

INFLUENCIA DE LA MICROESTRUCTURA DE PARTIDA Y LA COMPOSICIÓN QUÍMICA EN LA FERRITIZACIÓN Y PERLITIZACIÓN DE HIERROS NODULARES

Harold Machado ^{1*}, Ricardo Aristizábal ¹, Mateo Montoya ¹

1: GIPIMME, Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia

* E-Mail: harold.machado@udea.edu.co

RESUMEN

En este trabajo se estudió el efecto de la composición química, la microestructura de partida, el conteo de nódulos y las temperaturas de tratamiento térmico en la obtención de matrices completamente ferríticas o perlíticas para cuatro hierros nodulares aleados con diferentes contenidos de níquel y cobre. Se utilizaron cálculos con ThermoCalc®, microscopía electrónica de barrido y microscopía óptica para determinar las temperaturas y tiempos óptimos de los tratamientos térmicos para obtener las matrices deseadas. Los resultados mostraron que la composición química tiene un efecto en la temperatura de ferritización y el tiempo de sostenimiento, especialmente cuando se tiene cobre en la aleación, dificultando la disolución de la perlita. De igual manera se presenta un cambio en el conteo de nódulos en las aleaciones ferritizadas. También se encontró que el rango de temperatura para el normalizado sin presencia de ferrita en la matriz está entre 460-500 °C, teniendo una variación en el espaciamiento interlaminar, producto de las diferencias de la temperatura de tratamiento con la temperatura eutectoide.

Palabras clave: Fundición nodular, ferritización, normalizado, microsegregación, austenización, tratamiento isotérmico, conteo de nódulos.

INFLUENCE OF THE STARTING MICROSTRUCTURE AND CHEMICAL COMPOSITION ON THE OBTAINMENT OF FERRITIC AND PEARLITIC MATRICES IN NODULAR IRONS

ABSTRACT

In this work the effect of the chemical composition, starting microstructure, nodule count and heat treatment temperatures in obtaining fully ferritic or fully pearlitic matrices for four ductile iron alloys with different nickel and copper contents were studied. Calculations with ThermoCalc®, scanning electron microscopy and optical microscopy were used to determine the optimum temperatures and times of the heat treatments to obtain the desired matrices. The results showed that the chemical composition affects the annealing temperature and the holding time, especially when you have copper in the alloy, making it difficult to dissolve the pearlite. Similarly, there is a change in the count of nodules in ferritized alloys. It was also found that the temperature range for normalization without the presence of ferrite in the matrix is between 460-500 °C, having a variation in interlamellar spacing due to difference between the heat treatment temperature and the eutectoid temperature.

Keywords: Ductile iron, annealing, normalizing, microsegregation, austenization, isothermal

treatment, density nodule.

1. INTRODUCCIÓN

Las propiedades mecánicas de los hierros nodulares dependen principalmente de su matriz, el conteo de nódulos y la nodularidad. Las fundiciones nodulares con matriz ferrítica se caracterizan por tener mayor resistencia al impacto y mayor ductilidad, en cambio las de matriz perlítica tienen mayor resistencia a la tensión y al desgaste. Los estudios sobre el tema se han centrado en el entendimiento de la cinética de la transformación de la austenita en ferrita durante el enfriamiento [1], mas no en el efecto de los elementos aleantes y el conteo de nódulos durante el sostenimiento a la temperatura de ferritización. Con respecto al normalizado, fuera de la teoría clásica de formación de la perlita en enfriamiento, las investigaciones se han centrado en el estudio del efecto de los elementos aleantes en el eutectoide, mostrando elementos como el silicio que aumentan la temperatura eutectoide y el níquel que tiene un efecto contrario [2]. El manganeso retarda la reacción eutectoide, estabiliza carburos y reduce la difusividad de carbono en la austenita. Elementos como el cobre, el estaño y el antimonio, se segregan en los límites de grano y contornos del grafito, retardando la difusión del carbono desde los nódulos hacia la matriz y entre los granos de austenita [3,4]. Este trabajo busca entender tanto el efecto de los elementos aleantes como de las matrices de partida, el conteo de nódulos y las temperaturas de tratamientos térmicos, en los procedimientos de ferritización y normalizado en las fundiciones nodulares.

