



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE  
SAN NICOLAS DE HIDALGO**



**INSTITUTO DE INVESTIGACIONES  
METALURGICAS**

**PROGRAMA DE DOCTORADO EN METALURGIA Y  
CIENCIAS DE LOS MATERIALES**

**RESISTENCIA AL DESGASTE DE UN HIERRO NODULAR  
AUSTEMPERIZADO CON ADICIONES DE BORO**

**TESIS**

**PARA OBTENER EL GRADO DE:**

**DOCTOR EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS  
MATERIALES**

**PRESENTA:**

**M. C. FRANCISCO VAPEANI GUERRA LOPEZ**

**ASESOR:**

**PhD. ARNOLDO BEDOLLA JACUINDE**

**MORELIA MICHOACAN AGOSTO DEL 2015.**

## INDICE

Lista de figuras y tablas .....	iv
RESUMEN .....	viii
ABSTRACT .....	x
<b>CAPITULO I. INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>1</b>
Justificación .....	6
Objetivos .....	7
Hipótesis .....	8
<b>CAPITULO II. REVISIÓN BIBLIOGRAFICA .....</b>	<b>9</b>
2.1 Generalidades .....	9
2.1.1 Hierros fundidos blancos .....	10
2.1.2 Hierros fundidos maleables .....	11
2.1.3 Hierros fundidos grises .....	11
2.1.4 Hierros fundidos nodulares .....	12
2.1.5 Hierros fundidos aleados .....	13
2.2 Estructura del Hierro Nodular .....	14
2.2.1 Influencia de los Elementos de Aleación .....	15
2.2.2 Influencia de los Elementos Primarios .....	16
2.2.3 Elementos Esferoidizantes .....	17
2.2.4 Gases .....	19
2.2.5 Elementos Aleantes .....	19
2.2.6 Elementos Nocivos .....	19
2.2.7 Elementos Promotores de Carburos y Perlita .....	20
2.2.8 Influencia del Boro en Aleaciones Ferrosas .....	20
2.2.9 Segrecación .....	24
2.3 Propiedades Mecánicas del Hierro Nodular .....	26
2.4 Tratamiento de Austemperizado en el Hierro Nodular .....	28
2.4.1 Reacción en el Austemperizado .....	32
2.4.2 Ventata Optima del Tratamiento Térmico .....	39
2.4.3 Temperatura de Austenización .....	41
2.4.4 Tiempo de Austenización .....	44
2.4.5 Temperatura y Tiempo de Austemperizado .....	45
2.5 Propiedades Mecánicas del HNA .....	48
2.6 Dureza y Resistencia al Desgaste .....	51

<b>CAPITULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL</b>	54
3.1 FABRICACIÓN DEL MATERIAL	54
3.2 SECCIONAMIENTO DE LAS BARRAS	56
3.3 TRATAMIENTOS TÉRMICOS	56
3.4 CARACTERIZACIÓN	58
3.4.1 Preparación metalográfica de las muestras	58
3.4.2 Identificación de las fases presentes en la aleación	59
3.4.3 Cuantificación de fases	60
3.5 CUANTIFICACIÓN DE AUSTENITA RESIDUAL	61
3.6 ENSAYO DE DUREZA	62
3.7 ENSAYO DE TENSION	62
3.7 ENSAYO DE DESGATE	64
<b>CAPITULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	67
4.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL HIERRO EXPERIMENTAL	67
4.2 ESTRUCTURA DEL HIERRO EN CONDICIONES DE COLADA	69
TÉRMICO	73
4.4 CUANTIFICACION DEL VOLUMEN DE AUSTENITA RETENIDA	82
4.5 DUREZA DESPUÉS DEL TRATAMIENTO	86
4.5 RESISTENCIA MECANICA Y DUCTILIDAD	88
4.6 ENSAYO DE DESGASTE	91
<b>CAPITULO V. CONCLUSIONES</b>	105
RECOMENDACIONES Y SUGERENCIAS PARA EL TRABAJO FUTURO	108
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	109
ANEXOS	117

**LISTA DE FIGURAS Y TABLAS**

- Figura 1.1** Microestructura típica de un hierro nodular austemperizado.
- Figura 2.1** Diagrama hierro-carburo de hierro que muestra la división entre hierros y aceros
- Figura 2.2** Microestructura típica de un hierro blanco.
- Figura 2.3** Microestructura típica de un hierro maleable.
- Figura 2.4** Microestructura típica de un hierro gris en condiciones de pulido.
- Figura 2.5** Microestructura típica de un hierro gris atacado químicamente con Nital al 3%.
- Figura 2.6** Microestructura de un hierro nodular en condiciones de pulido.
- Figura 2.7** Microestructura típica de un hierro nodular atacado químicamente con Nital al 2%.
- Figura 2.8** Diagrama de equilibrio Fe-C-2.5% Si.
- Figura 2.9** Formas del grafito clasificadas en 7 tipos por ASTM (especificación A247).
- Figura 2.10** Efecto de la adición de boro en el diagrama TTT.
- Figura 4.11.** Formación de grafito secundario en la superficie del nódulo.
- Figura 2.12** Zonas de segregación de soluto entre nódulos adyacentes de grafito.
- Figura 2.13** Resistencia a la tensión en función de la elongación para diferentes hierros nodulares.
- Figura 2.14** Tenacidad de fractura en función del límite de cedencia ó límite elástico de diferentes hierros nodulares.
- Figura 2.15** Resistencia a la tensión en función de la elongación para hierro nodular, HNA (hierro nodular austemperizado) y algunos aceros.
- Figura 2.16** Limite de elástico en función de la elongación para HNA y aleaciones de aluminio.
- Figura 2.17** Ciclo térmico del tratamiento de austemperizado aplicado al hierro nodular.
- Figura 2.18** Diagrama TTT donde se ilustra la región de austemperizado.
- Figura 2.19** Mecanismos de transformación de: a) Bainita inferior, b) Bainita superior.
- Figura 2.20** Microestructura típica de un HNA mostrando la estructura de ausferrita con la presencia de algunas agujas de martensita.
- Figura 2.21** Microestructura martensítica de un hierro nodular austemperizado y templado.
- Figura 2.22** Efecto del tiempo de austemperizado contra el volumen de austenita arreactiva.
- Figura 2.23** Representación esquemática de la reacción de austemperizado
- Figura 2.24** Volúmenes de austenita retenida contra tiempo de austemperizado.
- Figura 2.25** Diagrama de equilibrio Fe-C-2.5% Si.
- Figura 2.26** Representación esquemática del diagrama de energía libre del proceso de austemperizado.
- Figura 2.27** Efecto de la temperatura de austemperización en las propiedades mecánicas del HNA.
- Figura 2.28** Efecto de la temperatura y tiempo de austemperizado sobre algunas propiedades mecánicas.

