedacería de acero para retardar su reacción.

2) Método Tundish: se trata de una olla de reacción especial, en el que es colocada una cubierta especialmente diseñada para la olla que mejora la recuperación de magnesio.



Figura 3 Métodos para nodulizar a) Sándwich, b) Tundish

#### 2.3.1.2 Inoculación

Para alcanzar las propiedades mecánicas deseadas en el hierro dúctil, se debe tener una adecuada composición química del hierro, además de tener adecuados tratamientos de nodulización e inoculación. Este último se relaciona con la generación de sitios de nucleación para inducir los mecanismos de nucleación y crecimiento de los precipitados de grafito mediante nucleación heterogénea. El hierro líquido debe tener un adecuado potencial de grafitización, esto es determinado principalmente por su carbono equivalente, y en particular por su contenido de silicio. En la práctica es normal ajustar el potencial de grafitización, controlando los contenidos de silicio. Sin embargo, el efecto de otros elementos debe ser también considerado. En la Tabla 2 se muestra el efecto de elementos aleantes en el efecto de grafitización <sup>[5]</sup>.



| Grafitizadores | Estabilizadores de carburos |
|----------------|-----------------------------|
| C +3.0         | Mn -0.25                    |
| Ni +0.3        | Mo -0.35                    |
| P +1.0         | Cr -1.20                    |
| Cu +0.3        | V -1.0 a 3.0                |
| AI +0.5        |                             |

Tabla 2. Efecto de los elementos aleantes en la fundición de hierro dúctil

De la tabla 2 se observa que los elementos Ni, P, Cu y Al propician la formación de los precipitados de grafito, mientras que los elementos Mn, Mo, Cr y V tienen el efecto opuesto, favoreciendo la formación de carburos en el hierro. Por ejemplo, si se añade 1% de cromo a un hierro dúctil, su coeficiente estabilizador de carburos es de -1.2, para contrarrestar este efecto se añadiría cobre el cual tiene un efecto grafitizante de +0.3, se tendría que agregar el 3.33% de este elemento.

Incluso si se fabrica un hierro con una composición química adecuada, no se producirán piezas fundidas que tengan la estructura de grafito deseada sin la adición de inoculantes. Los inoculantes son aleaciones constituidas principalmente por FeSi con pequeñas cantidades de elementos activos como Ca, Al, Ba, los cuales inducen la nucleación de grafito eutéctico. El inoculante se utiliza entre1 y 1.2% de la masa de la carga. Sin la presencia de núcleos adecuados, el hierro líquido subenfriará debajo de la temperatura eutéctica. Los inoculantes están principalmente constituidos por grafito, ferrosilicio y silicatos de calcio <sup>[5]</sup>.

Hay dos métodos principales de inoculación: cucharón y tardía. En la primera el inoculante se agrega cuando se vacía el hierro líquido del horno a la olla de reacción <sup>[5]</sup>. La inoculación tardía se refiere al tratamiento después de que el metal ha sido vaciado de la olla de reacción, por ejemplo, a medida que entra en el molde (inoculación de flujo) o utilizando un inserto en el molde (inoculación en el molde). Los inoculantes alcanzan la eficacia máxima inmediatamente después del tratamiento y su efecto se pierde rápidamente durante un período de 10 – 20 minutos. Por lo tanto, es deseable inocular lo más tarde posible antes de la colada.



#### 2.4 Fases y microconstituyentes

Además de las características de los nódulos en el hierro dúctil, la microestructura de la matriz establece las propiedades del hierro. La estructura de la matriz obtenida de fundición depende del análisis químico y de la velocidad de enfriamiento durante su solidificación. De acuerdo con estas condiciones es posible obtener las siguientes fases y microconstituyentes <sup>[8]</sup>:

Ferrita. Es un microconstituyente esencialmente de hierro puro con un contenido de carbono menor a 0.02%. En general la ferrita en el hierro dúctil es suave y dúctil con resistencia a la corrosión pobre, alta resistencia al impacto, baja conductividad térmica y buena maquinabilidad.

Perlita. La perlita se observa como hojas alternadas de ferrita y de carburo de hierro puro con una elevada dureza. Se puede obtener como perlita fina y gruesa, dependiendo del espaciamiento de las láminas alternadas de ferrita y cementita. La resistencia a la tracción, al desgaste y la maquinabilidad varía con la finura de las láminas.

Martensita. Es un componente muy duro y quebradizo, es deseado cuando se requiere una máxima resistencia al desgaste. La martensita puede ser modificada por un tratamiento térmico a bajas temperaturas. Dependiendo de este tratamiento una estrecha variedad de propiedades de resistencia a la tensión y desgaste pueden ser producidas.

Ferrita acicular. Es producida por aleaciones o tratamiento térmico. Esta fase tiene mayor resistencia y dureza que la perlita, baja ductilidad y moderada resistencia al impacto; además de muy buena resistencia a la fatiga y a la tensión.

Austenita. La austenita es una fase, básicamente pura con diferente estructura cristalina que la ferrita, posee una relativa baja resistencia a la tensión y alta ductilidad, y alta resistencia al impacto especialmente a bajas temperaturas.

Carburo. Compuesto de hierro y carbono. Este componente raramente es deseado en el hierro dúctil, excepto cuando se desea una alta resistencia al desgaste.





Además, le confiere al hierro una baja ductilidad, baja resistencia a la tensión y pobre maquinabilidad.

#### 2.5 Elementos de aleación

Las fundiciones de hierro dúctil aleadas pueden contener elementos de aleación tales como: Ni, Cr, Mo, Cu, Mn, V, etc., en cantidades suficientes para mejorar sus propiedades mecánicas, o para generar alguna propiedad especial, como alta resistencia al desgaste, alta resistencia a la corrosión y al calor, entre otras <sup>[9]</sup>.

Los elementos de aleación modifican la microestructura del hierro dúctil y por lo tanto sus propiedades mecánicas. Estos elementos de aleación también desplazan el eutectoide en el diagrama Fe-Fe<sub>3</sub>C y además ejercen una acción muy importante y compleja sobre la grafitización.

En la Tabla 3 se señala la influencia que ejercen los diferentes elementos de aleación sobre la formación del grafito, de los carburos y sobre las características de la matriz<sup>[3]</sup>.

| Elemento | Grafitización y<br>(potencial de<br>grafitización) | Efecto sobre carburos a alta temperatura | Efecto en la matriz |
|----------|--|--|---------------------|
| С        | Favorece (+1)                                      | Disminuye estabilidad                    | Favorece la         |
|          |  |  | ferrita             |
| Si       | $F_{2}$  | Disminuve estabilidad                    | Favorece la         |
| 0        |  | Distrinuye estabilidad                   | ferrita             |
| NI       | $E_{2}$  | Disminuwa astabilidad                    | Favorece la         |
| INI      | Favorece (+0.33)                                   | Distrillinge establidad                  | ferrita             |
| Cu       | Favorece (+0.20)                                   | Sin efecto                               | Da dureza           |
| Mo       | $S_{0}$ opens ( 0.20)                              | Estabiliza fuartamenta                   | Afina perlita y da  |
| IVIO     | Se opone (-0.30)                                   | Estabiliza luertemente                   | dureza              |
| C.r.     | $S_{2}$ on $(1)$                                   | Estabiliza fuartamenta                   | Afina perlita y da  |
| CI       | Se opone (-1)                                      | Estabiliza luertemente                   | dureza              |
| <br>\/   | $S_{0}$ on $(2.5)$                                 | Estabiliza fuartamenta                   | Afina perlita y da  |
| v        | Se upune (-2.5)                                    |  | dureza              |
|          |  |  |                     |

|--|



La figura 4 muestra que los elementos de aleación en el hierro dúctil se clasifican como formadores de grafito y estabilizadores de carburos.



Figura 4 Efecto de los elementos aleantes en el carbono

Los elementos de aleación que aumentan la solubilidad del carbono son Mn, Cr, Mo, W, Ta, V, Nb, y Ti. Elementos que reducen la solubilidad del carbono son Si, Al, Cu, Ni, Co, Zr, P y S<sup>[2]</sup>.

#### 2.6 Tratamiento térmico

A las fundiciones de hierro dúctil se les realizan tratamientos térmicos principalmente para obtener microestructuras que permitan incrementar las propiedades mecánicas, las cuales no se pueden obtener directamente por colada. La microestructura típica de las fundiciones de hierro dúctil consiste en nódulos de grafito embebidos en una matriz de ferrita o perlita, o una mezcla de ambas, dependiendo del tamaño del espesor de la fundición y de la composición de la aleación, en espesores delgados es posible obtener inclusive cementita debido a la rápida velocidad de solidificación <sup>[10]</sup>.

Tratamientos térmicos de normalizado, endurecimiento por precipitación y el austemperizado son aplicables a los hierros. Estos tratamientos requieren de llevar a cabo primero una austenitización para romper la estructura de colada,





seguido por un enfriamiento controlado, tratamiento isotérmico, o una combinación de ambos, para producir una variedad de microestructuras que permiten modificar las propiedades mecánicas de las fundiciones de hierro dúctil. Estas microestructuras se clasifican en dos tipos <sup>[10]</sup>:

- 1. Aquellos en los que la principal fase dentro de la matriz del hierro es la ferrita (BCC), termodinámicamente estable.
- 2. Aquellos con una fase dentro de la matriz de austenita (FCC) metaestable.

La primera microestructura se obtiene en los procesos de recocido, normalizado, temple y revenido. La segunda microestructura es generada por un proceso isotérmico conocido como austemperizado, el cual resulta en un producto llamado hierro dúctil austemperizado, conocido como ADI por su acrónimo en inglés (austempered ductile iron), u obtener un hierro dúctil austemperizado con carburos, CADI (carbidic austempered ductile iron)<sup>[11]</sup>.

Los ADI's tienen excelentes propiedades mecánicas, tales como buena combinación de alta resistencia a la tensión y ductilidad, buena resistencia al desgaste, alta tenacidad y alta resistencia a la fatiga. Las propiedades mecánicas son mayores comparadas con las del hierro dúctil, debido a la microestructura del ADI llamada ausferrita, que consiste en ferrita acicular ( $\alpha$ ) y austenita retenida de alto contenido de carbono ( $\gamma_{HC}$ )<sup>[12]</sup>.

Desde principios de la década de los 90's, varios fabricantes han utilizado diversas técnicas para explotar las ventajas de la resistencia al desgaste de los carburos y la dureza de la matriz de la ausferrita producida por el proceso de austemperizado obteniendo los CADI's <sup>[13]</sup>.

#### 2.6.1 Hierro Dúctil Austemperizado

Existen cinco grados de ADI de acuerdo con la norma ASTM A897/897M, los cuales se observan en la Tabla 4<sup>[14]</sup>.



| Grado | Esfuerzo a la | Esfuerzo de | Elongación<br>(%) | Energía de | Dureza<br>(BHN) |
|-------|---------------|-------------|-------------------|------------|-----------------|
|       | tensión       | cedencia    |                   | impacto    |                 |
|       | (MPa/Ksi)     | (MPa/Ksi)   |                   | (J/ft-lb)  |                 |
| 1     | 850 / 125     | 550 / 80    | 10                | 100 / 75   | 269 – 321       |
| 2     | 1050 / 150    | 700 / 100   | 7                 | 80 / 60    | 302 - 363       |
| 3     | 1200 /175     | 850 / 125   | 4                 | 60 / 45    | 341 – 444       |
| 4     | 1400 / 200    | 1100 / 155  | 1                 | 35 / 25    | 366 – 477       |
| 5     | 1600 / 230    | 1300 / 185  | N/A               | N/A        | 444 – 555       |

 Tabla 4. Clasificación de los ADI´s de acuerdo con ASTM A897/897M

En la Figura 5 se observa el diagrama del tratamiento térmico de austemperizado, el cual es usado para la obtención de los ADI's y CADI's.



