

# Estudio de las transformaciones de fase en fundición de grafito esferoidal sometida a tratamiento de temple y particionado

## Study of phase transformations in Spheroidal Graphite Cast Iron subjected to quenching and partitioning.

Presentación: 07/09/2023

### **González, María Paula**

Departamento de Ingeniería Mecánica, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional de Mar del Plata, de Mar del Plata.  
Instituto de Investigaciones en Ciencia y Tecnología de Materiales (INTEMA).  
[mpgonzalez@fi.mdp.edu.ar](mailto:mpgonzalez@fi.mdp.edu.ar)

### **Boeri, Roberto E.**

Departamento de Ingeniería Mecánica, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional de Mar del Plata, de Mar del Plata.  
Instituto de Investigaciones en Ciencia y Tecnología de Materiales (INTEMA).  
[boeri@fi.mdp.edu.ar](mailto:boeri@fi.mdp.edu.ar)

### **Fernandino, Diego O.**

Departamento de Ingeniería Mecánica, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional de Mar del Plata, de Mar del Plata.  
Instituto de Investigaciones en Ciencia y Tecnología de Materiales (INTEMA).  
[dfernandino@fi.mdp.edu.ar](mailto:dfernandino@fi.mdp.edu.ar)

### **Resumen**

Se sometieron muestras de fundiciones de hierro con grafito esferoidal (FE) a tratamientos térmicos de temple y particionado (Q&P del inglés Quenching and Partitioning). Las muestras se austenizaron a 880 °C durante dos horas, seguido de un temple a 150 °C durante 30 segundos, y finalmente sometidas a un particionado a una temperatura de 280°C durante lapsos entre 5 y 90 minutos. La caracterización del material se realizó con dilatometría, microscopía electrónica (SEM), microscopía óptica y difracción de rayos X (DRX). La microestructura obtenida fue comparada con la resultante de un austemperizado a 280 °C de la misma aleación. Se observó que los componentes microestructurales al cabo de ambos tratamientos son similares, aunque la microestructura de Q&P es más fina. En concordancia, la dureza luego del tratamiento térmico de Q&P es mayor a la del ADI austemperizado a la misma temperatura de partición.

**Palabras clave:** fundición de grafito esferoidal, temple y particionado.

### **Abstract**

Iron alloy samples were submitted to a quenching and partitioning heat treatment. Samples were austenitized at 880 °C for two hours, quenched at 150 °C and kept at this temperature for 30 seconds, and finally re-heated at 280°C during time intervals between 5 and 90 minutes for partitioning. The microstructural evaluation was performed with dilatometry, SEM, optical microscopy, and X-ray. The experimental results showed a maximum peak in the percentage of retained austenite. The microstructure obtained was compared with that resulting from the austempering of the same alloy at 280 °C. It was observed that the microstructure component after both treatments is similar, although the

microstructure of Q&P is thinner. Accordingly, the hardness after Q&P heat treatment is greater than that of ADI austempered at the same partition temperature.

**Keywords:** ductile cast iron, quenching and partitioning.

## Introducción

La modificación de la matriz metálica en aleaciones ferrosas mediante tratamientos térmicos ha sido de interés para los investigadores durante muchos años. En las últimas décadas, la comunidad científica ha comenzado a estudiar el desarrollo de aleaciones de muy alta resistencia basadas en los sistemas Fe-C-Si y Fe-C-Si-Mn. En el campo de las fundiciones de hierro se desarrollaron las fundiciones de grafito esferoidal austemperizadas (ADI del inglés “Austempered Ductile Iron”) [1]. Las ADI son producidas por un tratamiento térmico de austemperado, es decir, por un ciclo de enfriamiento desde campo austenítico seguido de un tratamiento isotérmico a una temperatura adecuada para promover la formación de bainita. Las FE contienen inherentemente mayores cantidades de silicio para evitar la formación de cementita durante la solidificación, promoviendo el crecimiento de nódulos de grafito [2]. Debido al alto contenido de silicio, la precipitación de cementita durante la reacción de la bainita se retrasa y la microestructura resultante consiste en ferrita bainítica bcc ( $\alpha_b$ ) y una fracción de austenita fcc estabilizada con alto contenido de carbono ( $\gamma$ ) [3,4]; esta mezcla de  $\alpha_b + \gamma$  es denominada “ausferrita” en la literatura especializada en ADI. Las ADI logran una alta resistencia con una buena ductilidad y alta dureza debido a su microestructura única (una dispersión muy fina de ferrita y austenita estabilizada). Gracias a sus propiedades, las ADI se han difundido de forma importante en el mercado de partes ferrosas coladas de alta resistencia.