**Figura 2.29** Pérdida en volumen en función de la dureza para diferentes tipos de materiales.

**Figura 2.30** Resistencia a la abrasión relativa en función de la dureza de aceros y hierros nodulares austemperizados.

**Figura 3.1** Horno de inducción con capacidad de 30 kg utilizado para la fusión de las aleaciones de hierro.

**Figura 3.2** Esquema de la geometría de los moldes tipo “T-Block”.

**Figura 3.3** Cortadora metalográfica marca *Struers* modelo labotom-3.

**Figura 3.4** Fotografía esquemática de los hornos utilizados para el tratamiento de austempering.

**Figura 3.5** Pulidora Marca *Buehler* modelo Ecomet 3 utilizada para el pulido de las muestras con paño de nylon y pasta de diamante.

**Figura 3.6** Microscopio electrónico de barrido marca *Jeol* modelo 6400.

**Figura 3.7** Microscopio electrónico de barrido marca *Jeol* modelo 7600F.

**Figura 3.8** Software *Sigma Scan* versión 5 para el análisis y procesamiento de imágenes.

**Figura 3.9** Durómetro para la medición de microdureza Vickers; escala utilizada HV<sub>10</sub>.

**Figura 3.10** Geometría de las probetas para el ensayo de tensión.

**Figura 3.11** Máquina universal para ensayos mecánicos *Zwick Roell*.

**Figura 3.12** Dimensiones del pin utilizado para el ensayo de desgaste.

**Figura 3.13** Máquina utilizada para el ensayo de desgaste.

**Figura 3.14** Micrografía donde se muestra la sección transversal a la superficie desgastada y el ángulo  $\theta$  a diferentes profundidades.

**Figura 4.1** Estructura en condiciones de pulido para los hierros a) sin boro, b) 60 ppm de boro y c) 120 ppm de boro.

**Figura 4.2** Estructura de colada para los hierros experimentales, (a) sin boro, (b) 60 ppm boro y (c) 120 ppm boro, atacadas con nital al 2%.

**Figura 4.3** Secuencia de micrografías de las aleaciones base (a-d) y 60 ppm de boro (e-h) austemperizadas por; 1, 20, 60 y 180 minutos.

**Figura 4.4** Estructura del hierro sin boro austemperizado por 1 min mostrando un alto contenido de martensita.

**Figura 4.5** Secuencia de fotomicrografías para el hierro sin boro a diferentes tiempos de tratamiento: 5, 10, 30 y 60 min. Note la completa transformación a 60 minutos de austempering.

**Figura 4.6** Microestructura del hierro nodular sin adición de boro austemperizado por 60 min (a) y por 120 minutos (b).

**Figura 4.7** Microestructura del hierro nodular austemperizado por 20 minutos con 120 ppm de boro.

**Figura 4.8.** Microestructura del hierro nodular austemperizado por 1 minuto a) Sin boro, b) 60 ppm de Boro.

**Figura 4.9** Difractogramas del hierro nodular con 60 ppm de boro austemperizado por 1 minuto y 60 minutos respectivamente.

**Figura 4.10** Volumen de austenita retenida en función del tiempo de austemperizado.

**Figura 4.11** Dureza Vickers en función del tiempo de austempering.

**Figura 4.12** a) Resistencia a la tensión y b) Resistencia a la cedencia en función del tiempo de austemperizado.

**Figura 4.13** Porcentaje de elongación en función del tiempo de austemperizado.

**Figura 4.14** Imágenes de microscopía electrónica de barrido (MEB) de la superficie desgastada a diferentes magnificaciones del material base.

**Figura 4.15** Coeficiente de fricción en función de tiempo de austempering con una carga de 25 N.

**Figura 4.16** Coeficiente de fricción en función de tiempo de austempering con una carga de 50 N.

**Figura 4.17** Pérdidas en peso en función del tiempo de austempering, 25 N de carga.

**Figura 4.18** Pérdidas en peso en función del tiempo de austempering, 50 N de carga.

**Figura 4.19** Cortes transversales a la superficie desgastada del hierro nodular austemperizado por 1 minuto ensayado con 25 N de carga a) Aleación Base, b) 60 ppm de Boro, c) 120 ppm de Boro.

**Figura 4.20** Cortes transversales a la superficie desgastada del hierro nodular austemperizado por 1 minuto ensayado con 50 N de carga a) Aleación Base, b) 60 ppm de Boro, c) 120 ppm de Boro.

**Figura 4.21** Cortes transversales a la superficie desgastada del hierro nodular austemperizado por 60 minutos ensayado con 25 N de carga a) Aleación Base, b) 60ppm de Boro, c) 120 ppm de Boro.

**Figura 4.22** Cortes transversales a la superficie desgastada del hierro nodular austemperizado por 60 minutos ensayado con 50 N de carga a) Aleación Base, b) 60ppm de Boro, c) 120 ppm de Boro.