Figura 5 Tratamiento Isotérmico de Austemperizado

El tratamiento comienza al elevar la temperatura del hierro hasta alcanzar la zona (1) en la figura 6. En esta zona de austenitización se solubiliza el hierro para obtener la fase austenita, la cual se obtiene a temperaturas en el intervalo de 900 a 1100 °C, la selección de la temperatura depende de la existencia de carburos en





el hierro dúctil. La fase estable a esta temperatura es la austenita con nódulos de grafito embebidos en ella.

Posteriormente se lleva a cabo un enfriamiento lo suficientemente rápido (2), para evitar la formación de perlita durante el enfriamiento, hasta alcanzar la temperatura de austemperizado. La elección de esta temperatura está en función de las propiedades mecánicas que se requieran obtener para una determinada aplicación del material resultante, el ADI. Temperaturas en el intervalo de 250 a 315 °C, permiten la obtención de ausferrita fina, la cual se caracteriza por propiciar una elevada dureza y resistencia del ADI. Por otro lado, temperaturas de tratamiento isotérmico en el intervalo de 315 a 400°C, propician la obtención de ausferrita gruesa, esta microestructura se caracteriza por tener una elevada ductilidad y tenacidad <sup>[15]</sup>.

Es importante determinar el tiempo adecuado de permanencia en el tratamiento isotérmico de austemperizado para obtener la mayor cantidad de ausferrita dentro de la matriz. Dentro del tiempo de austemperizado (zona 3) se llevan a cabo las reacciones 4 y 5.

$$\gamma \rightarrow \alpha + \gamma_{HC}$$
 (4)  
 $\gamma_{HC} \rightarrow \alpha + \varepsilon$  (5)

En la reacción (4), a partir de la austenita ( $\gamma$ ) se obtiene ferrita acicular ( $\alpha$ ) y austenita de alto contenido de carbono ( $\gamma_{HC}$ ), lo que constituye la fase ausferrita; mientras que en la reacción (5) a partir de la austenita de alto contenido de carbono ( $\gamma_{HC}$ ) se genera ferrita acicular ( $\alpha$ ) más carburos ( $\varepsilon$ ) <sup>[16-17]</sup>.

Entre estas dos reacciones se ha demostrado que se encuentran la formación del 100% de la fase ausferrita, lo que propicia las mejores propiedades mecánicas que caracterizan a los ADI's por su alta resistencia y tenacidad <sup>[18-19]</sup>. A la zona localizada en el límite donde termina la reacción (4) e inicia la reacción (5), se le conoce como la brecha del proceso o simplemente la ventana del proceso (3-I), en donde se garantiza la obtención de la ausferrita. Por lo tanto, con tiempos muy cortos de permanencia se generará una matriz martensitica, mientras que, con





tiempos suficientemente largos, obtendremos una matriz bainitica (3-II). Por lo que se debe establecer el tiempo adecuado de tratamiento para obtener la ventana del proceso, punto clave para obtener los ADI's <sup>[18]</sup>.

#### 2.6.1.1 Proceso ventana

El proceso de austemperizado está definido en dos estados, de acuerdo con las reacciones (4) y (5). El final del primer estado corresponde a la máxima fracción de ferrita acicular y el enriquecimiento de la austenita; en el segundo estado, inicia la precipitación de carburos. El intervalo de tiempo entre esos dos estados es el proceso ventana. Durante este intervalo del estado 1 y 2, existen pocos cambios dentro de la morfología y composición de la ferrita acicular y toma lugar la microestructura estable de la austenita. La zona del proceso ventana depende de diversos factores como: la composición química, la segregación y las temperaturas de austenitización y austemperizado. La martensita se puede formar en regiones con poca austenita retenida de alto contenido de carbono y además puede contener carburos en aquellas regiones donde el estado dos, comienza antes debido a la segregación <sup>[19]</sup>.

#### 2.6.1.2 Microestructura del ADI y CADI

La microestructura que se busca obtener en el tratamiento térmico de austemperizado es la ausferrita, la cual es una mezcla de ferrita acicular y austenita retenida de alto contenido de carbono. La figura 7 muestra una fotomicrografía de un hierro dúctil austemperizado en donde se observa la presencia de ausferrita <sup>[20]</sup>.

Sin embargo, tratamientos térmicos de austemperizado inadecuados pueden formar otros microconstituyentes y fases que incluyen a la martensita y los carburos, los cuales ocasionan una reducción en cuanto a la ductilidad del material [21].





Figura 6 Fotomicrografía de un hierro dúctil austemperizado

El CADI es una fundición de hierro dúctil que contiene carburos (que son térmicamente o mecánicamente inducidos), que posteriormente es austemperizado para producir una matriz de ausferrita con una cantidad de carburos (carburos > 5%). Las ventajas principales del CADI son una mayor resistencia al desgaste que el ADI grado 5 con valores de tenacidad aceptables. En la figura 5 se muestra la microestructura de un CADI <sup>[22]</sup>.



Figura 7 Microestructura típica de un CADI, nódulo de grafito, matriz de ausferrita y carburos

Ferrita acicular gruesa. Este microconstituyente consiste en placas de ferrita, de aproximadamente 0.2  $\mu$ m de espesor y alrededor de 10  $\mu$ m de longitud. Estas se encuentran separadas por austenita retenida de alto contenido de carbono con o





sin algunos carburos metaestables, dependiendo de la composición química y las condiciones de tratamiento térmico <sup>[23]</sup>.

Ferrita acicular fina. Este constituyente fino es la morfología predominante en el hierro dúctil austemperizado en temperaturas menores a 330°C. La principal diferencia entre la ferrita acicular fina y la gruesa se debe a que la obtención de la ferrita acicular fina se lleva a cabo a baja temperatura. Los carburos también pueden precipitar dentro de las placas de ferrita, estos se forman a partir de la austenita retenida de alto contenido de carbono y también los que precipitan dentro de la ferrita acicular.

Austenita. La austenita se forma durante la etapa de alta temperatura, del tratamiento térmico del ADI. El contenido de carbono de la austenita cambia dependiendo de la temperatura de austenitizado. En esta microestructura hay que distinguir entre la austenita residual, que existe durante la transformación isotérmica y la austenita retenida que es el remanente sin transformar a temperatura ambiente.

Martensita. Algo de la austenita retenida de alto contenido de carbono puede transformar en martensita durante el enfriamiento.

Carburos. La precipitación de carburos en la austenita o en la ferrita acicular, depende de la composición química y del tratamiento térmico. Tiempos prolongados de austemperizado pueden causar la descomposición de la austenita residual en una mezcla de carburos y ferrita. De esto dependerán las propiedades mecánicas.

#### 2.6.1.3 Defectos microestructurales en el austemperizado

Durante el tratamiento térmico de austemperizado, si no se lleva a cabo un adecuado control en los parámetros de tiempos y temperaturas, se generarán defectos en la microestructura del material. Por ejemplo, si la temperatura de austenitización es baja en la cual se pueda generar ferrita proeutectoide, esta estará presente en la microestructura final, como se muestra en la figura 8 a),





resultando en baja resistencia y dureza del material. Por otra parte, durante el austemperizado, se pueden encontrar defectos como la formación de perlita, que puede ser causada por varias cosas, principalmente por la ausencia de un severo enfriamiento durante el cambio de austenitizado al austemperizado, o también por una baja templabilidad para el tamaño de la sección de la pieza, esto se ilustra en la figura 8 b) <sup>[16]</sup>.





Figura 8 Defectos en el tratamiento térmico, a) en el austenitizado (las regiones claras son ferrita) y b) austemperizado (perlita, microconstituyente obscuro, en ausferrita)

#### 2.6.1.4 Los ADI's y CADI's en la industria

Los componentes de ADI's con paredes de tres milímetros pueden competir contra otros materiales como son las fundiciones inyectadas, las forjas de aluminio, estampados de acero normalizados y piezas moldeadas. La fundición de tres milímetros de espesor de alta resistencia, son producidas en grandes volúmenes de piezas automotrices y en la actualidad se está trabajando arduamente para explotar su máxima eficiencia. En algunas industrias automotrices, el hierro fundido ha sido abandonado. Mientras tanto, la cantidad promedio de hierro dúctil austemperizado que está integrado en cada vehículo, está aumentando y el ADI está encontrando nuevas aplicaciones en la industria automotriz y de camiones cada año. Su alta relación resistencia – peso, bajo costo por unidad de resistencia y 100% de reciclabilidad hacen que este material sea difícil de ignorar <sup>[24]</sup>.





Las aplicaciones de los CADI's son limitadas, pero han ido creciendo. Componentes de la industria agrícola han sido producidos con los CADI's, desde los inicios de los 90's.

Los CADI's presentan algunas posibilidades de elaboración de productos para la industria. Las posibles aplicaciones en vehículos incluyen árboles de levas y seguidores de leva. Las aplicaciones agrícolas pueden incluir desgarradores, dientes, puntos de arado, placas de desgaste y componentes de cosechadoras, recogedora y empacadora. Las posibles aplicaciones ferroviarias incluyen componentes de suspensión de contacto y placas de desgaste de automóviles con vagones. En las aplicaciones de potenciales de construcción y minería se incluyen dientes excavadores y escarificadores, cortadores, martillos de molino, deflectores, protectores, cubiertas, rampas, placas, alojamientos, tubos y codos de transporte, rodillos y rodillos trituradores. Las aplicaciones industriales generales pueden incluir componentes de bombas hidráulicas, carcasas y placas de desgaste, piezas de desgaste de transportadores, patines y guías de deslizamiento <sup>[22]</sup>.





#### 2.7 Estado del Arte

D. S. Padan y colaboradores <sup>[25]</sup>, fabricaron hierros dúctiles aleados con 0.1% V y 0.043% Nb en un horno de inducción a 1490°C. Los hierros dúctiles fabricados se trataron térmicamente mediante un tratamiento térmico de austemperizado. Se austenitizaron en el intervalo de 895 a 900°C por una hora en un horno eléctrico; posteriormente, se sometieron al austemperizado en un horno con baño de sales de NaNO<sub>3</sub>-KNO<sub>3</sub>, manteniendo una temperatura constante de 335°C. El tratamiento térmico de austemperizado se llevó a cabo a diferentes tiempos desde 5 minutos hasta 3 horas para estudiar el progreso de la transformación isotérmica.

Para las pruebas de tensión se maquinaron probetas de acuerdo con la norma ASTM A897/897M. El ensayo de dureza se llevó a cabo en la escala Brinell con un identador de 5 mm y 750 kg de carga. Además, se realizó microdureza Vickers bajo una carga de 25 mg durante 15 s. por último se caracterizaron las piezas mediante microscopía electrónica de barrido y EDS.

Determinaron un incremento en la dureza Brinell al incrementar el tiempo de austemperizado. El ADI aleado con Vanadio presentó los más altos valores de resistencia a la tensión, cedencia, dureza y elongación.