A partir del 2003, se identificó la posibilidad de obtener microestructuras refinadas mediante la realización de tratamientos térmicos de temple y particionado (Q&P del inglés Quenching and Partitioning) [5]. El mismo consiste en el temple desde temperaturas de austenización completa o parcial, hasta temperaturas por debajo de la temperatura de inicio de la transformación martensítica ( $M_s$ ), pero superior a la temperatura de fin de la transformación martensítica ( $M_f$ ), con el objetivo de lograr cantidades de martensita muy finamente dispersas en una matriz de austenita. Luego, se procede al tratamiento de “particionado” que consiste en un mantenimiento a la temperatura de temple o superior, por un tiempo apropiado para permitir la difusión de carbono desde la martensita hacia la austenita (retenida durante la primera etapa de temple) para lograr estabilizarla. El éxito del proceso de Q&P depende de la supresión de la precipitación de carburos durante el tratamiento térmico, esto se logra mediante la adición de Si, Al y P que retrasan la cinética de la precipitación de cementita [5,6]. Por lo expuesto anteriormente, FE presentan una potencialidad natural para el tratamiento térmico Q&P. Sin embargo, son escasos los trabajos reportados en la literatura que exploran el ciclo térmico de Q&P sobre FE [7-11]. Melado et al (2017) reportaron que la austenita retenida desempeña un papel destacado en las propiedades mecánicas, mejorando la vida a la fatiga FE sometidas a Q&P, particularmente debido a la transformación de la austenita retenida en martensita [7]. Nishikawa et al (2019), analizó la influencia de la micro segregación en la cinética de transformación durante el ciclo térmico de Q&P. Los resultados sugieren que el carbono reyectado durante el crecimiento de la ferrita bainítica desempeña un papel principal en el enriquecimiento de carbono de la austenita, mientras que la micro segregación hace que la fracción de martensita generada sea diferente en las regiones cercanas a los nódulos de grafito [8]. Por su parte, da Silva et al (2014) exploraron este tratamiento aplicado a FE, obteniendo como resultado microestructuras complejas y heterogéneas conformadas por martensita particionada, ferrita bainítica, austenita retenida y martensita “fresh” [9-10]. En este contexto, el objetivo de este trabajo es iniciar una serie de estudios experimentales para mejorar el entendimiento que se tiene referido a la relación entre las diferentes variables de proceso del ciclo Q&P en FE, sobre

la microestructura resultante, realizando una comparación con un grado de ADI de alta resistencia como material de referencia.

## Desarrollo

Como material de partida se utilizaron bloques en “Y” de fundición de grafito esferoidal (FE) de 25 mm (ASTM A879M) obtenido mediante técnicas convencionales de fusión, nodulización, inoculación y colada en molde de arena. La composición química del material de partida y la caracterización de la colada se muestran en las **Tablas 1 y 2** respectivamente.

C	Si	Mn	S	P	Mg	Cu	Ni	Cr
3,32	2,36	0,31	0,012	0,016	0,033	0,62	0,025	0,058

Tabla 1: Composición química de la colada (% en peso).