**Figura 4.23** Microestructura de la aleación base austemperizada por 60 min. A) Agrietamiento por debajo de la superficie después del ensayo de desgaste con 25 N. B) Presencia de islas de martensita.

**Figura 4.24** Cortes transversales a la superficie desgastada del hierro nodular austemperizado por 180 minutos ensayado con 25N de carga a) Aleación Base, b) 60ppm de Boro, c) 120 ppm de Boro.

**Figura 4.25** Cortes transversales a la superficie desgastada del hierro nodular austemperizado por 180 minutos ensayado con 50 N de carga. a) Aleación Base, b) 60ppm de Boro, c) 120 ppm de Boro.

**Figura 4.26** Deformación equivalente por debajo de la superficie desgastada para las muestras ensayadas con 25 newton de carga y austemperizadas por; a) 1 minuto, b) 60 minutos, c) 180 minutos.

**Figura 4.27** Deformación equivalente por debajo de la superficie desgastada para las muestras ensayadas con 50 newton de carga y austemperizadas por; a) 1 minuto, b) 60 minutos, c) 180 minutos.

**Tabla 2.1** Propiedades mecánicas del hierro nodular en condiciones de colada.

**Tabla 2.2** Propiedades mecánicas del acero forjado, hierro nodular perlítico y hierro nodular austemperizado grado 150/100/7.

**Tabla 2.3** Propiedades mecánicas de un HNA para diferentes tiempos y temperaturas de austemperizado.

**Tabla 2.4** ASTM A897/897M Especificación de los valores mínimos para las propiedades del HNA

**Tabla 2.5** Grados de hierro nodular austemperizado y sus características de acuerdo con la Ductile Iron Society de Estados Unidos de America.

**Tabla 4.1** Resultados de análisis químico. Los valores representan el porcentaje en peso de cada elemento.

**Tabla 4.2** Cuantificación de fases en condiciones de colada.

**Tabla 4.3** Propiedades mecánicas en condiciones de colada.

## RESUMEN

El presente trabajo estudia el efecto de la adición de boro sobre la ventana óptima de procesamiento y la resistencia al desgaste de un hierro nodular austemperizado.

Para este estudio se utilizaron tres diferentes composiciones variando únicamente en el porcentaje en peso de boro; 0, 60 pp, y 120 ppm. Las diferentes aleaciones fueron austenizadas a 900°C por 40 minutos y posteriormente austemperizados por tiempos desde 1 hasta 180 minutos.

Las aleaciones fueron caracterizadas mediante microscopia óptica y microscopia electrónica de barrido.

La adición de boro promovió un incremento en el volumen de nódulos de grafito, lo cual también repercute en el contenido de carbono en la matriz del hierro incrementando el volumen de ferrita de un 24% en la aleación sin boro hasta un 78% para la aleación con 120 ppm de boro en condiciones de colada.

Posterior al tratamiento de austemperizado se observó una velocidad de transformación más rápida, así como una disminución en el volumen de austenita retenida y disminución en la dureza con el incremento en contenido de boro.

No se observó un incremento en la dureza y resistencia característico del inicio de la transformación bainítica en las aleaciones con la adición de boro, por lo que suponemos que el boro puede suprimir la formación de carburo de hierro incrementando la difusividad del carbono, tal como lo hace el silicio.

Los ensayos de desgaste se llevaron a cabo utilizando una máquina de ensayos de desgaste con la geometría pin-on-ring en la cual se generó una velocidad de desplazamiento lineal de 0.8m/s y una distancia de recorrido de 15 km, las cargas utilizadas fueron 25 y 50 N.

Respecto a los ensayos de desgaste, las pérdidas en peso fueron función de la dureza del material, las cuales incrementan con la disminución de esta.



Para tiempos cortos de austemperizado, la elevada dureza produce menores pérdidas en peso.

Los principales mecanismos de desgaste operantes son delaminación y oxidación por reacción triboquímica, por otra parte, para tiempos mayores de austemperizado donde la dureza disminuye, las pérdidas en peso incrementan pero se mejora la ductilidad, en este caso el desgaste oxidativo es el principal mecanismo operante.

El incremento en la carga dio como resultado un mayor grado de deformación debajo de la superficie así como un ligero incremento en las pérdidas en peso.

Como se mencionó anteriormente, el incremento en el contenido de boro, acelera la transformación a ausferrita, produciendo una microestructura más heterogénea, así como una mayor ductilidad sacrificando ligeramente la dureza, lo cual modifica su comportamiento al desgaste.

Los mayores valores de dureza en la aleación base están relacionados con los menores coeficientes de fricción y menores pérdidas en peso, sin embargo, el mayor volumen de grafito y la presencia de una microestructura más homogénea en los hierros aleados con boro, permiten obtener un buen balance de propiedades.

Palabras clave:

Hierro, nodular, austemperizado, boro, desgaste.

**ABSTRACT**

The present work analyses the effect of boron addition over the optimal processing window and wear behavior of an austempered ductile iron ADI.

Three different compositions were used with 0, 60 and 120 ppm of boron respectively. The experimental alloys were austenized at 900°C during 40 minutes and thereafter austempered for different times from 1 to 180 minutes.

The alloys were characterized by optical and scanning electron microscopy.

Initially the boron addition produced an increase in the graphite volume content which also increased the carbon content in the matrix, increasing the ferrite volume content from 24% in the base alloy to 78% with 120 ppm of boron.

After the austempering heat treatment a faster transformation rate to ausferrite was observed, also a decrease in the retained austenite volume content and hardness were observed with the increase in the boron addition.

Was not observed and increase in strength and hardness characteristic of the beginning of the bainitic transformation in the boron alloyed irons. We assume that boron can suppress the formation of iron carbide by increasing the diffusivity of carbon as silicon does.