Para los ADIs fabricados con V y Nb, se obtuvieron microestructuras de ausferrita. El incremento de las propiedades mecánicas de los ADI's aleados, comparado con los DI aleados, se atribuye a la fina microestructura de ausferrita y a la presencia de carburos de vanadio y niobio finos, uniformemente distribuidos en la matriz.

K. L. Hayrynen <sup>[15]</sup> muestra los tipos de ADI's que se pueden fabricar en base a la norma ASTM A897/897M -02, la cual considera del grado 1 al 5 y la diferencia entre los grados del producto es que a mayor grado se obtiene una mayor resistencia a la tensión, pero a su vez disminuye su porcentaje de elongación. Además, describe las características microestructurales que debe tener el hierro dúctil para que sea tratado térmicamente con el proceso de austemperizado, entre las cuales destacan que el número de nódulos por área sea de por lo menos 100





nódulos por mm<sup>2</sup> y que los nódulos tengan por lo menos un grado de nodularidad del 85%, además de que los carburos y las inclusiones no metálicas no excedan un máximo de 0.5%, y la porosidad sea como máximo del 1%. Describe las condiciones requeridas para obtener un exitoso tratamiento de austemperizado, en donde se requiere alcanzar una temperatura de austenitización y mantener la muestra por un tiempo suficiente para generar una fase de austenita con alto contenido de carbono, los intervalos de temperatura más utilizados son de 800°C a 1150°C. Posteriormente se da un enfriamiento rápido a la muestra para evitar la formación de perlita en la matriz, ya que si se llegara a formar la resistencia a la tensión, elongación y tenacidad, se verían drásticamente reducidas. Este enfriamiento se da hasta alcanzar la temperatura de austemperizado, en donde se determina el tiempo adecuado de permanencia para formar ausferrita. El intervalo de temperatura utilizado en el austemperizado es de 238 a 399°C.

Ch. F. Han y colaboradores <sup>[26]</sup> menciona que el CADI (hierro dúctil austemperizado con carburos) es un derivado del ADI, en el cual, el CADI, contiene ausferrita, carburos y grafito nodular. Las propiedades mecánicas de los CADI's son tan buenas como la de los ADI's. La presencia de carburos aumenta la dureza y la resistencia al desgaste, pero por otra parte decrece la ductilidad. Fabricaron cinco muestras de hierro dúctil aleados con vanadio (0%, 0.24%, 0.45%, 0.57%, 0.71%), en un horno de inducción. Las fundiciones fueron nodulizadas con FeSiMg8RE3 (utilizaron el 1.6% de la masa de la carga) e inoculadas con FeSi al 75% (1.3% de la masa de la carga). El hierro se vacío en un molde Y-block a una temperatura de 1350°C. Una vez solidificadas las piezas se llevó a cabo un tratamiento térmico de austemperizado, en el cual las piezas fueron austenitizadas a 900°C por 1.5 horas, después fueron enfriadas en un baño de sales a 220, 250, 280 y 320°C, con un tiempo de permanencia de 1.5 horas. El análisis microestructural del hierro dúctil aleado con V, reveló la presencia de perlita, grafito nodular y carburos. La cantidad de carburos formada se incrementó con el contenido de vanadio. En los CADI's producidos, la microestructura principalmente consistió en ferrita acicular, carburos, austenita retenida y grafito nodular. Durante la solidificación los carburos de vanadio pueden bloquear el





crecimiento de la austenita y producir granos refinados en el proceso de austenitizado y además se generarán más núcleos de ferrita acicular en el proceso de austemperizado. En las pruebas de tensión se observó que dentro del grupo de los CADI's fabricados, el que presentó mejor resistencia a la tensión fue la muestra austemperizada a 280°C. Mientras que en la prueba de dureza se obtuvo, que la muestra austemperizada a 220°C es la que presentó el mayor valor en comparación con las demás aleaciones. Las pruebas de impacto Charpy mostraron que la mayor energía de absorción para ocasionar la fractura se obtuvo para la muestra austemperizada a 320°C. Se determinó que los mayores valores de esfuerzo de tensión y la energía de impacto se obtuvieron en las muestras con contenidos de Vanadio que se encuentran en un intervalo de 0.24 – 0.45%.

M. A. Yescas y colaboradores <sup>[27]</sup>, desarrollaron un modelo de sistema computacional para determinar la cantidad de austenita de alto contenido de carbono en los hierros dúctiles austemperizados. En este modelo se toman en cuenta dos tipos de variables, por una parte, son los elementos químicos que se encuentran en el hierro dúctil, como es C, Si, Mn, Ni, Mo, V y Cu, en donde se establecen sus contenidos. Se especifican las variables del tratamiento térmico, las cuales son temperaturas de austenitización, austemperizado y tiempos de permanencia. Los datos seleccionados se comparan con una base de datos que se tiene dentro del modelo y genera un algoritmo el cual considera el potencial de grafitización de los elementos grafitizantes y estabilizadores de carburos. Las temperaturas y tiempos seleccionados se procesan en otro algoritmo. Los dos algoritmos se resuelven numéricamente y el programa proporciona la fracción de volumen de austenita retenida. Este modelo reproduce con éxito muchas tendencias observadas experimentalmente.

K. L. Hayrynen y colaboradores <sup>[22]</sup>, fabricaron hierro dúctil austemperizado con carburos (CADI's), estos carburos se obtuvieron mediante la adición de cromo (0.5 % y 1.5 %) y molibdeno (0.42 % y 0.47%). Las muestras fueron austenitizadas hasta una temperatura de 900 °C y se aplicaron tres temperaturas de austemperizado, 260, 316 y 371 °C. Las muestras fueron atacadas con persulfato




de amoniaco para revelar únicamente los carburos contenidos en el hierro. El contenido de carburos osciló entre valores de 5 % (bajo contenido) hasta 17 % (alto contenido) en los CADI's fabricados.

Se realizaron ensayos de desgaste los cuales muestran un aumento en la resistencia a la abrasión conforme aumenta la cantidad de carburos en los CADI's. Además, se realizaron ensayos de tensión y tenacidad. En las pruebas de tensión se observó un aumento en la resistencia al incrementar la cantidad de carburos; sin embargo, la ductilidad disminuyó drásticamente. Para los CADI's con contenidos mayores de 8 % carburos, su elongación fue menor al 1%.





# **3 Desarrollo experimental**

En este proyecto de investigación se fabricaron 2 aleaciones de hierro dúctil con diferentes contenidos de vanadio (0.1% y 0.4%) con la finalidad de modificar su microestructura e incrementar sus propiedades mecánicas, principalmente la resistencia mecánica a la tracción. Además, se realizó el tratamiento térmico de austemperizado, para obtener la fase ausferrita e incrementar aún más sus propiedades mecánicas, tal como resistencia a la tensión, impacto y desgaste. En la figura 9 se muestra la metodología experimental de este trabajo.



Figura 9 Metodología experimental



## 3.1 Fabricación del hierro dúctil

Para la fabricación de las fundiciones de hierro dúctil, se realizó el cálculo de carga para la obtención del hierro dúctil sin alear y hierro dúctil aleado con 0.1 y 0.4 %V. Se pesaron las materias primas de acuerdo con el cálculo de carga para cada hierro fabricado. La materia prima utilizada se puede ver en las imágenes de la figura 10 con su respectiva composición química.



 Acero 1018

 Elemento
 %

 C
 0.2

 Mn
 0.45

 S
 0.005 máx

 P
 0.004 máx



| Metal Sorel |       |  |  |  |  |
|-------------|-------|--|--|--|--|
| Elemento    | %     |  |  |  |  |
| С           | 3.94  |  |  |  |  |
| Si          | 0.079 |  |  |  |  |
| Mn          | 0.028 |  |  |  |  |
| S           | 0.041 |  |  |  |  |
| Р           | 0.03  |  |  |  |  |
|             |       |  |  |  |  |



| Grafito  |          |  |  |  |  |  |
|----------|----------|--|--|--|--|--|
| Elemento | %        |  |  |  |  |  |
| С        | 98       |  |  |  |  |  |
| S        | 0.05 max |  |  |  |  |  |
| Ν        | 0.03 max |  |  |  |  |  |
| Cenizas  | 0.08 max |  |  |  |  |  |



| Nodulizante 903 |      |  |  |  |
|-----------------|------|--|--|--|
| Elemento        | %    |  |  |  |
| Si              | 44.5 |  |  |  |
| Ca              | 3.3  |  |  |  |
| AI              | 1.15 |  |  |  |
| Mg              | 8    |  |  |  |
| Ce + La         | 2.8  |  |  |  |
| Otras TR        | 0.4  |  |  |  |
|                 |      |  |  |  |



| Ferrovanadio      |                              |  |  |  |  |
|-------------------|------------------------------|--|--|--|--|
| Elemento          | %                            |  |  |  |  |
| V                 | 78-85                        |  |  |  |  |
| С                 | 0.25                         |  |  |  |  |
| Si                | 1.5                          |  |  |  |  |
| S                 | 0.05                         |  |  |  |  |
| V<br>C<br>Si<br>S | 78-85<br>0.25<br>1.5<br>0.05 |  |  |  |  |







| Inoculante |     |  |  |  |  |
|------------|-----|--|--|--|--|
| Elemento   | %   |  |  |  |  |
| Si         | 75  |  |  |  |  |
| Ca         | 1   |  |  |  |  |
| AI         | 0.9 |  |  |  |  |
| Ва         | 1.1 |  |  |  |  |



| Punzonado |       |  |  |  |  |
|-----------|-------|--|--|--|--|
| Elemento  | %     |  |  |  |  |
| С         | 0.2   |  |  |  |  |
| Mn        | 0.45  |  |  |  |  |
| S         | 0.005 |  |  |  |  |

Figura 10 Materia prima utilizada





Se utilizó la placa modelo de la figura 11 a), la cual contiene placas de 4 cm x 12 cm y diferentes espesores para obtener probetas para la caracterización microestructural y mecánica. Las placas utilizadas en este trabajo fueron las 2/3 in y 1 in. Los moldes se obtuvieron utilizando la placa modelo y el proceso de moldeo en verde. La carga metálica se fundió en el horno de inducción Inductotherm con 50 kg de capacidad, el cual se observa en la figura 11 b). El metal base se inoculó mediante el método de cucharon, utilizando el 1% de la masa de la carga, con el inoculante comercial Calcifer (75% Si, 1% Ca, 0.9% Al y 1.1% Ba), posteriormente el hierro dúctil se fabricó mediante el proceso sándwich, para lo cual se utilizó 1.5% de la masa de la carga, con el nodulizante comercial Nodulloy 9C3 (44.5% Si, 8% Mg, 3.3% Ca, 1.15% Al, 2.8 Ce + La y 0.4% tierras raras). La composición química de los hierros fabricados se determinó en un equipo de espectroscopía de emisión óptica marca Oxford, el cual se observa en la figura 11 c).



b)

c)

Figura 11 a) placa modelo escalera, b) horno de inducción Inductotherm y c) espectroscopio de emisión óptica Oxford

La figura 12 muestra el procedimiento experimental utilizado para la fabricación de las aleaciones de hierro dúctil.



Figura 12 Procedimiento para la fabricación de los hierros dúctiles

# 3.2 Tratamiento térmico de austemperizado

Se utilizaron hornos eléctricos de resistencias para realizar el tratamiento isotérmico. Los ciclos de calentamiento utilizados en este trabajo para el tratamiento térmico de austemperizado se observan en la figura 13.

