

Evolución de la Transformación Bainítica Isotérmica en Fundición Nodular no Aleada

Víctor Restrepo, Alejandro Toro*
Horacio Sierra Restrepo**

* Estudiantes Línea de Profundización en Materiales Metálicos

** Profesor Asociado. Universidad Nacional de Colombia. Medellín. A.A. 1027

RESUMEN

Se monitorea la transformación bainítica en fundición nodular no aleada comparando la cinética de la reacción a temperaturas de 320°C y 370°C. Los cambios microestructurales son registrados usando la microscopía óptica combinada con técnicas metalográficas y análisis digital de imágenes, al tiempo que se realizan algunas mediciones de DRX. Se observa una reacción acelerada durante los primeros 30 minutos para ambas temperaturas, dándose un crecimiento de la ferrita a partir de la intercara γ -G y de los límites de celda austenítica. Para tiempos de tratamiento superiores, la reacción alcanza la ventana del proceso donde se obtiene buena combinación de propiedades.

PALABRAS CLAVES: Bainita, Cinética, Reacción, Microestructura, Difracción, Imágenes.

ABSTRACT

The bainitic transformation of unalloyed Ductile Iron is monitored in order to compare the reaction kinetics at temperatures of 320 °C and 370 °C. The microstructures changes were put in evidence by means of optical microscope combined with metallographic techniques and image analysis; Also, some DRX measures were done. During the first 30 minutes the reaction is fast for both temperatures, having a growth of ferrite from the interface γ - G and from the Austenitic cell boundaries. For higher times, the reaction reaches the window process where a good combination of properties is obtained.

Key words: Bainite, Kinetics, Reaction, Microstructure, Diffraction, Images.

1. INTRODUCCIÓN

La fundición nodular austemperada (FNA) presenta propiedades mecánicas excelentes para aplicaciones en elementos que requieran alta resistencia combinada con tenacidad y resistencia al desgaste¹. El conocimiento de la microestructura y de las transformaciones que ocurren durante el

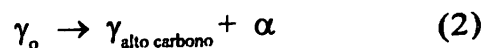
austemperado o cualquier tratamiento térmico en general es fundamental para el control de las propiedades mecánicas, el cual puede efectuarse, a nivel industrial, mediante un estricto control metalográfico.

Austemperado de la Fundición Nodular: El proceso de austemperado consiste en someter el material a temperaturas de austenización durante un cierto tiempo y luego sostenerlo a una temperatura que oscila entre 300°C y 400°C durante otro intervalo de tiempo, para después enfriar generalmente en agua. La temperatura de austenización depende básicamente de la cantidad de carbono a disolver en la Austenita² y puede establecerse según la relación siguiente:

$$\%C = (T_A / 420) - 0.17\%Si - 0.95 \quad (1)$$

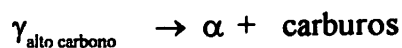
Donde T_A es la temperatura de austenización, y %C, %Si son los porcentajes de Carbono y Silicio en la fundición respectivamente. Consideraciones de carácter difusional conducen a estimativos de tiempos adecuados de austenización, que típicamente varían entre 1 y 2 horas²³. El tiempo de austemperado depende de la microestructura inicial y de la que desee obtenerse teniendo en cuenta la composición química del material y la temperatura del tratamiento. Normalmente a nivel de aplicación industrial este tiempo no supera las tres horas.

Reacciones durante el Austemperado de la Fundición Nodular: Cuando la FNA es sometida a la temperatura de austemperado, en la austenita se lleva a cabo un proceso difusional en el que el carbono puede estar ausente momentáneamente en algunas zonas, de manera que en ellas comienza a ser más estable (por temperatura y composición) la ferrita como fase independiente, es decir, $\Delta G_\alpha > \Delta G_\gamma$. Esta aparición de ferrita implica un enriquecimiento en carbono de la austenita circundante, resumiéndose la transformación así:



Esta es la primera reacción y se denomina reacción de tenacidad. Los términos γ_o , α y $\gamma_{\text{alto carbono}}$ indican austenita inicial, ferrita y austenita de alto carbono, respectivamente.