The wear test were carried out on a pin on ring wear test machine, a linear speed of 0.8 m/s was used with 25 and 50 N of normal load (W) and 15 km of running distance.

Regarding to wear tests, the weight loss was a function of the bulk hardness, which increased with the decrease in hardness. For short austempering times high hardness produced a low wear loss. The main operating wear mechanisms were delamination and oxidation by tribo-chemical reaction, moreover for long austempering times the decrease in hardness produced an increase in the weight loss but in the other hand

elongation was improved; in this case the oxidative wear was the main wear mechanism.

The increase in load resulted in a greater degree of deformation below the surface as well as a slight increase in weight loss

As mentioned above, the increase in the boron content accelerated the rate of transformation to ausferrite, producing a more heterogeneous microstructure improving the ductility sacrificing the hardness slightly, which changes its wear behavior.

The highest hardness values in the base alloy are related with lower friction coefficients and lower weight loss, however, the higher volume of graphite and a more homogeneous microstructure in boron alloyed irons have allowed to obtain a good balance of properties.

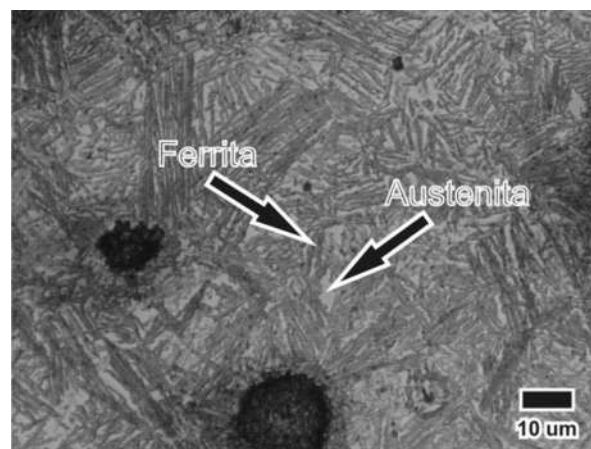
## CAPITULO I. INTRODUCCIÓN.

El hierro nodular austemperizado es un material que, bajo condiciones de tratamiento de “Austempering”, genera una estructura llamada “Ausferrita” que ofrece excelentes propiedades mecánicas como son; alta resistencia, buena ductilidad y resistencia al desgaste, motivo por el cual ha ido sustituyendo al acero forjado ya que sus propiedades son comparables o superiores. Además, ofrece distintas ventajas como son; menor peso, mayor maquinabilidad, mayor resistencia específica así como un menor costo de fabricación comparado con el acero forjado [1, 2].

Este tipo de material es ampliamente utilizado en la industria automotriz (cigüeñales, engranes, bielas, partes de transmisión), industria ferroviaria, industria minera y del movimiento de tierras [2-4].

Las excelentes propiedades son atribuidas a la microestructura de ausferrita sin llegar a la transformación de la bainita [5-7]

En la Figura 1 se muestra una microestructura característica del hierro nodular austemperizado. Esta microestructura es conocida como ausferrita y compuesta por ferrita acicular y austenita retenida.



**Figura 1.** Microestructura típica de un hierro nodular austemperizado.

El tratamiento térmico de austemperizado es un tratamiento térmico isotérmico (manteniendo una temperatura constante por un intervalo de tiempo) este proceso involucra dos fases: en la primera fase la pieza de hierro nodular es austenitizada en un rango de temperaturas entre 850°C y 950°C durante un tiempo determinado. Esto es seguido por la segunda fase, que consiste en un enfriamiento rápido en un baño de sales, que estará en un rango de temperaturas entre 235°C y 450°C, donde se mantiene la pieza por un tiempo que puede variar desde 5 minutos hasta 4 horas, posteriormente, se deja enfriar a temperatura ambiente[5, 8-10].

Se sabe que esta estructura responde muy bien bajo condiciones de desgaste severo, ya que cuando el material es sometido a desgaste la austenita retenida puede transformarse a martensita por deformación. Esta transformación incrementa notablemente su resistencia al desgaste [7, 11-13] y la presencia de grafito ayuda a la lubricación por lo que reduce el coeficiente de fricción [14].

Las propiedades del HNA (hierro nodular austemperizado) pueden variar ampliamente y están en función de diferentes parámetros como son: número de nódulos, composición química, temperaturas y tiempos de austenización y austemperizado, entre otros, sin embargo y de acuerdo con la bibliografía [6], el único ingrediente necesario para la producción de HNA es el contenido apropiado de elementos de aleación que promuevan la templabilidad ya que la dificultad de este tratamiento se presenta en piezas con espesores gruesos o con diferentes espesores donde se requiere que la ventana óptima de tratamiento sea lo suficientemente amplia ya que, la mejor combinación de propiedades de un hierro nodular austemperizado (resistencia y ductilidad) se obtienen durante el periodo de tiempo conocido como ventana óptima de procesamiento.

Una forma de modificar la ventana óptima de procesamiento es mediante el uso de elementos de aleación como el níquel, molibdeno y cobre[2].

En una fundición real, existe segregación de soluto. La segregación influye en la velocidad local de reacción y la descomposición de la austenita no es homogénea. Gran parte de la superposición entre la etapa I y etapa II de austemperizado se deriva de la segregación de solutos en la colada.

Por esta razón se ha decidido utilizar boro en el hierro nodular y analizar su efecto en el tratamiento térmico de austempering.

El boro es utilizado como un potente y relativamente económico elemento que incrementa la templabilidad del acero donde es ampliamente utilizado[15, 16]. De acuerdo con la bibliografía[17], la adición de boro retrasa la aparición de la ferrita, esto permite a los aceros con boro ser enfriados continuamente y obtener una microestructura libre de perlita.