Se tomaron algunas muestras de los hierros fabricados en los cuales se sometieron a tratamiento térmico de austemperizado. Este tratamiento térmico consiste en calentar las muestras hasta una temperatura de austenitización, esta temperatura fue a 900°C y 1150°C <sup>[28]</sup>, el tiempo se establece por el espesor de las piezas; 1 hora por 1 pulgada de espesor de las piezas, pero también se consideró la cantidad de carburos contenidos en el material, por lo que el tiempo de



permanencia de las muestras fue de 60, 180 y 240 minutos. Posteriormente a este tratamiento térmico se enfriaron rápidamente las muestras hasta una temperatura en la cual se inició la transformación de la austenita a ausferrita, la temperatura seleccionada fue de 300°C<sup>[29]</sup>, para obtener ausferrita fina <sup>[4-17]</sup>. Se llevaron a cabo seis tiempos de permanencia en este paso, 15, 30, 45, 60, 70 y 80 minutos. Este último paso se llevó a cabo en un horno de sales (45% NaNO<sub>3</sub> y 55% KNO<sub>3</sub>). Por último, se enfriaron las piezas rápidamente en agua para mantener la estructura de ausferrita. Con este tratamiento se obtuvo el hierro dúctil austemperizado (ADI's) y el hierro dúctil austemperizado con carburos (CADI's), el cual se clasificó como CADI cuando el contenido de carburos es mayor del 5%.



Figura 13 Ciclos del tratamiento térmico de austemperizado

En la tabla 5 se muestran el número de tratamientos con sus respectivas temperaturas y tiempos para las etapas de austenitizado y austemperizado.



| Hierro  | Temperatura de | Tiempo de     | Temperatura de | Tiempo de               |
|---------|----------------|---------------|----------------|-------------------------|
| Dúctil  | austenitizado  | Austenitizado | Austemperizado | austemperizado          |
| S/A     | 900 °C         | 60 min        |                |                         |
| 0.1% V  | 900 °C         | 60 min        | 300 °C         | 15, 30, 45, 60, 70 y 80 |
| 0.4% \/ | 900 °C         | 180 min       |                | min                     |
| 0.470 V | 1150 °C        | 240 min       |                |                         |

**Tabla 5.** Condiciones del tratamiento térmico de Austemperizado

# 3.3 Caracterización de los hierros fabricados

Los hierros dúctiles fabricados y posteriormente los hierros dúctiles tratados térmicamente se caracterizaron microestructuralmente y se evaluó su comportamiento mecánico mediante pruebas de tensión, dureza, impacto y desgaste.

# 3.3.1 Caracterización Microestructural

Se llevó a cabo metalografía convencional para analizar la microestructura de los materiales fabricados, se llevó a cabo el desbaste con papeles abrasivos con diferentes números de grano (180, 240, 320, 400, 600 y 1000). Una vez realizado el desbaste se procedió a pulir las muestras en un paño con ayuda de alúmina de 0.5 µm. Después se observaron las microestructuras en un microscopio óptico y posteriormente se tomaron las respectivas fotografías. Para revelar la microestructura de los materiales se atacaron con nital al 2%. Con las fotografías tomadas se llevó a cabo un análisis cuantitativo de las fases y microconstituyentes presentes en los materiales, este análisis se realizó en el software ImagePro Plus <sup>[30]</sup>. El principio en el cual se basa el software para la determinación de fases es en las tonalidades de las fotografías. Se determinaron las características de los nódulos, la cantidad de fases y microconstituyentes que integran a los materiales fabricados. Debido a que el ataque con nital revela la ferrita y los carburos en tonalidades claras (blancas), el software toma en cuenta que ambas fases son las mismas. Para esto se realizó un segundo ataque con persulfato de amonio (10 mg) disuelto en agua (90 ml) a una temperatura de 80°C. El tiempo de ataque de





esta solución a las muestras fue de 2 minutos. Como resultado se obtuvo únicamente la presencia de los carburos contenidos dentro de la matriz de los materiales <sup>[31]</sup>.

Con ayuda de la técnica de difracción de rayos X, se determinaron las fases presentes en las muestras tratadas térmicamente y, además, a partir de esta técnica, se calculó la cantidad de austenita de alto contenido de carbono, para cada muestra sometida a tratamiento térmico de austemperizado, lo cual ayudó a determinar el proceso ventana y así conocer el tiempo en el cual se obtiene la mayor cantidad de ausferrita en las muestras tratadas <sup>[32-33]</sup>. Esta técnica se llevó a cabo en el difractómetro marca BRUKER modelo D8 Focus, con tubo de Cu para obtener radiación K $\alpha$ , que se observa en la figura 14. Se llevó a cabo un barrido de 40 a 100° con una velocidad de 2 °/min.



Figura 14 Difractometro Bruker

# 3.3.2 Caracterización mecánica

A partir de las placas de 2/3 in y 1 in de espesor, se determinaron las propiedades mecánicas de cada hierro dúctil fabricado en condición de colada y con tratamiento térmico, mediante pruebas de resistencia a la tensión, dureza Brinell, tenacidad y desgaste. Estas pruebas se realizaron en base a las normas ASTM E8, E10, E23 y G77, respectivamente.



# 3.3.2.1 Ensayo de dureza Brinell

Este ensayo de dureza se llevó a cabo en la máquina universal Tinius Olsen Super L 120 (figura 15), la muestra requirió una superficie plana y limpia. En la máquina universal se colocó un penetrador de bola de 10 mm y se aplicó una carga de 3000 kg durante 10 segundos, estos valores están estandarizados por la norma ASTME E10 <sup>[34]</sup>. Una vez realizada la huella se procedió a medir el diámetro de ésta; ésto con ayuda de un proyector de perfiles. Con los valores obtenidos de diámetro de huella para todos los ensayos se procedió a realizar el cálculo de la dureza Brinell con la siguiente ecuación (6).

$$HBW = \frac{2F_{kgf}}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$
(6)

Donde,  $F_{kgf}$  es la fuerza de la prueba en kgf, D es el diámetro del identador en mm y d es la medida del diámetro de la identación en mm. Se realizaron tres identaciones por muestra con las cuales se obtuvo

Brinell.

un promedio de dureza



Figura 15 Maquina Universal Tinius Olsen Super L 120

## 3.3.2.2 Ensayo de resistencia a la tensión

Este ensayo se llevó a cabo en la máquina universal Tinius Olsen Super L 120. Este ensayo requirió probetas redondas con sección reducida y con cuerda de ¼" para una mejor sujeción de las probetas con las mordazas, en la figura 16 se



muestra las dimensiones de la probeta. Esta prueba se basó en la norma ASTM E8<sup>[35]</sup>. Se realizaron tres pruebas con cada muestra y se obtuvieron resultados de resistencia a la tensión, esfuerzo de cedencia y elongación. Este ensayo se realizó en la misma máquina de la figura 15.



Figura 16 Probeta de tensión

# 3.3.2.3 Ensayo de resistencia al impacto

Esta prueba se llevó a cabo con una máquina de impacto Charpy Tinius Olsen (figura 17 a), para esto se maquinaron probetas, de acuerdo con la norma ASTM E23<sup>[36]</sup>, de 10 x 5 mm con una entalla tipo V, Figura 17 b, esta prueba se llevó a cabo a temperatura ambiente. Se realizaron tres pruebas con cada muestra y se obtuvieron resultados de resistencia al impacto y tipo de fractura.



Figura 17 a) Maquina de impacto Charpy Tinius Olsen y b) probeta normalizada (ASTM E23)



## 3.3.2.4 Ensayo de resistencia al desgaste

Para la prueba de desgaste se utilizó una máquina de desgaste multipropósito TE 53SLIM, se observa en la figura 18 a <sup>[37]</sup>. Este ensayo se realizó bajo la norma ASTM G77 – 05 <sup>[38]</sup>, por lo cual se maquinaron probetas cúbicas de 12.7 mm x 12.7 mm x 12.7 mm (figura 18 b). Dentro de las condiciones de la prueba, se utilizó un anillo de desgaste de 60 mm de diámetro, el cual tiene una dureza de 63 HRC, además, se aplicó una carga de 49.05 N con una distancia de ensayo de 100 m, la condición de lubricación fue vía seca; estas condiciones fueron llevadas a cabo para todas las probetas. Una vez realizado el ensayo, se midieron las huellas marcadas, esto con ayuda del estereoscopio. Para calcular el volumen perdido para cada muestra, se utilizó la ecuación (7).

$$V = \frac{D^2 t}{8} \left[ 2sen^{-1} \frac{b}{D} - sen\left( 2sen^{-1} \frac{b}{D} \right) \right]$$
(7)

Donde *V* es el volumen perdido, *D* es el diámetro del anillo de desgaste, *t* es el ancho de la probeta.



Figura 18 a) Maquina de desgaste multipropósito y b) probeta cubica para ensayo de desgaste





# 4 Resultados y discusión

#### 4.1 Análisis químico de los hierros fabricados

Se fabricaron tres coladas de hierro dúctil (DI), la primera sin alear y las otras dos aleadas con 0.1 y 0.4 % V. El análisis químico de los hierros fabricados se reporta en la tabla 6. En la Tabla 6 se observa también la determinación del carbono equivalente (CE). La composición química de los hierros fabricados se encuentra dentro de las especificaciones <sup>[39-42]</sup> para un hierro dúctil hipo-eutéctico, el caso de DI y DI 0.4% V, y para un hierro dúctil hiper-eutéctico, el DI 0.1% V.

|              | Fe   | С    | CE   | Si   | Mn   | Р    | S    | Mg   | V   |
|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|-----|
| DI           | 93.4 | 3.21 | 4.17 | 2.84 | 0.18 | 0.02 | 0.02 | 0.05 |     |
| DI<br>0.1% V | 91.7 | 3.29 | 4.42 | 2.98 | 0.16 | 0.05 | 0.04 | 0.04 | 0.1 |
| DI<br>0.4% V | 92   | 3.34 | 4.33 | 3.16 | 0.26 | 0.1  | 0.08 | 0.08 | 0.4 |

Tabla 6. Análisis Químico

El análisis químico de los tres hierros fabricados muestra que los elementos como el C, Si, Mn, P y S están dentro del rango de lo establecido por la revisión bibliográfica <sup>[41-42]</sup>. Se debe comentar que, para los hierros dúctiles, el contenido de magnesio es muy importante debido a que se requiere de un contenido de 0.04% a 0.08% para asegurar una correcta formación de los nódulos. Los resultados muestran que los hierros dúctiles fabricados presentan contenidos de magnesio residual dentro de lo establecido, lo cual asegura una correcta formación de los nódulos, sin embargo, hay que considerar el efecto del vanadio en la formación de los mismos, ya que, debido a la revisión bibliográfica, el vanadio es un potente formador de carburos y su efecto es adverso a la formación de grafito <sup>[43]</sup>.





Durante la solidificación ocurren cambios de fases en las fundiciones de hierro dúctil, en las cuales se pueden observar diferentes microestructuras dentro de estas aleaciones y éstas son causadas por cambios en la velocidad de solidificación de las piezas. Para los tres hierros dúctiles fabricados, la temperatura de vaciado se mantuvo en 1450 °C y el tiempo de desmoldeo se mantuvo constante en 30 min. En este trabajo se evaluó el efecto de la velocidad de solidificación de acuerdo con la variación del espesor de la pieza solidificada. La figura 19 muestra las coladas obtenidas para los tres hierros dúctiles fabricados, de estas coladas se evaluaron los espesores 1 in y 2/3 in para determinar su efecto en la microestructura y propiedades mecánicas.