A medida que la transformación avanza la cantidad de α crece, pero no puede hacerlo hasta agotar la austenita, porque antes de que esto suceda el carbono encuentra mayor estabilidad formando carburos (con composición química definida) debido también a un proceso difusional. Esta segunda etapa de la reacción puede escribirse como sigue¹:



Esta se denomina reacción de fragilidad. (3)

Cuando el material se encuentra entre el final de la primera reacción y el comienzo de la segunda, período denominado "ventana del proceso", la microestructura que se obtiene reporta una excelente combinación de propiedades mecánicas: alta resistencia a durezas maquinables, buena tenacidad y buena resistencia al desgaste. Una microestructura típica de FNA revela listones de ferrita (llamada ferrita bainítica) inmersa en una matriz austenítica para temperaturas por encima de 350 °C y ferrita acicular inmersa en una matriz de austenita con la presencia en mayor o menor grado de carburos, generalmente con morfología alargada para temperaturas inferiores a 350 °C.

El desarrollo de las transformaciones isotérmicas generalmente se monitorea por métodos metalográficos⁴ o mediante la medición de la variación de las propiedades físicas como la permeabilidad magnética^{5,6} y la resistividad eléctrica⁷. En el caso de las transformaciones isotérmicas que se dan en el intervalo entre 300°C y 400°C se pueden utilizar los métodos citados, pero adicionalmente, debido a las transformaciones que se involucran y a las propiedades que arrojan, también pueden utilizarse métodos indirectos

Tabla 1. Análisis químico del material usado en la investigación

% C	%Mn	% Si	% P	% S	% Ni	% Cr	%Cu	%Mo	%Mg
3.71	0.21	1.74	0.021	0.012	0.07	0.08	0.10	0.07	0.03

como variación de dureza o variación de resistencia al impacto⁸, ambos con respecto al tiempo de permanencia a una temperatura dada. De igual forma, por obtenerse una microestructura bifásica ($\gamma + \alpha$), pueden utilizarse técnicas de Difracción de Rayos $X^{9,10,11,12}$

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. CARACTERÍSTICAS DEL MATERIAL

Fueron utilizadas muestras de fundición nodular no aleadas obtenidas en cubilote con estructura ferrito - perlítica, 90% nodularidad aproximada y 100 nódulos / mm² (por comparación directa con tablas normalizadas¹³). El análisis de composición química se realizó por medios espectrométricos y sus resultados se dan en la tabla 1.

Las muestras fueron extraídas de un bloque en "Y" de 1" (norma ASTM A470) con cortadora de disco convencional, todas en tamaños iguales de 20 x 20 x 10 mm

2.2. TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Todas las probetas se recubrieron con viruta de fundición gris y fueron sometidas a una temperatura de austenización de 910°C durante 1.5 horas en una mufla, y luego fueron sostenidas a temperatura constante en un crisol con sales AS-140 durante distintos tiempos, para finalmente ser enfriadas en agua. Los tiempos de austemperado empleados fueron 1, 5, 10, 30, 60, 300, 600, 1800, 3600, 7200 y 10800 segundos; además una de las probetas fue templada en agua.

Un tratamiento se realizó a 320°C y el otro a 370°C, con las condiciones señaladas arriba. Los controladores electrónicos de temperatura usados en la experiencia mostraron un intervalo de oscilación de $\pm 5^\circ\text{C}$ alrededor del valor fijado.

2.3. MEDICIÓN DE DUREZAS Y METALOGRAFÍA

Todas las muestras fueron pulidas con papel abrasivo y luego se llevaron a paños con alúmina de 15 μm y con diamante de 7 μm y 1 μm . A todas las muestras se les tomó dureza Vickers Hv 30 en un durómetro Wolpert Universal.

Para el ataque químico se usaron los siguientes reactivos: Nital en concentraciones de 2% y 5%, Picral al 4%, Reactivo Lepera: (Metadisulfito de Sodio al 1% + Picral al 4%, 50 / 50 v/v.), reactivo Vilella: (5 ml de HCl + 1 g de Acido Pírico + 100 ml de Etanol al 95%), Persulfato de Amonio al 10%. y la marcha metalográfica propuesta por E. J. Klimek¹⁴

La observación metalográfica se realizó mediante microscopía óptica.