Se ha reportado que la solubilidad del boro en la austenita, ferrita y martensita en aleaciones ferrosas incrementa con la adición de elementos de aleación. Este incremento en la solubilidad puede estar asociado a la presencia de elementos de aleación como cromo, vanadio y molibdeno, los cuales tienen diámetros atómicos mayores al hierro y que expanden el parámetro de red lo suficiente como para permitir que el boro ocupe las posiciones intersticiales en la red [18]. Sin embargo se ha reportado el carácter dual del boro el cual puede estar en la red de forma sustitucional u ocupar los sitios octaédricos, sin embargo Xianglong y colaboradores [19] concluyen que se requiere de una menor energía de formación para que los átomos de boro ocupen los sitios octaédricos.

Yusuf y colaboradores [20] realizaron el tratamiento de boro-tempering a un hierro nodular con la finalidad de incrementar la dureza superficial, reportan que la presencia de boro tiene un efecto negativo en la templabilidad, el cual

puede estar ligado a los altos contenidos de boro. Por otra parte Yu-Cheng Peng y colaboradores [21] reportan que la adición de boro en pequeñas cantidades pueden mejorar la templabilidad del Hierro nodular carbítico (con presencia de carburos) pero con contenidos mayores de boro se tiene una disminución de la templabilidad debido a una excesiva cantidad de átomos de boro en los bordes de grano de la austenita, los cuales forman boro-carburos que actúan como lugares para la nucleación de ferrita. Sin embargo, se pueden obtener una estructura con buena dureza y buena resistencia al impacto con contenidos de boro de 300 ppm, además, se observó que la nodularidad se ve afectada con contenidos de boro mayores a 500 ppm.

El efecto de la adición de boro sobre la resistencia al desgaste no ha sido reportado, sin embargo, se sabe que la resistencia al desgaste está íntimamente relacionada con la dureza del material.

El papel que juegan la dureza de la matriz y los nódulos de grafito en el HNA cuando es sometido a desgaste ha sido reportado por diferentes investigadores [14, 22-24]. G. Straffelini y colaboradores [14] realizaron ensayos de rodamiento-deslizamiento para aplicaciones en engranes de HNA con diferentes valores de dureza y cargas entre 50 y 500 N sin lubricación y velocidades bajas de rodamiento-deslizamiento. Encontraron que el grafito juega un papel muy importante disminuyendo el coeficiente de fricción así como la intensidad de desgaste. Además, encontraron que el HNA de menor dureza mostró una menor intensidad de desgaste debido a su mayor ductilidad y a la formación de una capa tribológica durante el proceso de rodamiento-deslizamiento, reportan que el mecanismo de desgaste es por delaminación.

Por otra parte A.S.M.A. Haseeb y colaboradores [22] reportan que el principal mecanismo de desgaste es por oxidación para un HNA sometido a desgaste por deslizamiento sin lubricación para cargas entre 7.5 y 30N y velocidades altas de deslizamiento. Así también compararon el comportamiento de un HNA con

un hierro nodular templado y revenido con el mismo nivel de dureza, el HNA mostró una mayor resistencia al desgaste debido al endurecimiento secundario producto de la transformación por deformación de la austenita retenida a martensita además del endurecimiento por deformación de la ferrita bainítica.

Zimba y colaboradores [23] reportan que el mecanismo de desgaste es por medio de delaminación por fatiga superficial y oxidación para cargas entre 40 y 140 N cuando el material es sometido a desgaste por deslizamiento recíprocante.

El comportamiento al desgaste por rodamiento y deslizamiento también ha sido reportado. Wu-Sheng Zhou y Qing-De Zhou [24], reportan un incremento en la dureza después del ensayo de rodamiento producto de la transformación de la austenita retenida a martensita por deformación, en el caso del ensayo con lubricación por deslizamiento el mecanismo de desgaste fue desgaste por fatiga con una carga de 1000 N.

Zhang y colaboradores [13] realizaron también ensayos de rodamiento-deslizamiento. Durante el ensayo de desgaste, las superficies de contacto fueron enfriadas con aire comprimido para evitar la oxidación e inducir que las pérdidas en peso fueran por delaminación. Encontraron que al evitar la formación de la capa de óxido el coeficiente de fricción incrementa con el incremento en la carga.

Además la deformación por debajo de la superficie de contacto incrementa con la disminución en la dureza, disminuyendo la tendencia a la delaminación, sin embargo no se observaron grandes diferencias en la resistencia al desgaste ya que en el caso de las aleaciones de menor dureza la deformación por debajo de la superficie produce la expulsión gradual del grafito el cual disminuye el coeficiente de fricción.



## JUSTIFICACIÓN

El HNA es considerado un material muy prometedor que ofrece excelentes propiedades. Una problemática importante se presenta en la fabricación de piezas de elevados espesores ya que para obtener propiedades mecánicas óptimas, es necesario desarrollar el tratamiento en un rango de tiempos bastante estrecho (ventana de procesamiento), lo cual es muy problemático a nivel industrial.

En base a lo anterior se busca ampliar la ventana óptima de procesamiento y a su vez, reducir tiempos de tratamiento ya esto impacta económicamente. Asimismo esta reducción en tiempos disminuye el daño ambiental ya que los baños de sales presentan cierta toxicidad.

Por último se pretende aclarar cierta controversia que existe debido a presencia del boro ya que el boro en los últimos años ha estado presente como elemento residual en la chatarra debido a la creciente utilización de los aceros al boro.

Por lo tanto, en el presente trabajo se estudia el efecto del elemento boro sobre la ventana óptima de procesamiento así como su resistencia al desgaste la cual es una propiedad importante en gran cantidad de aplicaciones.

## OBJETIVOS

- I.** Estudiar el efecto de la adición de boro en pequeñas cantidades sobre la microestructura, propiedades del HNA, así como su efecto sobre la ventana óptima de procesamiento.