Conteo nodular [nódulos/mm <sup>2</sup> ]	Nodularidad	Tamaño de nódulo
100	>95%	6

Tabla 1: Caracterización de las muestras en bruto de la colada.

Las probetas para la caracterización microestructural, tratamientos térmicos (TT) y dureza se obtuvieron a partir de cortes transversales de la zona calibrada de los bloques Y, conforme las especificaciones de la Norma ASTM A879M. La determinación de Ms se desarrolló por medio de ensayos de dilatometría en el departamento de Transformaciones de Fase, Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA). Para ello, se mecanizaron cilindros de 4 mm de diámetro y 12 mm de longitud y se evaluaron dos temperaturas de austenizado ( $T_\gamma$ ), 920 °C y 880 °C. Para la realización de los TT, se utilizó un horno tipo mufla eléctrica con un controlador de temperatura programable y dos hornos para tratamientos isotérmicos a baja temperatura con una mezcla de sales de bajo punto de fusión ( $\text{NaNO}_3$  y  $\text{KNO}_3$  en proporciones iguales) con controlador de temperatura electrónico. Los parámetros característicos de los ciclos térmicos son:  $T_\gamma$ , tiempo de austenizado ( $t_\gamma$ ), temperatura de temple ( $T_q$ ), tiempo de temple ( $t_q$ ), temperatura de particionado ( $T_p$ ) y tiempo de particionado ( $t_p$ ). Como material de referencia, se utilizaron ADI de alta resistencia, austemperados a 280°C durante 90 minutos.

La caracterización del material luego de cada uno de los TT se desarrolló mediante análisis metalográficos por microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (SEM), difracción de rayos X (DRX) y ensayos de dureza. Para la caracterización metalográfica se realizaron procedimientos de desbaste y pulido metalográficos convencionales seguidas de observación microestructural en un microscopio Leica DMI 3000M, mientras que el reporte fotográfico y procesamiento de imágenes se desarrolló por medio del software Image Pro-Plus. Los ensayos de DRX se llevaron a cabo en un equipo Panalytical X'pre-Pro, conforme a la norma ASTM E 975, con el objetivo de determinar la fracción de austenita retenida ( $\% \gamma_{ret}$ ). Los ensayos de dureza se llevaron a cabo según el método Rockwell C en un durómetro universal Ibertest modelo DU-250 siguiendo los procedimientos establecidos por la norma ASTM E-18.

## Resultados

### Selección de parámetros del TT

#### *Ensayo de dilatometría*

Los valores de Ms resultantes para las dos  $T_\gamma = 910$  °C y 880 °C evaluadas fueron de 180°C y 210°C respectivamente. En base a estos resultados, y considerando las capacidades operativas del equipo experimental, se decidió trabajar con una  $T_\gamma = 880$  °C. En la **Figura 1** se muestra el grafico resultante del ensayo de dilatometría para una  $T_\gamma = 880$  °C.

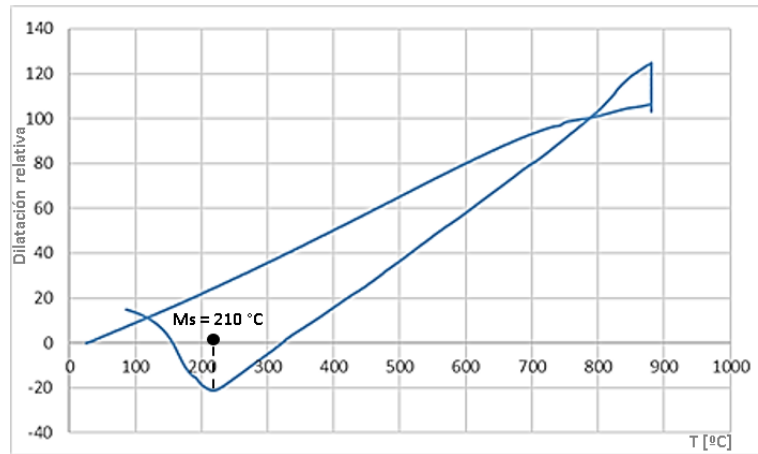


Figura 1. Gráfico resultante del ensayo de dilatometría para  $T_{\gamma} = 880 \text{ }^{\circ}\text{C}$ .