2.4. ANÁLISIS DE IMÁGENES Y DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Para la cuantificación de la γ_R , las imágenes de las microestructuras generadas en un microscopio óptico fueron digitalizadas a través de una cámara CCD y procesadas en el analizador de imagen LECO de la Siderúrgica de Medellín S.A. SIMESA. El proceso básicamente comprendió

operaciones de eliminación de ruido, conversión a niveles de gris, corrección tonal de la imagen, umbralización y pseudocoloreado para identificación de fases. Adicionalmente algunas de las muestras fueron inspeccionadas con DRX en equipos con tubo de cobre y potencias de 40 y 60 kV.

3. RESULTADOS

3.1. DUREZA

En la figura 1 se muestra la evolución en dureza de las muestras según el tiempo de austemperado, para las dos temperaturas empleadas:

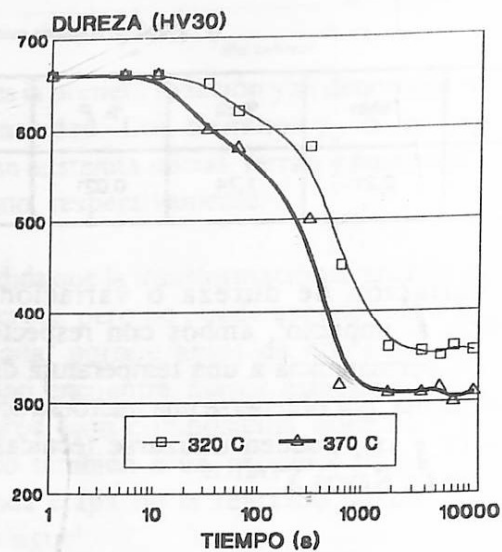
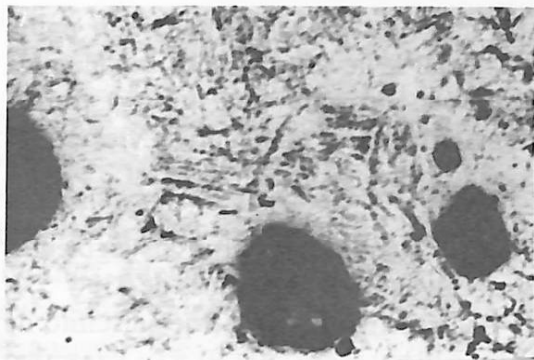
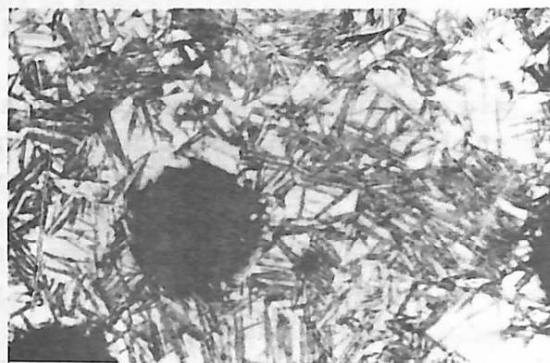


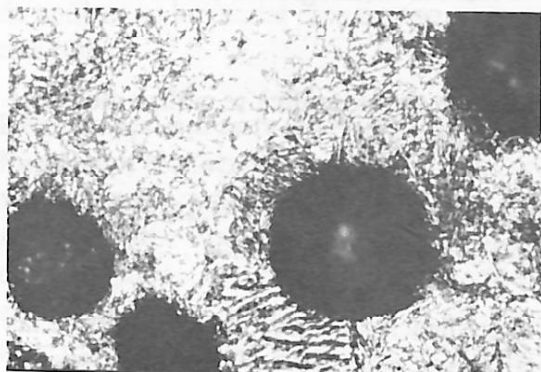
Figura 1. Dureza vs. tiempo de austemperado



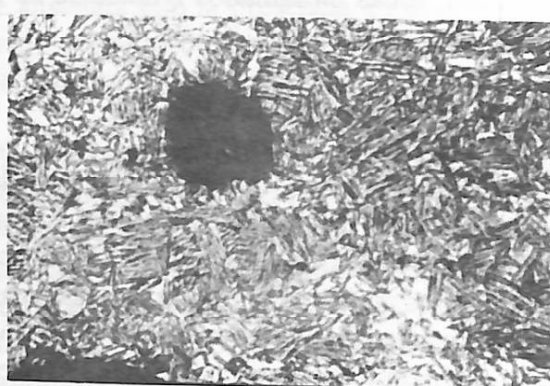
a) $T_A=320^{\circ}\text{C}$, $t_A=5\text{s}$.
Ataque: Lepera.