Objetivos específicos:

- Fabricar un hierro nodular con diferentes contenidos de boro.
- Caracterizar las diferentes aleaciones para observar el efecto de las adiciones sobre las propiedades y microestructura.
- Realizar el tratamiento térmico de austempering a diferentes tiempos.
- Caracterizar las diferentes aleaciones sometidas a tratamiento térmico para observar el efecto de las adiciones de boro sobre la ventana óptima de procesamiento.

- II.** Estudiar el efecto de la adición de boro cuando el material es sometido a desgaste por deslizamiento.

Objetivos específicos:

- Someter las diferentes aleaciones a desgaste por deslizamiento.
- Evaluar su comportamiento al desgaste y correlacionar los valores en función del contenido de boro y tiempo de austemperizado y sus propiedades mecánicas.
- Analizar la superficie desgastada así como una sección por debajo de la superficie desgastada del material para evaluar el grado de deformación y el daño microestructural.

## HIPÓTESIS

Debido a que la adición de boro en pequeñas cantidades aumenta la templabilidad de las aleaciones ferrosas, por lo tanto, se cree que la adición de boro puede tener efectos significativos sobre la ventana óptima de procesamiento del HNA.

Además se sabe que la adición de boro tiene la capacidad de incrementar la difusividad del carbono en la austenita por lo que se cree que puede acelerar la etapa I de la reacción de austemperizado en las zonas intercelulares obteniendo así una microestructura más homogénea.

En base a lo anterior, se cree que la adición de boro puede producir cambios significativos en el volumen y distribución de fases así como en las propiedades mecánicas como dureza, resistencia y ductilidad, lo cual puede producir cambios considerables resistencia al desgaste.

## CAPITULO II. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.

En este capítulo se presenta la información más relevante sobre el estado del arte de la investigación, iniciando con una descripción general sobre los tipos de hierros fundidos.

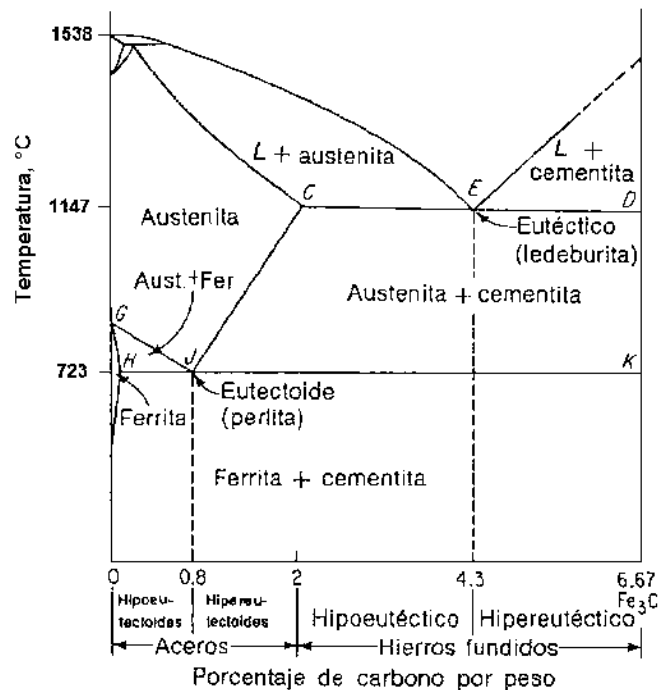
### 2.1 Generalidades.

Los hierros son aleaciones ferrosas, las cuales tienen un contenido de carbono de 2 a 6.67% de acuerdo con el diagrama hierro carbono. Sin embargo comercialmente los rangos de carbono utilizados se encuentran entre 2 y 3.5%. Las aleaciones con contenidos de carbono por debajo de 2% son considerados aceros [25, 26]. Ya que su principal aplicación es la fabricación de piezas directamente de solidificación, también reciben el nombre de hierros colados ó hierros fundidos.

El diagrama hierro-carburo de hierro que se muestra en la Figura 2.1, muestra las divisiones de las aleaciones Fe-C de acuerdo con el contenido de carbono y los nombres comunes de las estructuras así como su división entre hipoeutécticos y hipereutécticos de acuerdo al porcentaje en peso de carbono en la aleación.

Contrario al acero y debido al mayor contenido de carbono en el hierro, este presenta una fase rica en carbono, dependiendo de de velocidad de enfriamiento, elementos de aleación y tratamientos al metal fundido el hierro puede solidificar de acuerdo al diagrama termodinámicamente metaestable Fe-Fe<sub>3</sub>C o estable Fe-C. Cuando la solidificación se lleva a cabo de acuerdo con el diagrama metaestable la fase rica en carbono es el carburo de hierro Fe<sub>3</sub>C; cuando se sigue la ruta en el diagrama estable, la fase rica en carbono es el grafito. Cabe señalar que elementos como el silicio cambian la máxima solubilidad del carbono en la austenita ( $\gamma$ ), por lo tanto, aleaciones con un

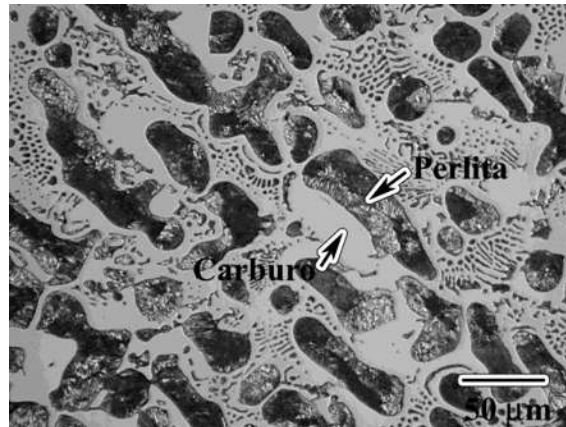
contenido de carbono menor a 2% pueden solidificar como un eutéctico y, por lo tanto, pertenecer a la familia de hierros fundidos [16].