### Parámetros de TT

La selección de la  $T_{\gamma}$  se basó en el resultado de dilatometría, el cual muestra que la menor temperatura de austenización conduce a un mayor valor de  $M_s$ , lo que permite utilizar de mejor manera el baño de sales fundidas. Para la selección de  $T_q$  se utilizó el modelo propuesto por Kostinen y Marburger [12], el cual describe la fracción de martensita en función de la temperatura de temple (Ecuación 1)

$$f(\alpha') = 1 - f(\gamma) = 1 - \exp[-1.10 \times 10^{-2}(M_s - T_q)] \quad (1)$$

donde  $f(\alpha')$  y  $f(\gamma)$  son la fracción volumétrica de martensita formada en la temperatura de temple  $T_q$  y la fracción de austenita no transformada. La Ecuación 1 no considera la cantidad inicial de grafito, por lo que las fracciones de fase calculadas son relativas a la matriz metálica de la FE. Para este trabajo, se adoptó una  $f(\alpha') = 50\%$ , dando de esa manera una  $T_q \approx 150 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . La  $T_p$  corresponde a la temperatura de austemperado del ADI de alta resistencia de referencia, mientras que el  $t_q$  y los  $t_p$  corresponden a valores utilizados en la bibliografía por otros autores [7,8]. La Tabla 3 lista los parámetros del TT utilizado en este trabajo.

ID	$T_{\gamma}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$t_{\gamma}$ (hs)	$T_q$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$t_q$ (s)	$T_p$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$t_p$ (min)
P5	880	2	150	30	280	5
P15						15
P30						30
P60						60
P90						90
ADI280						2

Tabla 2. Parámetros de tratamientos térmicos.

### Porcentaje de austenita retenida

En la **Tabla 4** se muestran los porcentajes de austenita retenida obtenidas para las muestras sometidas a Q&P y para el ADI280. Se observa un pico máximo de  $\% \gamma_{ret}$  para P15 seguido de un descenso del porcentaje a medida que aumenta el tiempo de particionado. Esto se debe a que para tiempos cortos de particionado parte de la austenita retenida aún no está estabilizada y al enfriarla luego, tenemos martensita “fresh”. En cambio, para tiempos largos de particionado la austenita se descompone en otro tipo de producto, probablemente ferrita y carburos, en concordancia con la segunda etapa de la reacción bainítica en fundiciones con alto contenido de Si [ 3,8]. Entre estas ventanas se podría decir que en 15 minutos tendríamos una situación óptima desde el punto de vista de mayor  $\% \gamma_{ret}$ . En todos

los casos, las muestras sometidas a Q&P presentaron un porcentaje mayor de austenita retenida con respecto al ADI.

ID	P5	P15	P30	P60	P90	ADI280
% $\gamma_{ret}$	17,4	24,9	17,8	16,7	16,1	12,7

Tabla 3. Porcentajes de austenita retenida medidos por DRX.

### Microscopía óptica y electrónica

En la **Figura 2** muestra microestructuras obtenida mediante microscopía óptica, compuestas en todos los casos por nódulos de grafito, fase acicular oscura y bloques de austenita retenida. En el caso del ADI, la fase acicular está compuesta por bainita, en cambio, en las muestras sometidas a Q&P la fase acicular está compuesta de martensita y bainita, aunque esto no resulta fácilmente discernible por la refinación de las fases presentes. y martensita.