Figura 19 Fundiciones de hierro dúctil fabricadas a) hierro dúctil s/a, b) hierro dúctil aleado con 0.1% V y c) hierro dúctil aleado con 0.4% V

#### 4.2 Análisis microestructural

En la Tabla 7 se muestra el análisis microestructural de las fases y microconstituyentes encontrados en las tres aleaciones de hierro dúctil fabricadas.

Se puede observar en la tabla 7, que mientras el contenido de grafito dentro de las tres aleaciones presenta en promedio 14.22 %, los contenidos de perlita son mayores a los de ferrita debido a que dentro de las fundiciones de hierro es más estable la perlita que la ferrita, debido al alto contenido de carbono, además de que los elementos que se encuentran dentro de los hierros dúctiles, como son el Mn, P y V, estabilizan la perlita. Dentro del contenido de carburos hay que señalar que su contenido es mayor para la fundición de hierro aleada debido a que el





vanadio es un elemento estabilizador de carburos; y si se comparan los dos espesores de las tres fundiciones fabricadas se observa que el espesor de 2/3 in, para todos los hierros presenta una mayor cantidad de carburos que los de 1 in. Esta diferencia de carburos está relacionada directamente con la solidificación, ya que, para piezas de menor espesor, la solidificación se llevará a cabo con mayor rapidez en comparación con piezas de mayor espesor, lo cual genera un aumento en la cantidad de carburos <sup>[44]</sup>. Dentro del conteo nodular se observa que, para los tres hierros, el espesor de 2/3 in presenta una mayor cantidad de nódulos que las muestras de 1 in, y esta diferencia está ligada de igual manera a la solidificación del hierro. Durante la solidificación, los átomos de carbono comienzan a aglomerarse formando los nódulos de grafito, los cuales a su vez entre mayor sea el tiempo de solidificación, éstos podrán aglomerarse a otros nódulos de grafitos con lo cual se tendrá menor cantidad de nódulos pero con tamaños relativamente grandes, con esto se puede describir también el tamaño promedio de los nódulos, en el cual el tamaño será mayor para velocidades de solidificación lentas y con tamaños menores para velocidades de solidificación rápida, este comportamiento se observa en la Tabla 7, de tal manera que los espesores de 2/3 in presentan un tamaño promedio menor a los espesores de 1 in.

Los resultados de esferoidicidad o circularidad muestran que para el hierro dúctil sin alear y el hierro dúctil microaleado con 0.1% de vanadio, se obtuvieron adecuados valores de esferoidicidad, los cuales fueron mayores o iguales a 80%, considerando que un hierro dúctil debe presentar por lo menos una esferoidicidad igual al 80%. Sin embargo, el hierro aleado con 0.4 % de vanadio presenta valores de esferoidicidad de 51.22 % y 74.15 % para los espesores de 2/3 in y 1 in, respectivamente. Esta gran diferencia en el porcentaje de esferoidicidad entre los dos primeros hierros dúctiles y el último hierro dúctil, está directamente relacionado con la cantidad del elemento aleante adicionado, debido a que, como se mencionó anteriormente, el vanadio es un elemento anti-grafitizante, lo que quiere decir que este elemento se opondrá a que se generen los precipitados de grafito en forma de esferas, por lo que se obtuvieron bajos valores en el porcentaje de esferoidicidad en el hierro dúctil aleado con 0.4 % V.



Debido a que conforme se aumenta la cantidad de vanadio en el hierro dúctil, la solubilidad del carbono aumenta y se promueve la formación de perlita <sup>[2]</sup>.

Los cambios microestructurales principales que se encontraron en las fundiciones de hierro dúctil son en el tamaño de los nódulos, en el cual el nódulo tendrá mayor tamaño conforme aumente el espesor de la pieza, hay que señalar que el proceso de solidificación inicia desde las paredes del molde hacia el centro del metal líquido. Durante este proceso se pueden encontrar dos tipos de transferencia de calor: transferencia de calor por conducción, la cual se da de las paredes del molde al metal líquido en contacto directo con éste, y transferencia de calor por convección, la cual se lleva a cabo en el centro de la pieza donde se encuentra el metal líquido <sup>[45]</sup>. De tal manera que la solidificación inicia de los bordes al centro de las piezas.

Además del cambio del tamaño del nódulo con respecto al espesor, entre menores sean los espesores las piezas se pueden blanquear, esto quiere decir que se encontrará dentro de la matriz de los hierros dúctiles cementita (Fe<sub>3</sub>C), que es la fase principal de los hierros blancos, lo cual ocasiona que los materiales sean muy duros pero quebradizos.

|  | HD s/a |       | HD 0.1% V |       | HD 0.4% V |       |
|--|--------|-------|-----------|-------|-----------|-------|
|  | 2/3 in | 1 in  | 2/3 in    | 1 in  | 2/3 in    | 1 in  |
| % Grafito  | 14.24  | 15.28 | 12.12     | 16.01 | 13.08     | 14.85 |
| % Perlita  | 42.77  | 48.22 | 37.73     | 50.44 | 46.32     | 57.11 |
| % Ferrita  | 39.87  | 34.48 | 18.28     | 22.97 | 4.07      | 8.29  |
| % Carburos   | 3.12   | 2.02  | 31.87     | 10.58 | 36.49     | 19.75 |
| Conteo nodular ( <sup>nod</sup> / <sub>mm</sub> <sup>2</sup> ) | 312    | 127   | 378       | 252   | 490       | 289   |
| Tamaño promedio (µm)   | 30.8   | 67.22 | 30.1      | 65.45 | 29.8      | 60.57 |
| % Esferoidicidad   | 83     | 80    | 81.3      | 85.7  | 51.2      | 74.1  |

Tabla 7. Análisis microestructural de los hierros dúctiles fabricados





Las Figuras 20 a 22 muestran las microestructuras de los tres hierros dúctiles fabricados en condición de colada para muestras pulidas sin ataque, atacadas con nital al 2 % y atacadas con persulfato de amonio para los dos espesores considerados, respectivamente.

La figura 20 muestra las características de la formación de nódulos, como el conteo nodular, tamaño de nódulos y morfología de los mismos. Se observa la presencia de nódulos de grafito distribuidos aleatoriamente en la matriz. Se observa para los tres hierros que se obtiene una mayor cantidad de nódulos más pequeños para el espesor de 2/3 in comparados con el espesor más grande de 1 in, en donde se obtienen nódulos más grandes en menor cantidad.

Este comportamiento se debe a que la velocidad de solidificación para los espesores de 1 in es menor, por lo que los átomos de carbono tendrán mayor tiempo para aglomerarse en los precipitados de grafito y para los espesores más delgados de 2/3 in, la solidificación será más rápida, por lo que hay un menor tiempo para que los átomos de carbono se aglomeren, formen el nódulo y comiencen a crecer en tamaño<sup>[45]</sup>.

Se observa que la aleación de hierro dúctil aleada con 0.1% V presenta nódulos formados adecuadamente, en donde no se aprecia un efecto del vanadio en cuanto a su tendencia de contrarrestar la formación de los nódulos, sin embargo, para la aleación de hierro dúctil aleada con 0.4% V, se observa una clara malformación de los nódulos en cuanto a su circularidad, esto se debe a la mayor cantidad de vanadio en la aleación y es aún más claro su efecto para el espesor de 2/3 in, por la mayor velocidad de extracción de calor en este espesor.

En la Figura 21 se muestran las metalografías de los hierros dúctiles fabricados, atacadas con nital al 2%. El hierro dúctil sin alear presenta una microestructura típica de este material constituida por nódulos de grafito embebidos en ferrita (fase blanca) y alrededor de ellos se muestra la presencia de perlita (fase gris).

Las aleaciones de hierro dúctil aleadas con vanadio muestran la obtención de zonas blancas alargadas localizadas en los límites de los nódulos, las cuales se





atribuyen a carburos. Es evidente que estas zonas constituidas por carburos crecen al incrementar el contenido de vanadio y al disminuir el espesor de las muestras de hierro de 1 in a 2/3 in.

Las fotomicrografías de los hierros atacados con persulfato de amonio se observan en la figura 22. De estas micrografías se observa una ligera formación de carburos para el hierro dúctil sin alear, los cuales se atribuyen a la formación de cementita, la cual se ha reportado para espesores delgados en hierros dúctiles hipo-eutécticos. Los hierros dúctiles aleados con vanadio muestran claramente la formación de carburos, en donde se observa un incremento en el contenido de carburos al aumentar la cantidad de vanadio y al disminuir el espesor, con lo que se favorecen las condiciones de solidificación para la obtención de carburos <sup>[46]</sup>.



Figura 20 Fotomicrografías de los hierros dúctiles para a) HD s/a 2/3 in, b) HD s/a 1 in, c) HD 0.1% V 2/3 in, d) HD 0.1% V 1 in, e) HD 0.4% V 2/3 in y f) HD 0.4 % V 1 in









Figura 21 Fotomicrografías de los hierros dúctiles atacadas con nital al 2%para a) HD s/a 2/3 in, b) HD s/a 1 in, c) HD 0.1% V 2/3 in, d) HD 0.1% V 1 in, e) HD 0.4% V 2/3 in y f) HD 0.4 % V in



a)







Figura 22 Fotomicrografías de los hierros dúctiles atacadas con persulfato de amonio para a) HD s/a 2/3 in, b) HD s/a 1 in, c) HD 0.1% V 2/3 in, d) HD 0.1% V 1 in, e) HD 0.4% V 2/3 in y f) HD 0.4 % V 1in



#### 4.3 Tratamiento térmico de austemperizado

Se llevaron a cabo tratamientos térmicos de austemperizado para los hierros dúctiles aleados con vanadio, de acuerdo con el procedimiento experimental reportado en la sección 3.2 de la experimentación. La temperatura de austenitizado es de 900 °C por 60 minutos, para el hierro aleado con 0.1% V y un tiempo de 180 minutos para el hierro aleado con 0.4% V, mientras que la temperatura de austemperizado, para ambos, se fijó en 300 °C por diferentes tiempos. La figura 23 muestra la evolución microestructural del hierro dúctil aleado con 0.1 % V para el espesor de 1 in y para los tiempos de 15, 30, 45, 60, 70 y 80 minutos.

La figura 24 muestra la evolución microestructural del hierro dúctil aleado con 0.4% V para para el espesor de 1 in y para los tiempos de 15, 30, 45, 60, 70 y 80 minutos.

En las mismas figuras 23 y 24 se muestran los resultados de difracción de rayos X para los hierros dúctiles austemperizados con contenidos de 0.1% V y 0.4 %V, respectivamente para el espesor de 1 in evaluado.

De la figura 23 se observa que, al incrementar el tiempo de tratamiento térmico del austemperizado, la evolución microestructural de austenita a ausferrita se lleva a cabo, se observa la máxima transformación después de 60 minutos para el hierro dúctil aleado con 0.1 %V. De acuerdo con los resultados de DRX se tiene que al incrementar el tiempo de tratamiento, las cantidades de austenita de alto contenido de carbono aumentan, lo que indica la formación de la ausferrita como se observa en la figura 23 a los 60 minutos <sup>[47]</sup>.