2. METODOLOGÍA

Las composiciones químicas para las cuatro aleaciones usadas fueron 3,5%C, 2,7%Si, 0,18%Mn, 0,007%S y 0,041%Mg. La primera aleación tiene 0,9%Ni y 0,6%Cu, la segunda 0,9%Ni, la tercera 0,6%Cu y la última no tiene aleantes. Las aleaciones fueron vaciados en moldes de arena en verde con geometría en escalerilla de espesores de 16 mm, 32 mm y 48 mm. Seguidamente, se hizo una caracterización del grafito según la norma ASTM A247 [5], al mismo tiempo que se hizo una medición de la distancia entre los nódulos. Se simularon los diagramas de fase en el programa ThermoCalc® para conocer las temperaturas eutectoides de las diferentes aleaciones. También se utilizó el programa Mucg83®, para obtener los diagramas de transformación isotérmica. Se debe dejar claro que para obtener los diagramas se utilizó una concentración máxima de carbono en la matriz de 1,2%. Los tratamientos de ferritización se hicieron en un horno eléctrico de resistencia y el sostenimiento para normalizado se hizo en un baño de sales con una composición química de 50% de nitrito de sodio y 50% de nitrato de potasio. En la Tabla 1 se muestran los tratamientos térmicos que se hicieron para las diferentes aleaciones en las cuales se utilizó una velocidad de calentamiento hasta temperatura de austenización de 0,18 °C/s, la austenización se hizo a 920 °C por dos horas, excepto en algunos ensayos de ferritización en las muestras con cobre en que se subió la temperatura hasta 950 °C. El enfriamiento para el recocido fue en el horno. Para el normalizado se pasó desde temperatura de austenización a las sales a temperatura en la zona perlítica, se sostuvo durante 50 minutos y se enfrió al aire.

Posterior a los tratamientos de ferritización se hizo una caracterización microestructural de todas las muestras. A las muestras normalizadas se les caracterizó microestructuralmente utilizando un ataque con Picral 4% + vilella durante cinco minutos, el cual tenía como objetivo quitar la deformación de la perlita durante el pulido. Se utilizó microscopía electrónica de barrido (MEB: JEOL JSM-6490LV) para medir el distanciamiento interlaminar de la perlita en todos los casos del

normalizado para todas las composiciones químicas, mediante la técnica desarrollada por Vander et al y Caballero et al [6,7].

Tabla 1. Tratamientos térmicos de normalizado y ferrítizado.

Tratamiento térmico	Ni-Cu	Ni	Cu	Sin alear (SA)
Ferritización	700 °C durante 5 y 10 horas		700 °C durante 5, 10 y 18 horas	
	730 °C durante 5, 10 y 18 horas		730°C durante 5 y 10 horas	700 °C durante 5, 10 y 18 horas
	Austenización (950 °C).	700 °C durante 5, 10 y 18 horas	Austenización (950 °C).	
	730 °C durante 5 y 10 horas		730 °C durante 5 y 10 horas	
Normalizado	460 °C	460 °C	460°C	460°C
	490 °C	490 °C	490°C	490°C
	505 °C	505 °C	505°C	505°C
	-	-	520°C	520°C

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

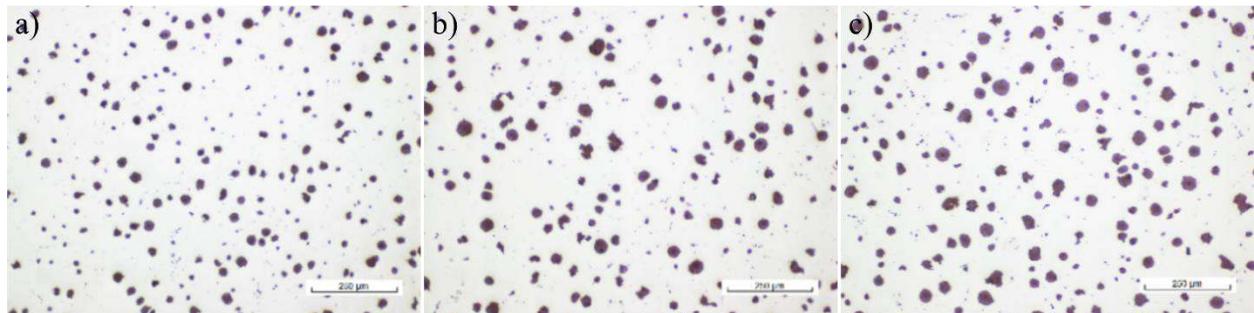
3.1. Composición química y caracterización microestructural del material *as cast*

En la Tabla 2 se muestran los resultados de la caracterización del grafito y de la matriz. Es claro que al aumentar el espesor hay una disminución en el conteo de nódulos y un aumento en la distancia entre nódulos. La Figura 1 muestra microfotografías representativas para todos los espesores y composiciones químicas de los nódulos en estado *as cast* para y la aleación con níquel y cobre.