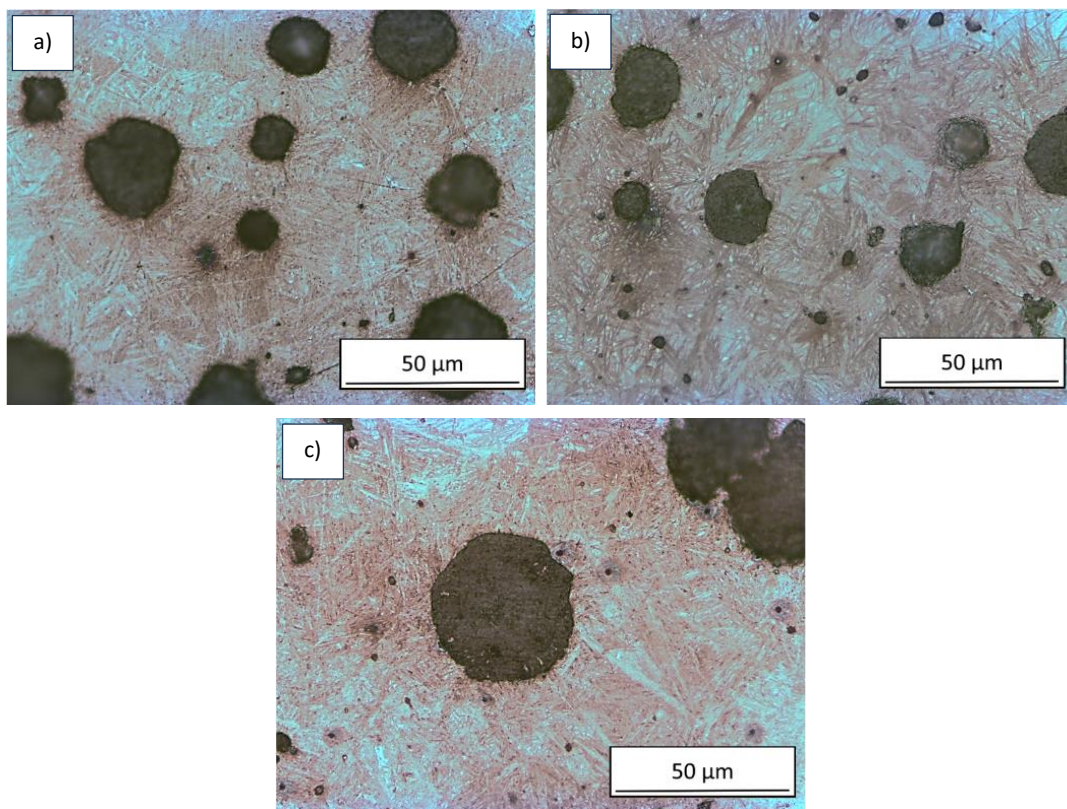


Figura 2: Microestructuras resultantes de la observación por microscopía óptica. a) ADI280 b) P15. c)P90.

Para realizar un análisis más detallado de las microestructuras resultantes, se recurrió al uso de microscopía electrónica de barrido (SEM). La **Figura 3a y 3b** muestran las imágenes SEM de las muestras ADI280 y P60 respectivamente, a una magnificación de 10000X. En la **Figura 3-a**, se observa la estructura típica de la bainita en ADI de baja temperatura de austemperizado. Debe notarse que lo que en este caso se denomina Bainita es, principalmente, una mezcla muy fina de placas pequeñas de ferrita con films de austenita entre ellas ( $\gamma_{film}$ ). Además, puede observarse la presencia de bloques de austenita, denominados austenita blocky ( $\gamma_{blocky}$ ). En la **Figura 3-b**, se observa la presencia de placas de Martensita “particionada”, que presenta una cierta similitud con la bainita del ADI. En efecto, la Martensita Particionada aparece como una mezcla muy fina de dos fases. De acuerdo con las referencias bibliográficas, durante la partición se produce la migración del C desde la Martensita hacia la austenita circundante, que, como consecuencia del aumento en su contenido de C, resulta estabilizada a temperatura ambiente [6,8]. La microestructura de la muestra