Este comportamiento se mantiene al disminuir el espesor de la muestra, en este caso es el espesor de 2/3 in, lo que indica una adecuada homogeneización de la fase austenita a la temperatura de 900 °C por 60 minutos.

De la figura 24 se observa que, al incrementar el tiempo de tratamiento térmico de austemperizado, la evolución microestructural de austenita a ausferrita se lleva a cabo durante los diferentes tiempos de austemperizado y se observa una





completa transformación después de los 70 minutos para el hierro dúctil aleado con 0.4% V. De acuerdo con los resultados de DRX se tiene que al incrementar el tiempo de tratamiento las cantidades de austenita de alto contenido de carbono aumentan, lo que indica la formación de la ausferrita; sin embargo, de estas figuras se observa que los carburos no se solubilizaron adecuadamente a las condiciones de tratamiento de austenitizado como se observa en las micrografías de la figura 24. Este comportamiento se observó en los dos espesores estudiados, por lo que se procedió a llevar a cabo un tratamiento térmico adicional de austemperizado bajo las siguientes condiciones: la temperatura de austenitizado se fijó en 1150 °C durante 240 minutos, y se llevaron a cabo las mismas condiciones, de temperatura y tiempos, del tratamiento de austemperizado, con la finalidad de disolver una mayor cantidad de carburos en la austenita. Los resultados de este tratamiento térmico se observan en las micrografías de la figura 25, además de los resultados DRX para el espesor de 1 in.

Cabe aclarar que en los resultados observados en las figuras 23, 24 y 25 de los tres tratamientos térmicos realizados, es difícil saber a qué tiempo específicamente se obtuvo la mayor cantidad de austenita de alto contenido de carbono. De tal manera que se llevó a cabo un procedimiento cuantitativo, que se ha reportado en diferentes investigaciones, para poder determinar en qué tiempo se encuentra la mayor eficiencia de este tratamiento térmico y a su vez determinar la ventana del proceso <sup>[48]</sup>.







Figura 23 Avance microestructural con respecto al tiempo y difractogramas para diferentes tiempos de austemperizado del ADI 0.1% V, ataque con nital al 2%





Figura 24 Avance microestructural con respecto al tiempo y difractogramas para diferentes tiempos de austemperizado del CADI 0.4% V, ataque con nital al 2%







Figura 25 Avance microestructural con respecto al tiempo y difractogramas para diferentes tiempos de austemperizado del ADI 0.4% V, ataque con nital al 2%



Para conocer la cantidad de austenita retenida, de una forma cuantitativa, y a su vez determinar el proceso ventana, se utilizaron las ecuaciones (8), (9) y (10) usadas por J. Aranzábal<sup>[50]</sup>:

$$\%_{\gamma} = \frac{1.4I_{\gamma}}{I_{\alpha} + 1.4I_{\gamma}} \tag{8}$$

Donde *I* es la intensidad de las reflexiones en las fases  $\gamma$  y  $\alpha$ . Además:

$$I_{\gamma} = \frac{I_{\gamma}(220) + I_{\gamma}(311)}{2}$$
 (9)  $y \qquad I_{\alpha} = I_{\alpha}(211)$  (10)

La tabla 8 muestra el resultado de los cálculos obtenidos de austenita retenida para cada tiempo de las aleaciones y de los difractogramas antes vistos:

| Aleggián |       | Tiempo de austemperizado (min) |       |       |       |       |  |  |
|----------|-------|--------------------------------|-------|-------|-------|-------|--|--|
| Aleacion | 15    | 30                             | 45    | 60    | 70    | 80    |  |  |
| ADI      | 9 / 9 | 0.80                           | 10.45 | 10.86 | 10.56 | 10.03 |  |  |
| 0.1%V    | 3.43  | 3.03                           | 10.45 | 10.00 | 10.00 | 10.05 |  |  |
| ADI      | 7 20  | 7 35                           | 7 / 8 | 7.61  | 7 67  | 7 50  |  |  |
| 0.4%V    | 1.29  | 7.55                           | 7.40  | 7.01  | 7.07  | 1.59  |  |  |
| CADI     | 5.83  | 5.07                           | 6 1 1 | 6.28  | 6 35  | 632   |  |  |
| 0.4%V    | 5.05  | 5.97                           | 0.11  | 0.20  | 0.33  | 0.32  |  |  |

 Tabla 8. Cantidad de austenita retenida de alto contenido de carbono (%)

En la tabla 8 se observa que la cantidad de austenita retenida con carbono aumenta conforme incrementan los tiempos, pero en cierto tiempo determinado los valores decaen. Para los tres casos el proceso difusional es el mismo, en el proceso de austenitizado se genera una matriz de austenita, una vez que termina desciende la temperatura, lo cual ocasiona que la austenita inestable transforme a martensita. Durante el proceso de austemperizado, comenzará el crecimiento de la ferrita debido a que la austenita es inestable a esta temperatura, así que los átomos de carbono son expulsados de la ferrita debido a su baja solubilidad, generándose de esta manera ferrita acicular y los átomos de carbono emigrarán a la red de la austenita de una forma intersticial, con lo cual se tendrá austenita





estable o como comúnmente se conoce austenita de alto contenido de carbono. El conjunto de ambas fases, ferrita acicular y austenita retenida de alto contenido de carbono, se le conoce como ausferrita.

Para el primer caso ADI 0.1%V, debido a que es una microaleación de vanadio, la pequeña cantidad de carburos contenida en su matriz son fáciles de disolver durante el austenitizado. Con lo cual los carburos no tendrán un efecto perjudicial en el crecimiento de la ausferrita.

Para el segundo caso ADI 0.4%V, en el austenitizado se disolvieron los carburos contenidos dentro de la matriz, pero el alto contenido de vanadio reduce la difusión de carbono en la austenita. Con lo cual se retrasa el tiempo de transformación de austenita a ferrita acicular ocasionando la estabilidad de una gran cantidad de ferrita acicular fina.

Y para el último caso CADI 0.4%V el tiempo de permanencia fue relativamente corto, ocasionando aún la permanencia de carburos. Específicamente el carburo VC que se encuentra en la matriz del material, bloquea el crecimiento de la austenita y refina los granos de austenita en el proceso de austenitizado y provee mayor nucleación de ferrita acicular en el proceso de austemperizado. Por lo tanto, el incremento de vanadio refina la ferrita acicular y la cantidad de ferrita acicular y carburos incrementa, pero la austenita retenida decrece <sup>[26]</sup>.

Debido al bajo porcentaje de austenita en el CADI, se esperaría que sus propiedades mecánicas en cuanto a resistencia a la tensión e impacto sean muy bajas.

Cabe señalar que a temperatura ambiente se tendrá austenita metaestable, esta fase es aquella que no está enriquecida con carbono completamente, la cual podría transformar a martensita cuando se realizan las pruebas mecánicas, por tal motivo causaría fragilidad en el material.





## 4.4 Caracterización mecánica

## 4.4.1 Ensayo de dureza

En la tabla 9 se observan los resultados obtenidos de dureza Brinell de los tres hierros fabricados en la condición de colada para los dos espesores evaluados. Se observa que la dureza se incrementa al aumentar la cantidad de vanadio y con la disminución del espesor.

| Espesor | HD s/a | HD 0.1% V | HD 0.4% V |
|---------|--------|-----------|-----------|
| 2/3 in  | 185    | 192       | 285       |
| 1 in    | 167    | 179       | 262       |

| Tabla 9. | Ensayo | de dureza | Brinell |
|----------|--------|-----------|---------|
|----------|--------|-----------|---------|

El hierro dúctil sin alear obtuvo los valores de dureza más bajos, debido a la ausencia de elementos aleantes. Para cada aleación, el espesor de 2/3 in obtuvo una mayor dureza que el espesor de 1 in, debido a la mayor velocidad de solidificación en este espesor y el efecto es aún mayor al adicionar vanadio como elemento aleante, ya que el carburo de vanadio es considerado como el más duro en la clasificación de diferentes tipos de carburos <sup>[50-51]</sup>. Para determinar el efecto de los carburos en la dureza del hierro comparado con la matriz y los nódulos de grafito, se llevaron a cabo mediciones de microdureza Vickers en cada una de estas zonas: nódulo, matriz y carburo, para los tres hierros fabricados. En la figura 26, se muestran las micro-identaciones realizadas en las zonas del nódulo, matriz y carburo.



Figura 26 Micro-identaciones en a) nódulo, b) matriz y c) carburo



En la Tabla 10 se muestra el resultado de la microdureza promedio obtenida de los nódulos, matriz y carburos en los hierros fabricados.

|              | HD s/a |       | HD 0.1% V |       | HD 0.4% V |       |
|--------------|--------|-------|-----------|-------|-----------|-------|
|              | 2/3"   | 6/6"  | 2/3"      | 6/6"  | 2/3"      | 6/6"  |
| Nódulo (HV)  | 122.5  | 136.9 | 153.7     | 141.8 | 146.2     | 129.8 |
| Matriz (HV)  | 245.6  | 251.3 | 390.2     | 351.8 | 372.9     | 347.5 |
| Carburo (HV) | 243.8  | 253.1 | 389.5     | 357.1 | 598.9     | 645.4 |

 Tabla 10. Ensayo de Microdureza Vickers

Los valores de microdureza muestran que el nódulo presenta los valores más bajos en los hierros dúctiles, debido a que el nódulo está constituido únicamente de grafito. Los valores de microdureza de la matriz son similares a los de los carburos para el HD sin alear debido a que fue difícil evaluar directamente la dureza en los escasos carburos encontrados, además de que el carburo generado en este hierro fue cementita (Fe<sub>3</sub>C), la cual presentó menos dureza que los carburos de vanadio. Los valores de microdureza de la matriz y los carburos fueron similares para el HD aleado con 0.1%V debido a que el vanadio se segrega aleatoriamente dentro de la matriz, generando un aumento en su dureza. Sin embargo, cuando se incrementó la cantidad de vanadio en el HD a 0.4%, se propició la formación de una mayor cantidad de carburos de 19.75 y 36.75 % para el espesor de 2/3 in y 1 in, respectivamente, con lo cual se obtuvieron los valores de microdureza más altos.

La tabla 11 muestra los valores de dureza Brinell de los HD austemperizados aleados con 0.1 y 0.4% V para los dos espesores evaluados.

| Espesor | ADI 0.1%V | ADI 0.4%V | CADI 0.4%V |
|---------|-----------|-----------|------------|
| 2/3 in  | 352       | 358       | 409        |
| 1 in    | 367       | 361       | 412        |

 Tabla 11. Ensayo de dureza Brinell para muestras austemperizadas



Como se observa para los primeros dos ADI's, sus durezas son muy similares, aunque hay un leve incremento en la dureza Brinell para el ADI con 0.4%V.

Se incrementó notoriamente la dureza para estos tres materiales, pero el objetivo del tratamiento térmico no es incrementar al máximo su dureza, ya que ésta puede ser alcanzada si se mantiene exactamente en los estados 1 ó 2 de las ecuaciones (4) y (5) antes vistas, las cuales presentan martensita y carburos, respectivamente. Ya que en el primer estado se obtiene gran cantidad de martensita y en el segundo de carburos. Como se ha analizado anteriormente en otros trabajos, durante varios tiempos de tratamiento térmico de austemperizado, los primeros tiempos tendrán durezas relativamente altas y conforme avanza el tiempo de austemperizado esta irá disminuyendo, hasta llegar a la dureza mínima de este material (en la ventana del proceso), posteriormente a este valor mínimo la dureza tiende a incrementar con forme sigue avanzando el tiempo de tratamiento [<sup>52</sup>], con lo cual se puede entender que el ensayo de dureza Brinell se puede emplear para la determinación de la ventana del proceso.