b) $T_A=320^{\circ}\text{C}$, $t_A=10\text{ min}$.
Ataque: Nital 5%

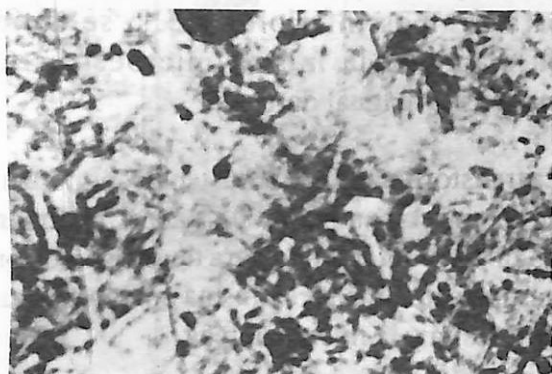


c) $T_A=320^{\circ}\text{C}$, $t_A=1\text{ h. min}$.
Ataque: Vilella

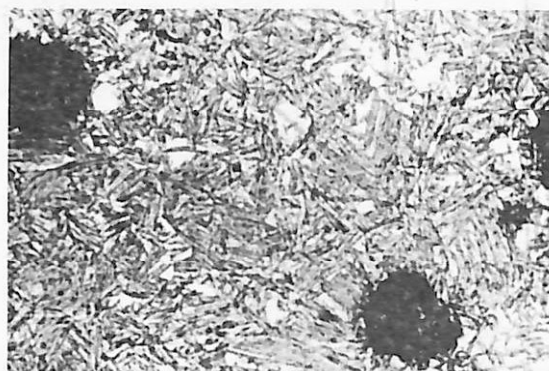


d) $T_A=320^{\circ}\text{C}$, $t_A=2\text{ h.}$
Ataque: Vilella

Figura 2. Microestructuras de fundición nodular no aleada, austemperada a 320°C durante los tiempos indicados en la parte inferior de cada micrografía. Todas las figuras a 320X.



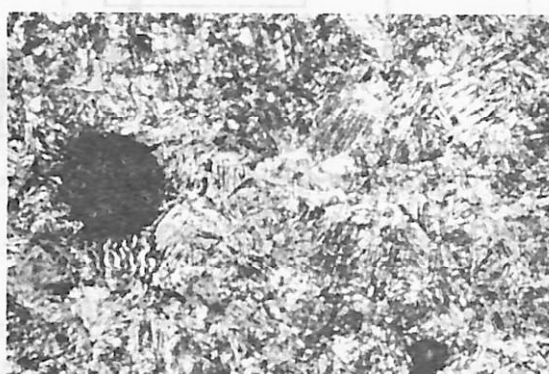
a) $T_A=370^{\circ}\text{C}$, $t_A=5\text{ seg.}$
Ataque: Lepera + Nital 5%



b) $T_A=370^{\circ}\text{C}$, $t_A=10\text{ min.}$
Ataque: Lepera



c) $T_A=370^{\circ}\text{C}$, $t_A=1\text{ h.}$
Ataque: Nital 5%



d) $T_A=370^{\circ}\text{C}$, $t_A=2\text{ h.}$
Ataque: Vilella

Figura 3. Microestructuras de fundición nodular no aleada, austemperada a 370°C durante los tiempos indicados en la parte inferior de cada micrografía. todas las figuras a 340X.

3.2. MICROESTRUCTURA

En la figura 2 se ilustran las microestructuras obtenidas después de realizar el tratamiento de austemperado a 320°C y diferentes tiempos. En la figura 3 se ilustran las obtenidas a 370°C . Poniéndose así en evidencia el avance de la transformación para las dos temperaturas empleadas.

3.3. ANÁLISIS DE IMAGEN

La figura 4 muestra la cantidad de γ_{RET} como función del tiempo de austemperado para las dos

temperaturas usadas. La medición se llevó a cabo usando procedimientos de análisis digital de imágenes.