En la Tabla 2 también se muestra la caracterización de la matriz, la cual se hizo bajo los parámetros establecidos en la norma ASTM E562 [8]. Las fases presentes en ella son ferrita, perlita y grafito. En general, en todas las muestras disminuye la cantidad de perlita a medida que va aumentando el espesor de placa, excepto en las muestras aleadas con cobre, teniendo en cuenta que el cobre es un elemento perlitizador [9].

Tabla 2. Caracterización microestructural muestras fundidas.

Muestra	Conteo nod/mm ²	%Nod	Distancia μm	Ferrita %vol	Perlita %vol	Grafito %vol
Ni-Cu-16	295	90	58,1 \pm 6,4	8,58	87,4	7,02
Ni-Cu-32	274	85	88,8 \pm 6,6	87,74	5,63	6,63
Ni-Cu-48	254	90	97,0 \pm 7,9	90,82	3,82	5,36
Ni-16	289	94	52,7 \pm 4,3	83,63	9,69	6,68
Ni-32	264	93	72,9 \pm 3,9	89,43	4,32	6,35
Ni-48	241	93	99,6 \pm 4,4	89,98	4,60	5,42
Cu-16	281	96	63,8 \pm 7,7	4,89	88,36	6,75
Cu-32	264	90	77,5 \pm 3,4	3,00	90,30	6,70
Cu-48	250	92	96,1 \pm 3,3	3,30	91,10	5,6
Nod-16	280	90	60,2 \pm 2,6	92,50	1,60	6,6
Nod-32	258	90	89,9 \pm 7,3	88,30	3,01	5,26
Nod-48	235	85	112,9 \pm 5	92,29	2,56	5,15

**Figura 1.** Micrografías de grafito a 100X para las fundiciones aleadas con Ni y Cu: (a) 16 mm, (b) 32 mm, (c) 48 mm.

3.2. Diagramas de fases y diagrama de tratamiento isotérmico

En la Figura 2a se muestra el diagrama para la fundición nodular aleada con cobre y níquel, se debe recordar que estos diagramas representan las diferentes fases en condiciones de equilibrio, cuando se comparan los diagramas de las diferentes aleaciones presentan un cambio en la temperatura eutectoide para cada aleación y en el intervalo intercrítico. Los datos son importantes para el sostenimiento durante la segunda parte de la ferritización, lo cual indica que cada aleación se debe sostener a diferentes temperaturas, teniendo cuidado de no sostener en el intervalo intercrítico donde coexisten ferrita, austenita y grafito, que posteriormente en el enfriamiento pueden generar perlita o si el enfriamiento es lo suficientemente rápido, martensita en la microestructura. También la microsegregación de los elementos puede cambiar la temperatura eutectoide localmente en la matriz, afectando el intervalo intercrítico de un punto a otro. Elementos como el níquel tienden a bajar la temperatura eutectoide [10]. La Figura 2b presenta el diagrama de transformación

isotérmica para las diferentes aleaciones, los cuales sirvieron para determinar los tiempos de enfriamiento y las temperaturas de sostenimiento en el ferritizado y el normalizado. Se puede ver que la diferencia de los diagramas solo se presenta por debajo de la región bainítica, mas no en el rango de formación de la perlita, solo se tiene que el níquel aumenta el tiempo de procesamiento.