**Figura 2.1** Diagrama hierro-carburo de hierro que muestra la división entre hierros y aceros [25, 26].

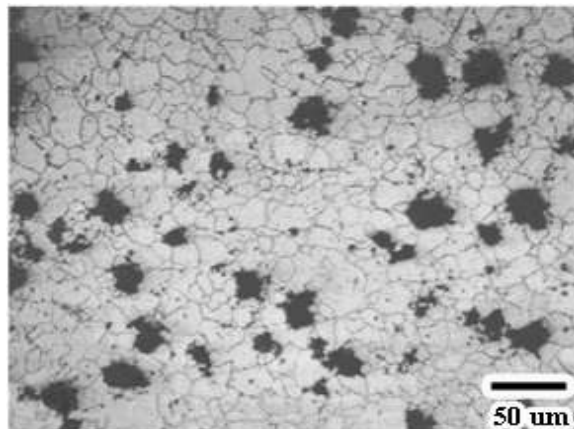
Dentro de los hierros, estos pueden presentar diferencias notables entre sí, como se mencionó anteriormente el carbono puede estar combinado en forma de carburo de hierro o existir como carbono sin combinar (forma libre) como grafito. La forma y distribución de las partículas ricas en carbono influyen grandemente las propiedades del hierro fundido [25, 26]. Los tipos de hierro fundido se clasifican de la forma siguiente:

**2.1.1 Hierros fundidos blancos.** En este tipo de hierros la mayor parte del carbono está en forma combinada como cementita formando una red completa que envuelve islas de perlita, la Figura 2.2 muestra la microestructura típica observada con el microscopio óptico.



**Figura 2.2** Microestructura típica de un hierro blanco.

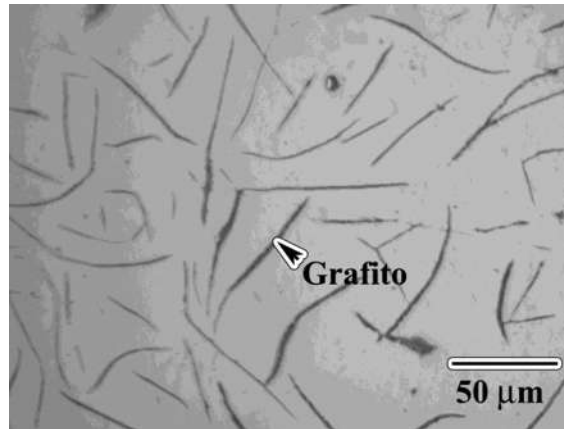
**2.1.2 Hierros fundidos maleables.** En este tipo de hierros la mayoría o todo el carbono está sin combinar en forma de partículas irregulares, conocidas como carbono revenido, el cual se obtiene mediante tratamiento térmico del hierro fundido blanco, la Figura 2.3 muestra la microestructura típica observada con el microscopio óptico.



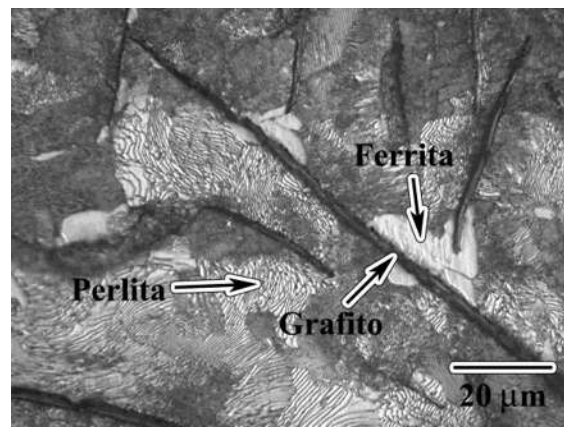
**Figura 2.3** Microestructura típica de un hierro maleable.

**2.1.3 Hierros fundidos grises.** En este tipo de hierros la mayoría o todo el carbono se encuentra sin combinar debido a la presencia de silicio, del cual contiene alrededor de un 2%, con este contenido de silicio el exceso de carbono presente se ve reflejado en una precipitación de grafito en forma de

hojuelas en una matriz que puede ser ferrita, perlita o comúnmente una combinación de estas, las Figuras 2.4 y 2.5 muestra microestructuras típicas observada con el microscopio óptico.



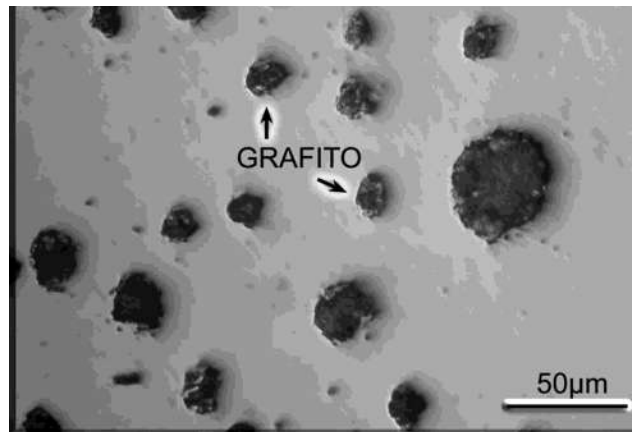
**Figura 2.4** Microestructura típica de un hierro gris en condiciones de pulido.