3.4. DIFRACCIÓN DE RAYOS X

En la figura 5 se presenta un difractograma obtenido en uno de los equipos de la ciudad, en los cuales debe implementarse un procedimiento de corrección para permitir que los picos correspondientes a la fase γ sean visibles, como se muestra en el difractograma de referencia de la figura 6.

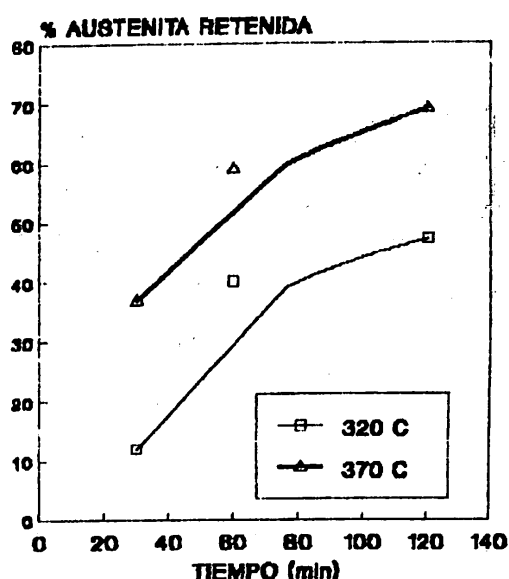


Figura 4. Variación de la cantidad de austenita retenida como función del tiempo de austemperado.

4. ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1 DUREZA Y MICROESTRUCTURA

Al confrontar los resultados de dureza (fig.1), con las microestructuras obtenidas en los tratamientos realizados a 320°C y 370°C, se pone en evidencia que:

- La transformación de la austenita comienza entre 5 y 10 s. para el tratamiento a 370°C y para tiempos inferiores a 5 s. se obtiene básicamente la misma microestructura, martensita e igual dureza.
- La transformación de la austenita comienza en un tiempo cercano a los 60 s. para el tratamiento a 320°C, manteniendo para tiempos inferiores a éste prácticamente la misma microestructura, martensita y la misma dureza.

A partir de estos tiempos, la reacción avanza aceleradamente para ambas temperaturas hasta tiempos del orden de los 30 minutos, donde el ritmo de formación de ferrita bainítica decrece. La precipitación inicial acelerada de ferrita bainítica sucede a partir de las intercaras G - γ y también de los límites de celda austenítica. La formación de α en la intercara G - γ es influenciada tanto por la baja concentración de carbono en las cercanías de los nódulos debida a efectos de segregación como por el aumento de energía libre volumétrica de la austenita que rodea la esfera de grafito, de manera que allí el proceso difusional toma menos tiempo. En los límites de celda

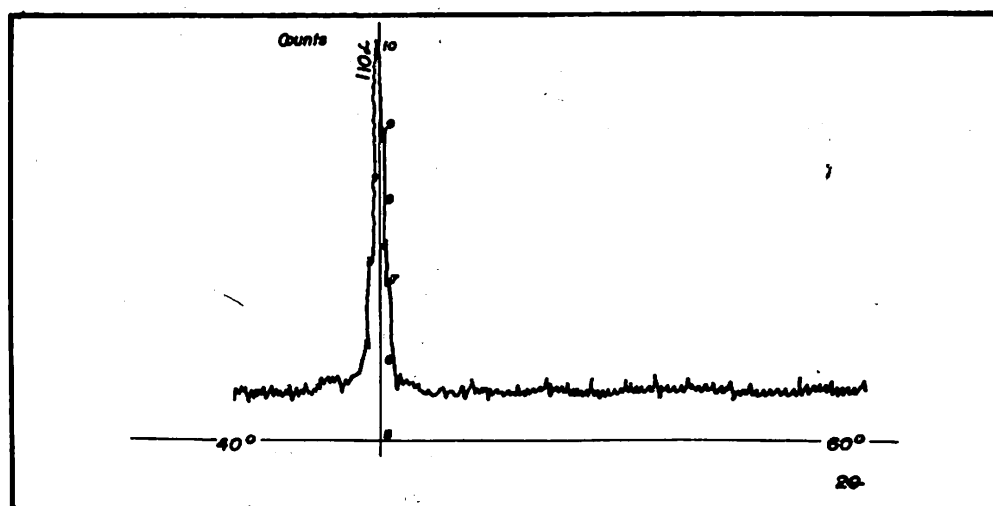


Figura 5. Difractograma obtenido en el DRX de Ingeominas Medellín. Muestra: FNA. $T_A = 370^\circ$ $t_A = 90$ min.