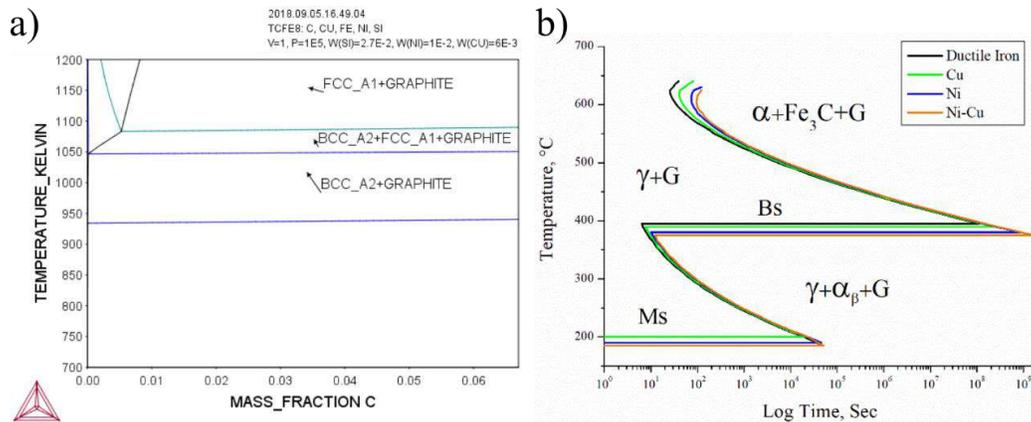


Figura 2. Diagramas: (a) De equilibrio obtenido con Thermocalc de la aleación Cu-Ni, (b) Diagramas de transformación isotérmica de las cuatro aleaciones.

3.3. Normalización

Se descartaron los normalizados hechos a 520 °C porque tienen presencia de ferrita en el contorno del grafito, también se descartó hacer los normalizados por debajo de 460 °C, porque hay presencia de ferrita bainítica en la matriz. En los normalizados a 460 °C, 490 °C y 505 °C la matriz es completamente perlítica. Al comparar las perlitas de 520 °C y 505 °C, la perlita de mayor temperatura es más gruesa, pero presenta mayor cantidad de ferrita en los contornos del grafito. Es notable que la perlita no es homogénea en toda la matriz para ninguno de los dos casos, es sabido que un grano de perlita está compuesto por múltiples colonias y cada colonia presenta láminas alternadas de ferrita y cementita. El espaciamiento interlaminar caracteriza la estructura perlítica, este parámetro se ve reflejado en la velocidad de transformación desde la austenita, entre más cerca se haga el tratamiento de la temperatura eutéctica, se tendrá un espaciamiento mayor [7]. En consecuencia, para las muestras tratadas, el espaciamiento interlaminar será mayor en el tratamiento hecho a 520 °C [11,12].

En la Figura 5 se muestra la perlita obtenida a 460°C y 505 °C, y las micrográficas MEB que se utilizaron para medir el espaciamiento interlaminar. Se observan las diferentes direcciones de las colonias perlíticas y las láminas de cementita que son utilizadas para hacer el conteo del distanciamiento interlaminar para las muestras normalizadas a 460 °C y 505 °C de la fundición nodular aleada con cobre y níquel. La Tabla 4 muestra los resultados de la medición de distancia interlaminar entre las dos temperaturas a las que se hizo el ensayo (460 y 505 °C), para garantizar la diferencia se hizo un análisis de varianza entre los dos puntos.