## 4.4.2 Resistencia a la tensión

La tabla 12 y 13 reportan los valores de esfuerzo máximo, esfuerzo de cedencia y elongación obtenidos de las curvas esfuerzo-deformación para los HD fabricados en condición de colada y tratados térmicos, respectivamente.

| Alogoión | Esposor | Esfuerzo a la tracción | Esfuerzo de cedencia | Elongación |
|----------|---------|------------------------|----------------------|------------|
| Aleacion | Espesor | (MPa)                  | (MPa)                | (%)        |
| 0.1% V   | 2/3"    | 634.959                | 464.201              | 2.04       |
| wt       | 1"      | 680.424                | 595.262              | 3.54       |
| 0.4% V   | 2/3"    | 490.758                | 425.015              | 2.57       |
|          |         |                        |                      |            |
| wt       | 1"      | 578.594                | 427.145              | 4.2        |
|          |         |                        |                      |            |

| Tabla 12. Res | ultados del ensayo | de resistencia | a la tracción de | los hierros dúctiles |
|---------------|--------------------|----------------|------------------|----------------------|
|---------------|--------------------|----------------|------------------|----------------------|

Para los hierros dúctiles en condición de colada los resultados de la prueba de tensión se observan en la tabla 12. La influencia de la microestructura del hierro





dúctil es muy importante dentro de las propiedades mecánicas que ofrece, esto lo se puede observar directamente de los resultados del ensayo de la prueba de tensión. En el hierro aleado con 0.1 % de vanadio sé observa que para el espesor de 1 in se tiene un mayor esfuerzo a la tracción, en comparación con el HD de 2/3 in de espesor. Esto se atribuye a tamaños de nódulo mayores en el espesor de 1 in que en el espesor de 2/3 in. Si el tamaño del nódulo es grande, la fractura tardará más en propagarse sobre los nódulos de grafito, en cambio para nódulos de menor tamaño la fractura se propagará con mayor rapidez.

Para el HD aleado con vanadio al 0.4 % se observa el mismo comportamiento del efecto del tamaño del nódulo en relación con el espesor de la muestra y la diferencia en resistencia mecánica. Se observa que el HD aleado con 0.4% V presenta valores de resistencia mecánica menores a los obtenidos en el HD aleado con 0.1% V, se esperaría que hubiera una mayor resistencia a la tensión debido al incremento del vanadio; sin embargo, en este caso no se alcanzó una mayor resistencia a la tensión, debido al aumento en la cantidad de vanadio en el HD, propició malformaciones de los nódulos de grafito, como se observa en la figura 21 d) y e) <sup>[53]</sup>. Anteriormente se mencionó que se requiere por lo menos 80 % de esferoidicidad de los nódulos de grafito, este parámetro es propuesto ya que con este valor se estará asegurando que se obtendrán las mejores propiedades de resistencia a la tensión.

Debido a que se está trabajando con hierro dúctil y dentro del análisis químico realizado, los elementos químicos que lo componen son promotores de perlita, esto ocasiona que en los dos casos de los hierros aleados, la zona plástica donde se espera que haya una deformación permanente, sea una zona muy reducida, esto quiere decir que a partir del esfuerzo de cedencia la deformación plástica será mínima hasta que ocurra la fractura, ya que la perlita es un microconstituyente que ofrece resistencia pero no otorga buena deformación. Dentro de los resultados de elongación, estos son valores muy bajos debido a los carburos presentes dentro de la matriz de los hierros dúctiles.



Los carburos son fases que también influyen dentro de las propiedades de tensión. Como esta fase está presente dentro de los hierros dúctiles, estos tienen la desventaja que las grietas se propaguen rápidamente en su periferia. Esto es debido principalmente a la morfología que tienen los carburos, su forma de pequeños gusanillos alargados genera que, en la punta de estos carburos, la grieta o fractura se propague con mayor facilidad. Las curvas de esfuerzo – deformación de los hierros dúctiles se observan en la figura 27.



Figura 27 Curvas de esfuerzo – deformación para los hierros dúctiles fabricados En la tabla 13 se muestran los resultados obtenidos de resistencia a la tensión para los materiales tratados térmicamente, y en ella se observa que para los dos ADIS's de diferente composición de vanadio, la resistencia a la tensión disminuye conforme aumenta la cantidad de vanadio, se observa también las curvas de





esfuerzo de deformación de la figura 28. Para el ADI 0.1%V se obtienen altos valores de resistencia a la tensión debido a que en la microestructura hay ferrita acicular, la cual es corta y fina, esto debido a las condiciones de tratamiento térmico y la microaleación de vanadio <sup>[54]</sup>. Además, que de acuerdo con la fórmula de Hall – Pech el esfuerzo de tensión incrementa con la disminución del tamaño de grano de la ferrita acicular. Hay que señalar otro beneficio del tratamiento térmico, el cual, es el aumento de la elongación para este ADI debido a que la austenita de alto contenido de carbono tiene varios planos de deslizamiento en su estructura cristalina, este efecto provoca que la fase sea muy dúctil.

|         | Aleación      | Espesor | Esfuerzo a la<br>tracción<br>(MPa) | Esfuerzo de<br>cedencia<br>(MPa) | Elongación<br>(%) |
|---------|---------------|---------|------------------------------------|----------------------------------|-------------------|
| ADI's . | 0.1 % V       | 2/3"    | 1097.139                           | 973.912                          | 4.52              |
|         | wt            | 1"      | 1099.055                           | 974.706                          | 4.54              |
|         | 0.4 % V       | 2/3"    | 658.473                            | 597.249                          | 1.11              |
|         | wt            | 1"      | 682.259                            | 611.003                          | 1.27              |
| CADI´s  | 0.4 % V<br>wt | 1"      | 793.841                            | 791.417                          | 3.99              |

Tabla 13. Resultados de resistencia a la tracción para ADI s y CADI s

Para el ADI 0.4%V se esperaría un aumento en su resistencia a la tensión, debido a que se disolvieron los carburos dentro de la matriz y la ferrita acicular resultó en grano fino y pequeño. Pero los resultados muestran que la resistencia a la tensión tuvo un insignificante aumento, con lo cual de acuerdo con la tabla 4 de la clasificación de ADI's, su resistencia a la tensión de este material es muy deficiente para poder considerarlo como un ADI. Además de que su elongación disminuyó severamente. Los bajos resultados de resistencia a la tensión son causados por las condiciones del tratamiento térmico, que ocasionaron un sobrecalentamiento del material.



Para el CADI 0.4%V, el resultado del esfuerzo de resistencia a la tensión es aceptable, debido a la presencia de carburos, los cuales separan la matriz y favorecen la fractura con facilidad. No se pudieron obtener resultados del CADI 0.4% V de 2/3 in debido a que en el maquinado el material era muy frágil y quebradizo.



Figura 28 Curvas de esfuerzo – deformación para los ADI's y CADI's fabricados

## 4.4.3 Impacto

Para los hierros obtenidos de colada, se observa en la figura 29 que conforme se aumenta la cantidad de vanadio y el espesor se reduce, disminuye la energía absorbida de impacto, debido principalmente a los carburos generados por la solidificación y los producidos por el vanadio. Mientras que este efecto se repite para los ADI's, en el caso del ADI de 0.1% V obtiene valores de mucho mayor energía (2.7 J), esto debido a que se modificó la matriz de la microestructura a ausferrita disolviendo los carburos que se tenían por colada, obteniendo mayor





resistencia, ductilidad y tenacidad <sup>[56-57]</sup>. Para el caso del CADI, hubo un pequeño aumento en cuanto a la energía de impacto, si se compara con el material del cual proviene (hierro dúctil), este bajo incremento en la energía de impacto es debido a la presencia de carburos en el material, de tal manera que estos separan la matriz drásticamente ocasionando fragilidad en el material.

Hay que tomar en cuenta también para los ADI's y CADI's, la austenita metaestable, la cual bajo ciertos esfuerzos transforma a martensita brindando al material mayor fragilidad en cuanto a la energía de impacto.



Figura 29 Resultados de la energía de impacto para los materiales fabricados





## 4.4.4 Desgaste

En la figura 30 se muestra el comportamiento de los resultados del ensayo de desgaste para cada material y su espesor. Se observa que la pérdida de volumen para los hierros aleados disminuye conforme aumenta la cantidad de vanadio.

Para los ADI's se muestra un comportamiento muy similar pero el ADI 0.4% V tiene pérdida de volumen un poco menor al ADI 0.1% V, esto es debido a las condiciones del tratamiento térmico.

Como era de esperarse, el CADI es el que tiene menor pérdida de volumen, la primera razón es principalmente porque el CADI contiene una cierta cantidad de carburos dentro de la matriz. Otra razón es, que el CADI contiene una cierta cantidad de austenita. Esta austenita puede transformar en martensita bajo la acción de bajos esfuerzos. El trabajo de endurecimiento sucede sobre la superficie del CADI por lo tanto la resistencia al desgaste aumenta.

Cabe señalar que, para todos los ensayos, las muestras de 1 in de espesor tienen mayor pérdida de volumen que los espesores de 2/3 in, esto debido a que los nódulos de grafito ejercen un fenómeno de lubricación y en conjunto con los carburos se obtiene mayor resistencia a la abrasión.

En la figura 31 se muestran algunas de las fotografías del ancho de la huella de desgaste producido por el ensayo, para los materiales aleados con 0.4% V con espesor de 1 in. Se observa que el ancho disminuye, en el siguiente orden: hierro dúctil, hierro dúctil austemperizado y hierro dúctil austemperizado con carburos. De esta manera se interpreta mejor la figura 30.


Figura 30 Resultados de la perdida de volumen para los materiales fabricados



Figura 31 Ancho de las huellas de desgaste para a) hierro dúctil 0.4% V, b) ADI 0.4% V y c) CADI 0.4% V





## 5 Conclusiones

En este trabajo se fabricaron HD hipo e hiper-eutecticos aleados con 0.1 y 0.4%V, los cuales se trataron térmicamente para obtener ADI y CADI, las conclusiones son las siguientes:

- El conteo nodular de los HD fabricados se incrementó con el decremento del espesor de 1 in a 2/3 in. La adición de V al HD propicio que el conteo nodular aumentara en un 30% y 15%, para los dos espesores respectivamente, cuando se incrementó la adición de V de 0.1 a 0.4%.
- Al incrementar la adición de V, la morfología de los nódulos se afectó, el contenido de perlita fue de 50.44% y 57.11%, además se propició la formación de una gran cantidad de carburos de 10.58% y 19.75% para la adición de 0.1 y 0.4 % V, respectivamente para espesores de 1 in
- Φ Se determinó la ventana del proceso del tratamiento térmico de austemperizado mediante la determinación del contenido de austenita retenida de alto contenido de carbono con el modelo de Aranzabal. Se estableció en 60, 70 y 70 min para el ADI-0.1V, ADI-0.4V y CADI-0.4V, respectivamente.
- La resistencia a la tensión se incrementó al obtener el ADI-0.1V a partir del HD-0.1V de 680 MPa a 1099 MPa, respectivamente. Sin embargo, al incrementar el contenido de Vanadio para el ADI a 0.4 %, la resistencia a la tensión disminuyó debido a las condiciones de tratamiento térmico que ocasionó un sobrecalentamiento para disolver los carburos.
- La dureza Brinell aumentó de 179 HB a 262 HB para los hierros aleados con V de 0.1% y 0.4%. Para el ADI-0.1V y CADI0.4V, la dureza alcanzó los 367 HB y 412 HB respectivamente. Mientras que para el ADI-0.4Vsu incremento no fue tan significativo, 361 HB. En cuanto a la energía de impacto, se aumenta hasta un 28% con el ADI-0.1V comparándolo con su



homólogo en condiciones de colada, mientras que el CADI-0.4V registra un aumento del 13% con su homólogo en condiciones de colada.