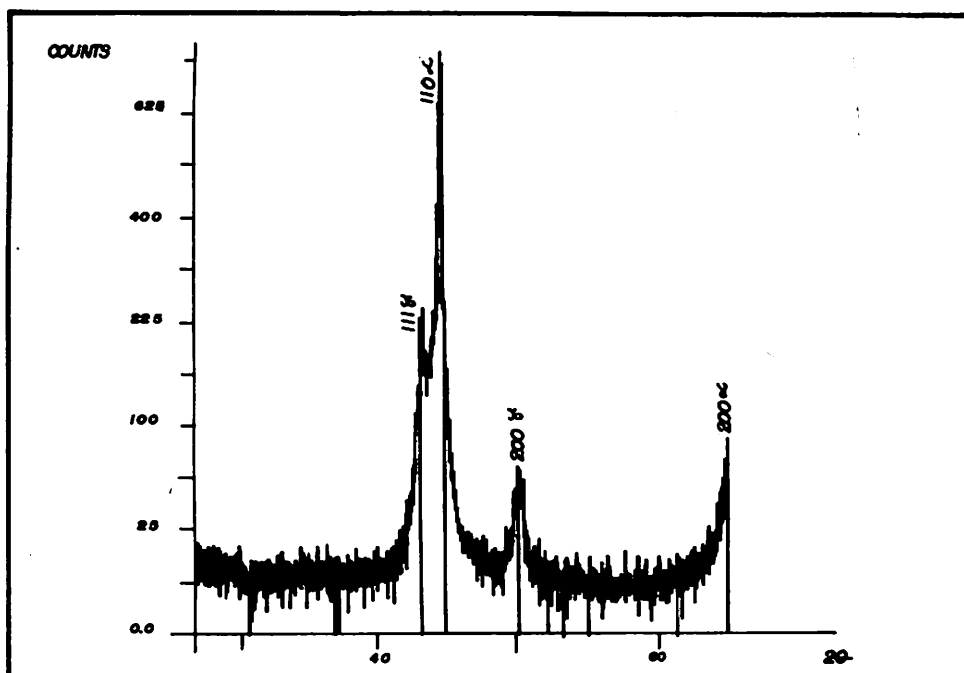


Figura 6. Difractograma obtenido en el DRX de la Escuela Politécnica de la Universidad de Sao Paulo. Muestra: acero bifásico $\gamma - \alpha$.

austenítica, la transición $\gamma \rightarrow \alpha$ es favorecida por la energía de distorsión asociada al límite como defecto de la microestructura. En las figuras 2b y 3b pueden apreciarse bien estas zonas preferenciales de crecimiento de la ferrita bainítica.

Para tiempos de transformación de 10 minutos la reacción bainítica ha tenido ya algún avance en ambas temperaturas, y el fondo gris claro que aparece en las micrografías está conformado por martensita y austenita enriquecida con carbono. Para tiempos del orden de 1 hora la cantidad de ferrita bainítica formada es suficiente para ocupar las zonas intermedias entre los nódulos y los límites de las celdas, observándose una estructura más homogénea. El ataque propuesto con reactivo Vilella establece un fuerte contraste entre la martensita y la austenita de alto carbono, la cual se oscurece con el ataque como se ilustra en las micrografías 2c, 2d, 3c y 3d. Esto coincidió con lo propuesto por Shissler¹⁴.

La estabilización en dureza después de aproximadamente 30 minutos indica para ambas temperaturas una finalización gradual de la primera reacción del tratamiento, en la que se produce ferrita bainítica y austenita enriquecida en carbono. Las muestras de 370°C se estabilizan en una dureza del orden de 310 HV mientras que las de 320°C lo hacen en 360 HV, lo que indica que la alta temperatura probablemente favoreció una mayor formación de austenita estabilizada (que es una fase de menor dureza) por existir un mayor impulso térmico para la difusión del carbono, hecho que se refuerza con los resultados obtenidos en el análisis de imágenes mostrados en la figura 4. Al microscopio óptico, las muestras de tiempos mayores a 1 hora revelan una microestructura homogénea y no fue posible poner en evidencia las transformaciones de la segunda reacción.