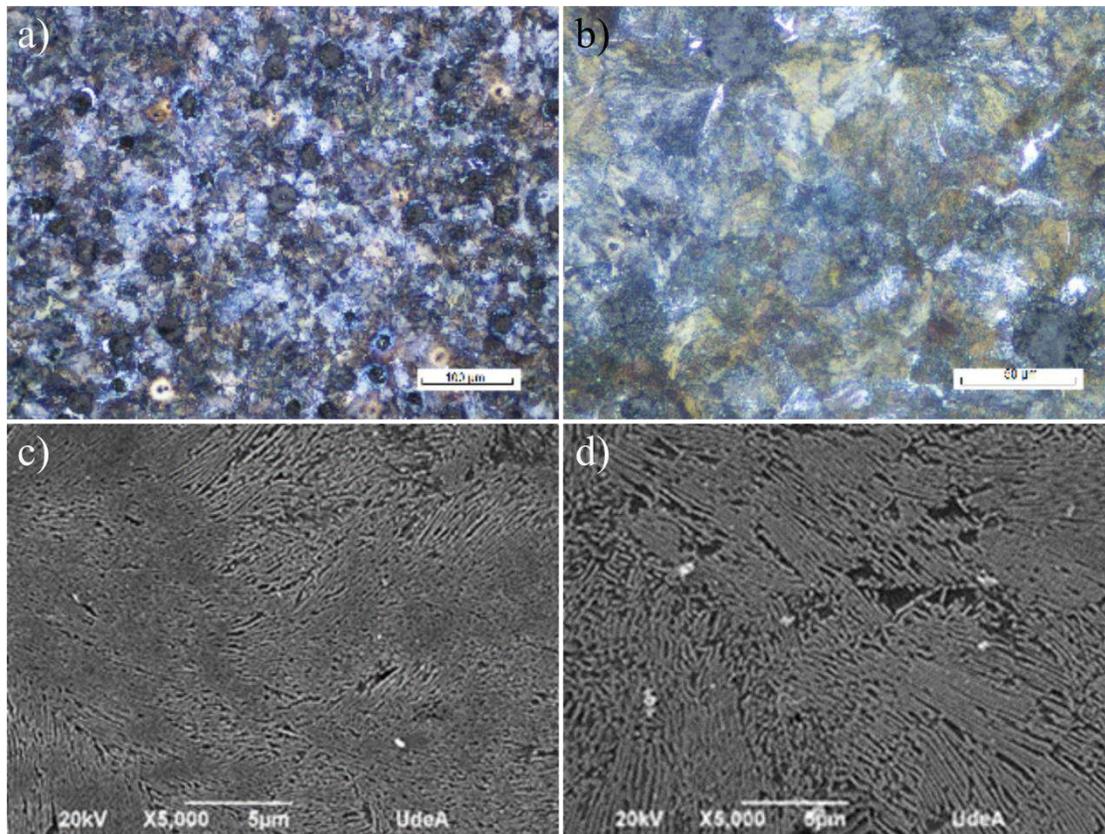


Figura 3. Micrografías producto de tratamiento de normalizado y MEB utilizado para medir espaciamento interlaminar de la perlita. a) 460 °C Ni-Cu, b) 505 °C Ni-Cu, c) 460 °C Ni-Cu y d) 505 °C Ni-Cu.

Tabla 3. Espaciamento interlaminar de la perlita.

Aleación	Temperatura de normalizado (°C)	Espaciamento interlaminar (μm)	VP (α=0,05)
Ni-Cu	460	0,21837	9,65E-09
Ni-Cu	505	0,32603	
Ni	460	0,28757	8,99E-06
Ni	505	0,37409	

Aleación	Temperatura de normalizado (°C)	Espaciamento interlaminar (μm)	VP (α=0,05)
Cu	460	0,27799	3,34E-05
Cu	505	0,37312	
Nod	460	0,22054	3,41E-06
Nod	505	0,34484	

3.4. Ferritización

Para las aleaciones con níquel y sin aleantes se sostuvo por debajo del intervalo intercrítico y se obtuvo ferrita después de cinco horas de sostenimiento, lo cual funcionó para las aleaciones que no tenían cobre. En la Figura 4 se pueden observar las micrografías de la ferritización para la fundición nodular aleada con níquel y cobre. Para la aleación con cobre únicamente se logró disolver la perlita al aumentar la temperatura de austenización hasta 950 °C y sostener a una temperatura de 730 °C, en el resto de las condiciones, la perlita se presentaba en un porcentaje del 3-5%, aunque para lograr una matriz ferrítica con una cantidad de carburos aproximada de 0,1% se podría austenizar a 920 °C y sostener a 730 °C durante 10 horas. En este punto se podría decir que elementos como el níquel no afectan la formación de ferrita durante el sostenimiento isotérmico, la estabilidad de los carburos remanentes depende específicamente del cobre, dado que en las aleaciones que no poseían este elemento el tiempo óptimo de sostenimiento en el rango de formación de ferrita fue de 5-10 horas. Los resultados de medición del tamaño de grano final de las muestras ferritizadas muestran un tamaño homogéneo ($40,0 \pm 3,5 \mu\text{m}$) para todas las muestras, no hay una variación significativa de tamaño de grano, no importando la composición química al igual que el espesor de donde se hizo el tratamiento. Durante la ferritización se ve un cambio en el conteo de nódulos y en la forma del grafito, lo cual ocurre por la difusión del carbono durante el sostenimiento. Es sabido que el carbono es expulsado inicialmente de la austenita durante el enfriamiento y posteriormente al sostener cerca de la temperatura eutectoide este carbono migra hacia los nódulos de grafito o forma grafito revenido [1,13].