P60 presenta una mayor cantidad de  $\gamma_{blocky}$ , y la presencia de cantidades menores de bainita dentro de los bloques de  $\gamma_{blocky}$ , probablemente formada durante el tratamiento de partición. Al comparar ambas muestras puede apreciarse que los dominios formados por la mezcla fina de ferrita y  $\gamma_{film}$  (bainita en el caso de ADI y martensita particionada en el caso de Q&P), son mucho más finos en la muestra P60 que las observadas en la muestra ADI. De esta manera, el tratamiento de Q&P conduce a una microestructura más refinada y, potencialmente, de mejor resistencia mecánica.

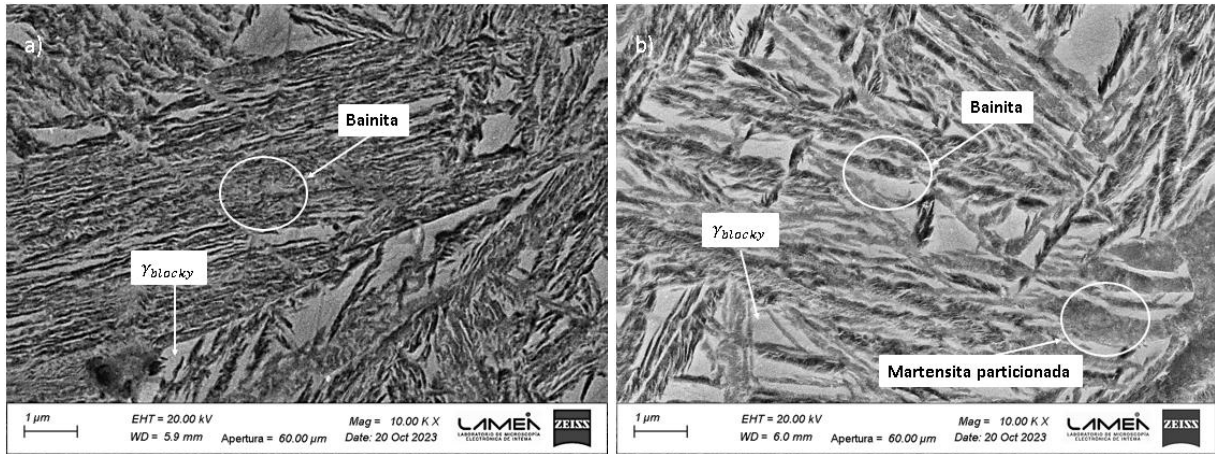


Figura 3. Microestructuras resultantes de la observación por microscopía electrónica. a) ADI280 x10000. b) P60 x10000.

En la **Figura 4**, se observa las microestructuras resultantes de las muestras P15 y P60, a una magnificación de 5000X. En concordancia con el estudio de DRX, se puede apreciar que la cantidad de austenita ( $\gamma$ ) presente en la muestra P15 es mayor a la observada en la muestra P60.