Las diferencias en la microestructura para las dos temperaturas son puestas en evidencia de manera especial en las figuras 2b y 3b, ya que en ellas

puede observarse con bastante claridad la morfología de los listones de ferrita bainítica sobre la matriz de martensita y austenita retenida. La alta difusión asociada con la reacción a alta temperatura genera una intercara $\alpha - \gamma$ bastante más irregular que la correspondiente a baja temperatura, notándose una morfología de "paquetes" de ferrita bainítica (sheaves)¹⁵. A baja temperatura la transición entre una fase y otra es más suave, a la vez que se permite un crecimiento promedio de las placas de ferrita bainítica hasta longitudes apreciablemente mayores.

4.2. TÉCNICAS METALGRÁFICAS

El uso de ataques especiales reportó buenos resultados en general. El ataque con reactivo Vilella durante 8 - 10 segundos en probetas de 30 min, 1h y 2h permite oscurecer la γ_{RET} y define muy bien la estructura de listones $\gamma - \alpha$, lo que posibilita el análisis de imagen. Se obtienen mejores resultados cuando la probeta es atacada previamente con Nital 2% y pulida en 1 μ m. Para tiempos bajos la morfología de la martensita se puede apreciar usando el reactivo Lepera aplicado por inmersión durante 5 - 7 segundos. Resultados satisfactorios se obtienen atacando previamente con Nital 5% un tiempo muy corto y luego aplicando el Lepera.

El método de E.J. Klímek para la detección de γ_{RET} se implementó pero los resultados no fueron óptimos. Se obtuvo una buena definición de la morfología de la ferrita bainítica pero la coloración reseñada por el autor¹⁶ no fue observada, de manera que este ataque no fue utilizado para la cuantificación de γ_R .

Es importante aclarar que el uso del Nital como ataque de propósito general es bastante recomendable, porque su modo de aplicación es

sencillo y con un buen pulido de las muestras puede revelar suficientes detalles morfológicos en la FNA.

4.3. ANÁLISIS DE IMAGEN

Es necesario aclarar que en la figura 4 se presenta una tendencia más no un comportamiento exacto, porque el número de muestras analizadas no constituye una población estadísticamente representativa. Es importante resaltar que a pesar de ser una tendencia, estos resultados coinciden con los obtenidos por Graf¹⁷ y difieren de los obtenidos por Gundlach¹ y Schmidt¹⁸. En consecuencia, se requiere mayor experimentación con este método.

4.4. DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La medición de la cantidad de γ_R intentó también realizarse usando la difracción de rayos X, pero debido al nivel de ruido encontrado en los difractogramas sólo pudieron identificarse los picos correspondientes a la fase α , de manera que el método debe mejorarse para convertirlo en una técnica realmente útil. Las posibilidades de mejorar los difractogramas obtenidos en la ciudad dependen de varios detalles técnicos, entre ellos: Debe reemplazarse el tubo de emisión de RX de los equipos por uno de Fe ó Mo preferiblemente, en vez de el de Cu usado en la actualidad. Además es posible que a los detectores esté llegando una cantidad de radiación generada por efectos de fluorescencia o de dispersión; esta radiación debe filtrarse usando, por ejemplo, un monocromador. Cuando se disminuye el alto nivel de ruido y los picos correspondientes a ambas fases son visibles, pueden usarse métodos convencionales para determinar los porcentajes de ellas presentes en la microestructura^{9,10,11,12}.

5. CONCLUSIONES

Para los tiempos de tratamiento empleados fue observada la primera fase de la reacción bainítica en FNA. En esta primera etapa la austenita inicial transforma hacia ferrita bainítica más austenita enriquecida en carbono y la reacción tiene un período de desarrollo acelerado hasta aproximadamente 30 minutos para ambas temperaturas. Luego de este tiempo la velocidad de transformación disminuye drásticamente y se presenta un intervalo de tiempos de austemperado en el que la microestructura y por lo tanto las propiedades no sufren variación apreciable. La temperatura de austemperado determina las propiedades del material en ese intervalo de estabilidad, llamado "Ventana del proceso". Para el tratamiento a alta temperatura se encuentra en la ventana una mayor cantidad de γ_{RET} y por lo tanto una menor dureza que en baja temperatura, además de que la morfología de la bainita es también diferente.