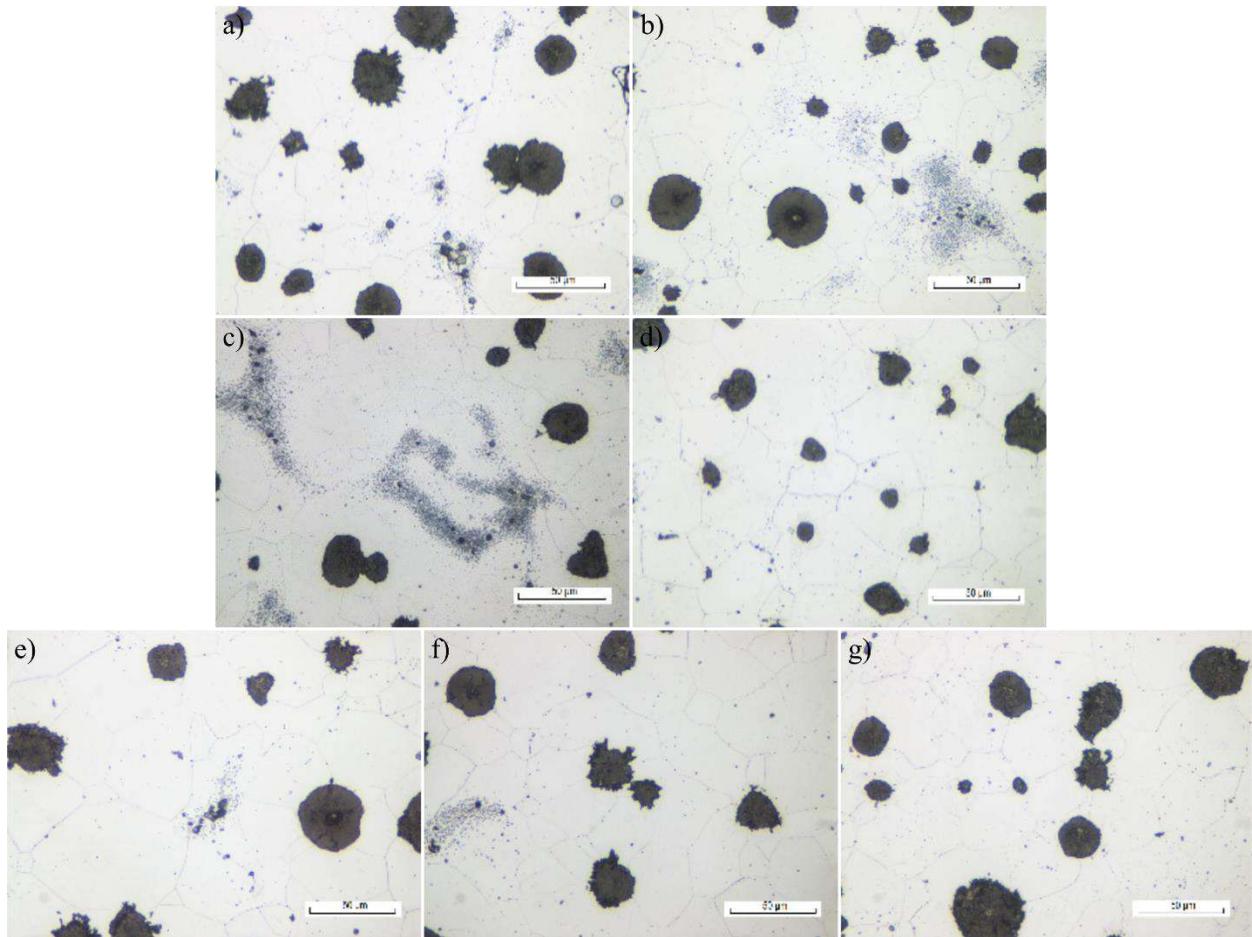


Figura 4. Micrografías proceso ferritización aleación Ni-Cu. a) 700 °C - 5 h, b) 700 °C - 10 h, c) 730 °C - 5 h, d) 730 °C - 10 h, e) 730 °C - 18 h, f) 950 °C - 730 °C - 5 h y g) 950 °C - 730 °C - 10 h.