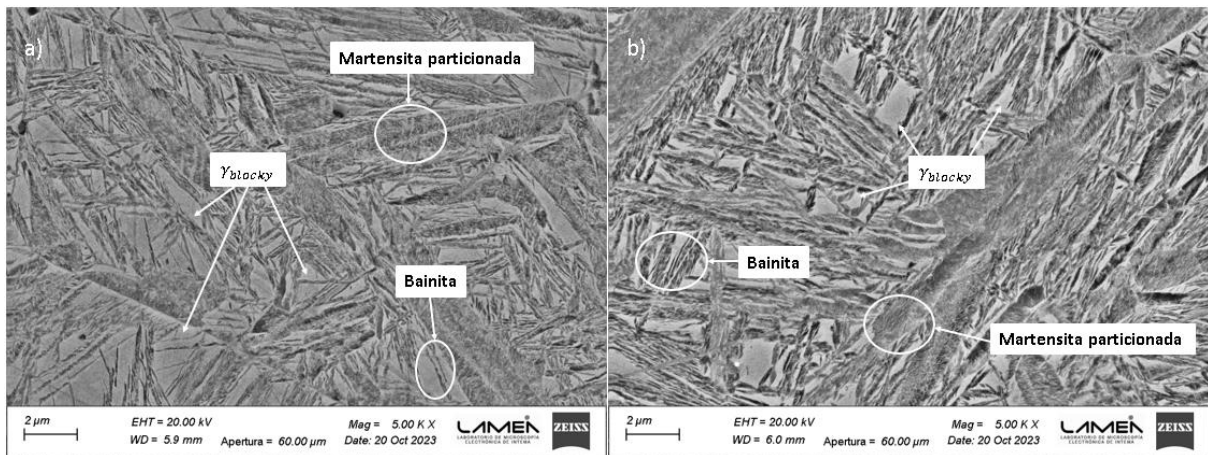


Figura 4. Microestructuras resultantes de la observación por microscopía electrónica a 5000X. a) P15, b) P60.

La observación de las microestructuras de la **Figura 4** junto con los resultados de DRX, sugieren que durante el particionado no sólo se produce el particionado de la Martensita, sino que también, a juzgar por la disminución en la cantidad de austenita, podría estar precipitando bainita a partir de la  $\gamma_{blocky}$  remanente. Una observación a mayores aumentos, **Figura 5**, permite apreciar en la mezcla muy fina de  $\gamma_{film}$  entremezcla con la ferrita. En cuanto a la  $\gamma_{blocky}$ , en su interior pueden observarse, aunque con una resolución muy débil, placas de Martensita, denominada Martensita fresh, originada durante el enfriamiento posterior al particionado. La formación de esta Martensita fresh se atribuye al insuficiente enriquecimiento de C de la  $\gamma_{blocky}$ , relativamente alejada de las placas de ferrita, durante la etapa de particionado. En esta condición, la  $\gamma_{blocky}$  no resulta estable a temperatura ambiente, por lo que se transforma en martensita con el enfriamiento posterior al particionado [6].

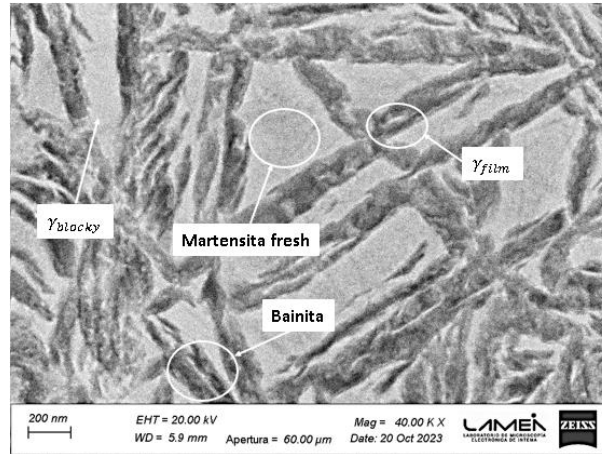


Figura 5. Microestructura resultante de la observación por microscopía electrónica de la muestra P15, 40000X.

### Dureza

La **Tabla 5** lista los valores de dureza resultantes para todas las muestras de Q&P evaluadas junto con la del ADI. Se puede observar que la mayor dureza se obtuvo para un tiempo de particionado de 15 minutos, en concordancia con el mayor contenido de austenita retenida. La justificación de esta observación está fuera del alcance del presente estudio, y será motivo de futuras investigaciones. Las muestras sometidas a Q&P presentaron mayor dureza que el ADI en todos los casos, muy probablemente como resultado de la mayor refinación microestructural observada [3,7].

Tabla 4. Durezas obtenidas para los TT.