La combinación de ataques químicos convencionales como Nital, Lepera y Vilella produjo buenos resultados para la identificación de fases con el propósito de cuantificación. El método de difracción de rayos X que se propone debe refinarse para convertirlo realmente en una herramienta de uso cuantitativo.

6. REFERENCIAS

1. GUNDLACH, R. ; JANOWAK, "Austempered Ductile Irons for High Strength and Toughness". Metal Progress : pp, 19-26. July, 1985.
2. SIERRA, HORACIO. "Fundiciones". Universidad nacional de Colombia, Sede Medellín. 1994. 113 p.

3. SIERRA, HORACIO; CHAVES, CÉSAR. "Efecto del Cobre en la Fundición Nodular Austemperada". Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín. 1994. 71 p.

4. MUFFAT, WILLIAM, PEARSALL, GEORGE AND WULFF JOHN. "Estructura" Vol.1 Traducción de Dr. Adolfo Grinberg F. México. 1968. 244 p.

5. BABU, BHAT, PARKER AND ZACKAY. "A Rapid Magnetometric Technique to Plot Isothermal Transformation Diagrams" Metallurgical Transactions. Vol 7A : pp. 17-22. 1976.

6. PAEZ, J.L. "Monitoreo de la Transformación Bainítica por medio de Permeabilidad Magnética" VII Congreso Nacional de Metalurgia. Universidad de Concepción. Concepción - Chile : pp. 109-115. 1992.

7. PARK, Y.J.; GUNDLACH, R. "Monitoring the Bainite Reaction During Austempering of Ductile Iron and High Silicon Cast Steel by Resistivity Measurement". AFS Transactions vol. 97 : pp. 411-416. 1987.

8. VOIGT, R.C. ; LOPER Jr., C.R. "Austempered Ductile Cast Iron. Influence of Microstructure Control". 3rd International Symposium on Austempered Ductile iron. Estocolmo, Sweden : pp. 3-10. August, 1984.

9. RUNDMAN, K.B. ; KLUG, R.C. "An X - Ray and Metallographic Study of an Austempered Ductile Cast iron. AFS Transactions. vol. 115 : pp. 499-508. 1982.

10. MILLER, R. M. "A Rapid X - Ray Method for the Determination of Retained Austenite". Transactions of the ASTM, Volumen 57 : pp. 892-899. 1964.

11. CAMUS, M.A.; MARTINEZ, V.; GARIN, J.L. "Determinación de Austenita Retenida por Difracción de Rayos X. Calibración de Técnicas mediante Patrones NBS".

12. VELEZ, JUAN MANUEL. "Estudio de Medición de Austenita Retenida en FNA". Escuela Politécnica de Sao Paulo, Marzo de 1995. Sin publicar.

13. AFS. "Foundrymen's Guide to Ductile Iron microstructures". AFS. Des Plaines, Illinois, 1984.

14. SCHISSLER, J.M.; ARNOULD, J.; PARENT-SIMONIN, S. "Influence du Traitement Thermique sur L'évolution Structurale des Alliages Fe-Cr-V. Segundo Coloquio Internacional de Aleaciones Fe-Cr. Fonderie N° 380 : pp. 209-223. Julio, 1978.

15. BHADESHIA, H.K.D.H.; CHRISTIAN, J.W. "Bainite in Steels". Metallurgical Transactions A, Volumen 21A: p.p. 767-797. Abril, 1990.

16. KLIMEK, E. J. "Métode Métallographique de Mesure de la Teneur en Austénite Résiduelle". Traitement Thermique. Volumen 99 : pp. 41-47. 1975.

17. GRAF, ISOLDE. "Metallographic Detection of Deformation-Induced Martensite in Austempered Nodular Cast Iron." Practical Metallurgy N° 25 : pp. 422-433. 1988.

18. SCHMIDT, I.; SCHUCHERT, A. "Unlubricated Sliding Wear of Austempered Ductile Iron." Z. Metallkde N° 22 : pp. 871-875. Junio, 1987.