4. CONCLUSIONES

El cobre es el principal elemento que afecta los tiempos y las temperaturas de ferritización, para las aleaciones aleadas con cobre se tuvo que aumentar la temperatura de austenización hasta 950 °C y la temperatura de ferritización a 730 °C. Este cambio en las temperaturas de tratamiento térmico se hizo para disolver completamente los carburos esferoidizados remanentes de la perlita.

El conteo de nódulos no afecta el tiempo de ferritización o las temperaturas en las que se hace el tratamiento térmico, pero sí hay un cambio en el conteo de nódulos al finalizar los tratamientos térmicos. Se vio que el conteo de nódulos aumento un 10% para todos los casos de ferritización y que se presenta una modificación en la forma del nódulo de grafito. Estos cambios se producen por la difusión del carbono desde la matriz hacia los nódulos y la formación de grafito revenido.

El rango de temperatura para obtener una matriz completamente perlítica para las aleaciones evaluadas están entre 460-505 °C, por debajo de esta temperatura se presenta ferrita bainítica y por encima hay una cantidad importante de ferrita proeutectoide en la matriz.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la colaboración para este artículo al COLCIENCIAS convocatoria 727, al proyecto CODI (PRG 2017-16229) y al CENIM (Centro de Investigaciones Metalúrgicas de España-Madrid) y ACUATUBOS S.A.

6. REFERENCIAS

- [1] A. Giacomini, R. E. Boeri, and J. A. Sikora, “Carbide dissolution in thin wall ductile iron,” *Mater. Sci. Technol.*, vol. 19, no. 12, pp. 1755–1760, 2003.
- [2] I. A. Galarreta, R. E. Boeri, and J. A. Sikora, “Free ferrite in pearlitic ductile iron - Morphology and its influence on mechanical properties,” *Int. J. Cast Met. Res.*, vol. 9, no. 6, pp. 353–358, 1997.
- [3] W. C. Johnson and B. V. Kovacs, “The effect of additives on the eutectoid transformation of ductile iron,” *Metall. Trans. A*, vol. 9, no. 2, pp. 219–229, 1978.
- [4] J. M. A. I. M. E. CLARENCE ZENER, “Kinetics of decomposition of austenite and properties of copper infiltrated steel,” *Met. Powder Rep.*, vol. 49, no. 6, p. 43, 2003.
- [5] ASTM standard A247 - 16a, “Standard Test Method for Evaluating the Microstructure of Graphite in Iron Castings,” *a247*, vol. 67, no. Reapproved, pp. 1–13, 2016.
- [6] C. García De Andrés, F. G. Caballero, C. Capdevila, and H. K. D. H. Bhadeshia, “Modelling of kinetics and dilatometric behavior of non-isothermal pearlite-to-austenite transformation in an eutectoid steel,” *Scr. Mater.*, vol. 39, no. 6, pp. 791–796, 1998.
- [7] G. F. Vander Voort and A. Roósz, “Measurement of the interlamellar spacing of pearlite,” *Metallography*, vol. 17, no. 1, pp. 1–17, 1984.
- [8] A. standard E2567, “Standard Test Method for Determining Nodularity And Nodule Count In Ductile Iron,” vol. i. pp. 16–19, 2014.
- [9] L. Nastac and D. M. Stefanescu, “An Analytical Model for Solute Redistribution during Solidification of Planar, Columnar, or Equiaxed Morphology,” vol. 24, no. September, 1993.
- [10] P. Abdollahi, A. Amirsadeghi, S. Kheirandish, and S. Mirdamadi, “Formation kinetics of austenite in pearlitic ductile iron,” vol. 19, no. 6, pp. 506–510, 2012.
- [11] F. G. Caballero, C. Capdevila, and C. G. De Andrés, “Mathematical Modeling of Iron and Steel Making Processes. Modelling of Kinetics of Austenite Formation in Steels with Different Initial Microstructures,” *ISIJ Int.*, vol. 41, no. 10, pp. 1093–1102, 2001.
- [12] E. Akbarzadeh Chiniforush, N. Iranipour, and S. Yazdani, “Effect of nodule count and austempering heat treatment on segregation behavior of alloying elements in ductile cast iron,” *China Foundry*, vol. 13, no. 3, pp. 217–222, 2016.
- [13] Jaw-Min Chou and Min-Hsiung Hon. “The austenite transformation in ferritic ductile cast iron”. *Materials Science and Engineering, A158* pp.241-249. 1992.