ID	P5	P15	P30	P60	P90	ADI280
Dureza (HRC)	46 ± 1	50 ± 1	46 ± 1	49 ± 1	47 ± 2	44 ± 1

### Conclusiones

- La microestructura obtenida al cabo de los tratamientos de Q&P ensayados es más fina que la resultante luego de un austemperizado a 280 °C. En ambos casos se observan arreglos sumamente finos de ferrita acicular y films de austenita, junto con bloques de austenita.
- En el caso de las muestras de Q&P se observa, además, la presencia de martensita “fresh” en los bloques de austenita retenida, y bainita.
- Para tiempos de particionando prolongados, se nota una disminución de la cantidad de austenita retenida, posiblemente como resultado de la transformación de la austenita blocky en bainita.
- No se observaron cambios marcados en la dureza de las muestras tratadas con Q&P durante distintos tiempos de particionado, presentando pequeñas variaciones entorno a los 47 HRC, lo que concuerda con lo reportado en la bibliografía.
- En el caso del  $\% \gamma_{ret}$  se observó un valor máximo de 25 % para un  $t_p = 15$  min y luego una tendencia de ir disminuyendo el valor a medida que el  $t_p$  aumenta, lo que concuerda con lo reportado en la bibliografía.
- Resulta necesario avanzar en la caracterización del comportamiento mecánico en términos de resistencia, ductilidad y tenacidad.

### Referencias

1. Burditt, F. M. (1992) Ductile Iron Handbook, American Foundrymen’s Society, Inc.: Des Plaines, Illinois, USA, pp. 31–36.
2. Stefanescu, D.M. (2005) Solidification and modeling of cast iron. A short history of the defining moments, Mater. Sci. Eng. A 413e414 322-333.

3. Kobayashi, T., Yamamoto, H. (1988) Development of high toughness in austempered type ductile cast iron and evaluation of its properties, *Metall. Trans. A* 19 (2) 319-327.
4. Hayrynen, K.L., Brandenberg, K.R., Keough, J.R. (2002) Applications of austempered cast irons. *Trans. Am. Fish. Soc.* 110 (02e084) 1-10
5. Speer, J.G., Matlock, D.K., Cooman, B.C. y Schroth, J.G. (2003). Carbon partitioning into austenite after martensite transformation. *Acta Mater*, 51, 2611-2622.
6. Nishikawa, A.S., Miyamoto, G., Furuhashi, T., Tshipstchin, A.R. y Goldestein, H. (2010). Phase Transformation mechanisms during quenching and Partitioning process. *Acta Mater*, 179, 1-16.
7. Melado, A.C., Nishikawa, A.S., Goldestein, H., Giles, M.A. y Reed, P.A.S. (2017). Effect of microstructure on fatigue behavior of advance high strength ductile cast iron produce by quenching and partitioning process. *International Journal of fatigue*, 104, 397-407.
8. Nishikawa, A.S. y Goldestein, H. (2014). Quenching and Partitioning heat treatment on ductil cast iron. ALEMI meeting.
9. da Silva, A.J.S.T., Goldestein H., Guesser W.L., de Campos M.F., Quenching and partitioning heat treatment in ductile cast irons, *Mater. Res.* 17 (5) (2014) 1115e1123, <https://doi.org/10.1590/1516-1439.220713>.
10. da Silva, A.J.S.T., de Campos M.F., Nishikawa A.S., Guesser W.L., Goldestein H., Quenching and partitioning process in ductile cast irons, in: *Proceedings of the 10th International Symposium on the Science and Processing of Cast Iron*, 2014, p. 29.
11. Wang, Z., Huang, B., Chen, H., Weng, C., Ma, J. y Zhao, X. (2020). The Effect of Quenching and Partitioning Heat treatment of the wear resistance of Ductile Cast Iron. *Journal of Materials Engineering and Performance*.
12. Koistinen, D., Marburger, R. A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels, *Acta Metall.* 7 (1) (1959) 59e60, [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(59\)90170-1](https://doi.org/10.1016/0001-6160(59)90170-1).