- En cuanto al ensayo de desgaste, la pérdida de volumen de material fue mayor en los hierros en condiciones de colada, en promedio la pérdida fue de 16.4 mm<sup>3</sup>, para los ADI's 0.1 y 0.4 % V, se disminuyó la pérdida de material, 15.6 mm<sup>3</sup>, pero el CADI-0.4V es el que obtuvo las menores pérdidas de volumen las cuales se encontraron en un promedio de 14.5 mm<sup>3</sup>, debido a su microestructura final.
- El ADI 0.1% V presentó las mejores propiedades mecánicas de resistencia a la tensión, impacto y dureza, debido a la alta cantidad de austenita de alto contenido de carbono y el efecto que tiene el vanadio en la refinación del grano de la ferrita acicular.
- el CADI 0.4% V presentó las más altas propiedades mecánicas que el ADI
   0.4% V. Para la prueba de degaste el CADI fue el material que tuvo menor pérdida de volumen, debido a la combinación en su matriz de ausferrita y carburos.





## 6 Bibliografía

1. **Sarre, Juan Latapi.** *Historia de la fundición en México.* Primera Edición. Mexico : Sociedad Méxicana de Fundidores, 2016.

2. **Minkoff, I.** *The Physical Metallurgy of Cast Iron.* Primera Edición. Israel : Page Brothers, 1983.

3. Barreiro, José Apraiz. Fundiciones. Segunda Edición. Madrid : Dossat, 1963.

Askeland, Donald R. Ciencia e Ingeniería de Materiales. Sexta Edición.
 Estados Unidos : Cengage Learning, 2013.

5. **Brown, John R.** *Foseco Ferrous Foundryman's Handbook.* Primera Edición. Inglaterra : Butterworth Heinemann, 2000.

6. Garcia, Eduardo Colin. Tesis "Efecto de la densidad de nódulos sobre las propiedades mecánicas de ADI's aleados con Ni". Mexico, 2017.

7. **Skaland, T.***A New Method for Chill and Shinkage Control in Ladle Treated Ductile Iron.* Norway : Elkem Foundry Products, 2003.

8. **Radzikowska, Janina M.** *Metallography and Microestructures of Cast Iron.* Poland : The Foundry Research Institute, 2000.

9. **D. Rajnovic, O. Eric, L. Sidjanin.** *The standard processing window of alloyed ADI materials.* Serbia : Kovove Mater, 2011.

10. Elliot, H. Bayati and R. The Concept of an Austempered Heat Treatment Processing Window. Manchester : Grosvenor, 2001.

11. Monchoux, C. Verdu, G. Thollet, R. Fougeres and A. Reynaud. Morphological Changes of Graphite Spheroids During Heat Treatment of Ductile Cast Iron. France : Elseivier, 2001.

12. G. E. Totten, G. E. Totten and Associates, LLC. Failures Related to Heat Treating Operations. Japan : Tenaxol Inc., 2003.





13. John R. Keough, P. E. and Kathy L. Hayrynen, PhD. Carbidic Austempered Ductile Iron. USA : Applied Process Inc., 2000.

14. ASTM A897 / A897. Standard Specification for Austempered Ductile Iron Castings . 2016.

15. **Hayrynen, Kathy L.***ADI: Another Avenue for Ductile Iron Foundries.* Michigan : Applied Process Inc., 2007.

16. **Hayrynen, Kathy L.** *The Production of Austempered Ductile Iron.* USA : Applied Process Technologies, 2002.

17. **Crisanti, Jose.** *ADI: Obtención de ausferrita a partir de fundiciones esferoidales y su uso.* Palermo : C&T, 2009.

18. **M. Janjic, H. Avdusinovic, Z. Jurkovic, F. Bikic, S. Savicevic.** *Influence of Austempering Heat Treatment on Mechanical and Corrosion Properties of Ductile Iron Samples.* Serbia : Original Scientific Paper, 2016.

19. Saranya Panneerselvam, Codrick J. Martis, Susil K. Putatunda, James M. Boileau. An investigation on the stability of austenite en Austempered Ductile Cast Iron (ADI). USA : Elsevier, 2014.

20. Sudhakar Umale, Ajay Likhite, D. R. Peshwe and S. U. Pathak. *Wear Characteristics of Low Carbon Equivalent Austempered Ductile Iron.* India : Materials Science and Technology, 2011.

21. **M. Cerah, K. Kocatepe, M. Erdogan.** Influence of martensite volume fraction and tempering time on tensile properties of partially austenitized in the ferrite + austenite temperature range and quenched + tempered ferritic ductile iron. Turkey : Journal of Materials Science, 2005.

22. K. L. Hayrynen, K. R. Brandenberg. *Carbidic Austempered Ductile Iron* (*CADI*) - *The New Wear Material.* USA : American Foundry Society, 2003.

23. **González, Miguel Angel Yescas.** *Modelling the Microstructure and Mechanical Properties of Austempered Ductile Iron.* 2001.



24. Hayrynen, J. R. Keogh and K. L. *Designing with Austempered Ductile Iron (ADI).* USA : American Foundry Society, 2010.

25. **Padan, D. S.** *Microalloying in Austempered Ductile Iron (ADI).* India : American Foundry Society, 2012.

26. **Ch. F. Han, Y. F. Sun, Y. Wu, Y. H. Ma.** *Effects of Vanadium and Austempering Temperature on Microstructure and Properties of CADI.* USA : Springer Science, 2015.

27. M. A. Yescas, H. K. D. H. Bhadeshia, D. J. MacKay. Estimation of the amount of retained austenite in austempered ductile irons using neural networks. London : Elsevier, 2000.

28. Elliot, H. Bayati and R. Role of austenite in promoting ductility in an austempered ductile iron. London : Elsevier, 1997.

29. **P. Prasad Rao, Susil K. Putatunda.** *Investigations on the fracture toughness of austempered ductile irons austenitized at different temperatures.* India : Elsevier, 2002.

30. R. E. Ruxanda, D. M. Stefanescu, T. S. Piwonka. *Microstructure Characterization if Ductile Thin Wall Iron Castings.* Alabama : American Foundry Society, 2002.

31. **S. A. Patil, S. U. Pathak, Ajay Likhite.** *Development and Wear Analysis of CarbidicAustempered Ductile Iron (CADI).* India : International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology, 2014.

32. **Z. Lawrynowicz, S. Dymski.** *Carbon Concentration of Austenite in Austempered Ductile Iron (ADI).* Poland : Archives of Foundry Engineering, 2007.

33. **Peng Yun - Cheng, Jin Hui - Jin, Liu Jin Hai, Li Guo - Lu.** *Influence of cooling rate on the microestructure and properties of a new wear resistant carbidic austempered ductile iron (CADI).* China : Elsevier, 2012.





34. ASTM E10. Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials. 2017.

35. ASTM E8 / E8M. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. 2016.

36. ASTM E23. Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials. 2016.

37. Products Plint Tribology. *TE* 53SLIM Multi - purpose Friction and Wear Tester.2006.

38. **ASTM G77.** Ranking Resistance of Materials to Sliding Wear Using Block-on-Ring Wear Test. 2005.

39. **Hemanth, J.** *Fracture toughness of austempered chilled ductile iron.* India : Materials Science and Technology, 1998.

40. **Cheng - Hsun Hsu, Kaun - Ting Lin.** A study on microstructure and toughness of copper alloyed and austempered ductile irons. Taiwan : Elsevier, 2011.

41. J. Aranzabal, I. Gutierrez, J. M. Rodriguez - Ibabe and J. J. Urcola. Influence of heat treatments on microstructure and toughness of austempered ductile iron. Spain : CEIT, 1992.

42. Kyeong-hwan Choe, Kyoung-mook Lim, Sang-mok Lee and Kyong-whoan Lee. The Effect of Vanadium and Chomium on the Precipitation of Carbide in Si-Mo Ferritic Ductile Iron. South Korea : Technology R&D, 2005.

43. Edmonds, K. He and D. V. Formation of acicular ferrite and influence of vanadium alloying. London : IoM, 2001.

44. **Goodrich, G. M.** *Cast Iron Microstructure Anomalies and Their Causes.* USA : Bodycote Taussing, 2000.

45. Boles, Yunus A. Cengel and Michael A. Termodinamica. Mc Graw Hill, 2006.





46. **Hideo Nakae, Sanghoon Jung, Takayuki Kitazawa.** *Euctectic solidification mode of spheroidal graphite cast iron and graphitization.* Japan : China Foundry, 2007.

47. Jinhai Liu, Guolu Li, Xuebo Zhao, Xiaoyan Hao, Jianjun Zhang. Effect of Austempering Temperature on Microstructure and Properties of Carbidic Austempered Ductile Iron. China : Trans Tech Publications, 2011.

48. J. Aranzabal, I. Gutierrez, J. M. Rodriguez, Ibabe and J. J. Urcola. *Influence of Microstructure on the Thoughness of an Austempered Ductile Iron.* USA : s.n., 1998.

49. **ASTM E975.** Standard Practice for X - Ray Determination of Retained Austenited in Steel with Near Random Crystallographic Orientation. 2013.

50. Gusev, A. A. Rempel and A. I. Nanostructure and atomic ordening in vanadium carbide. Russia : Jetp Letters, 1999.

51. **Swapnil V. Shah, Narendra B. Dahotre.** *Laser surface - engineered vanadium carbide coating for extended die life.* USA : Elsevier, 2002.

52. **Milosan, Ioan.** *Kinetics of a S. G. Cast Iron.* Romania : European Science Journal, 2014.

53. Bokang, Cai Qizhou and Wei. Recente development of ductile cast iron production technology in China. China : China Foundary, 2013.

54. Harding, P. A. Blackmore and R. A. The Effects of Metallurgical Process Variables on the Properties of Austempered Ductile Iron, 1984.

55. Anil Kumar Sinha, Bohn Piston. Defects and Distortion in Heat -TreatedParts. Handbook : ASM, 1991.

56. Gulcan Toktas, Mustafa Tayanc, Alaaddin Toktas. *Effect of matrix structure* on the impact properties of an alloyed ductile iron. Turkey : Elsevier, 2006.





57. Ajay Likhite, Prashant Parhad, D. R. Peshwe, S. U. Pathak. *Effect of Austenitization Temperature on Wear Behavior of Carbidic Austempered Ductile Iron.* India: International Journal of Aerospace and Mechanical Engineering, 2014.

58. **M. Heck, H. M. Ortner, S. Flege, U. Reuter, W. Ensinger.** *Analytical investigations concerning the wear behaviour of cutting tools used for the machining of compacted graphite iron and grey cast iron.* Germany : Elsevier, 2007.