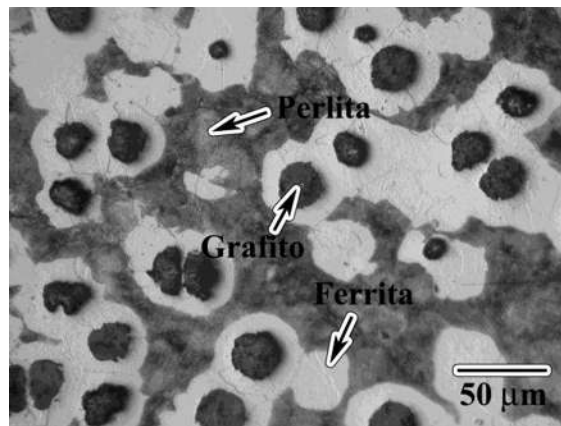
**Figura 2.5** Microestructura típica de un hierro gris atacado químicamente con nital al 3%.

**2.1.4 Hierros fundidos nodulares.** En este tipo de hierros, la mayor parte del carbono se encuentra sin combinar, gracias a la presencia de silicio, su composición es muy similar a la del hierro gris, pero en este caso el carbono se encuentra en forma de esferoides compactos gracias a la adición de aleaciones especiales (magnesio o cerio). La matriz puede ser ferrítica, perlítica o normalmente una mezcla de ferrita y perlita.

La razón por la cual el grafito cambia de hojuelas a forma esférica con la adición de magnesio es debido a que el magnesio tiene una afinidad química muy alta con el oxígeno y el azufre de manera que puede formar óxidos de magnesio y sulfuros de magnesio. Al eliminar a estos dos elementos, el grafito puede crecer en forma de esferas [26]. Figuras 2.6 y 2.7 muestra la microestructura típica observada con el microscopio óptico.



**Figura 2.6** Microestructura de un hierro nodular en condiciones de pulido.



**Figura 2.7** Microestructura típica de un hierro nodular atacado químicamente con nital al 2%.

Esta estructura difiere del hierro maleable en que se obtiene directamente de la solidificación y las partículas de carbono son de forma mucho más regular.

**2.1.5 Hierros fundidos aleados.** En este tipo de hierros la estructura de cualquiera de los tipos mencionados anteriormente se modifica mediante la adición de elementos de aleación.



## 2.2 Estructura del Hierro Nodular

Como se mencionó anteriormente el hierro nodular se caracteriza por tener gran parte del carbono en forma de esferoides de grafito, las cuales representan alrededor del 10% en volumen del hierro nodular [26]. La forma del grafito es establecida durante la solidificación y no puede ser cambiada de ninguna forma, excepto por refusión del metal. La diferencia entre los grados de hierro nodular es la estructura que rodea al grafito, la cual es llamada matriz. La microestructura varía con la composición y velocidad de enfriamiento.

La estructura de la matriz puede ser cambiada por tratamiento térmico, los grados de alta ductilidad presentan una matriz ferrítica, los grados intermedios son utilizados en condiciones de colada y presentan una estructura mixta de ferrita y perlita. La ferrita se presenta en forma de anillos alrededor de las esferas o nódulos de grafito (ver Figura 2.7), los grados de alta resistencia son generalmente normalizados para obtener una matriz perlítica o templado y revenidos para obtener una matriz de martensita revenida. Matrices perlíticas se pueden obtener directamente en condiciones de colada mediante el uso de elementos de aleación [16, 27].

Muchos son los factores que controlan la microestructura y propiedades del hierro nodular, como son:

- 1.- El procesamiento del metal fundido.
- 2.- La composición química.
- 3.- La velocidad de solidificación y la velocidad de enfriamiento del sólido.

La composición química es el principal factor que afecta la forma y control de grafito, y además tiene una mayor influencia sobre la microestructura de la matriz metálica. La composición química del hierro nodular comercial sin elementos de aleación es aproximadamente de 2-4% C, 1-3% Si, 0.3% Mn (máximo), 0.02% S (máximo).

Los contenidos de carbono y silicio suelen expresarse conjuntamente como carbono equivalente con la formula:

$$CE = \%C + 1/3\%Si$$

Debido a esto, el contenido de silicio modifica la composición del eutéctico en el sistema Fe-C (ver Figura 2.8), la adición de 2.5% de silicio cambia el eutéctico de 4.3% de a 3.5% aproximadamente, un hierro con esta composición (eutéctica) presenta varias ventajas, como son: Corto rango de solidificación, bajas temperaturas de fusión, menor probabilidad de segregación y alta fluidez en el metal [28].

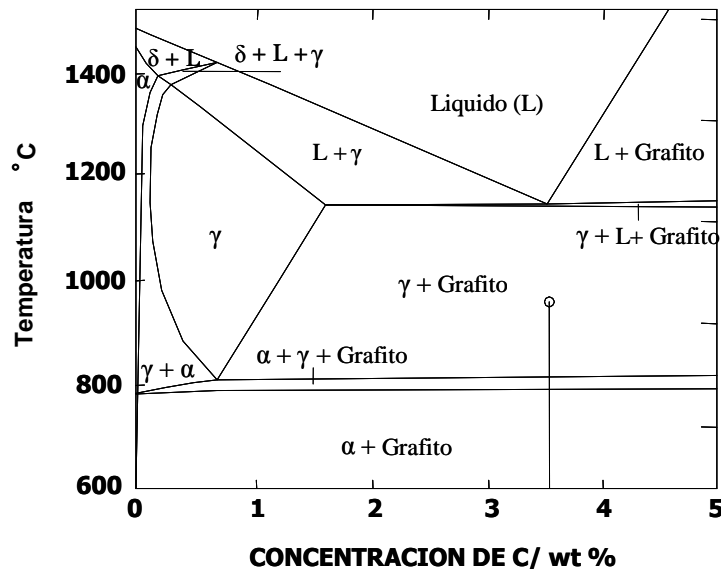


Figura 2.8 Diagrama de equilibrio Fe-C-2.5% Si.

### 2.2.1 Influencia de los Elementos de Aleación.

Cada elemento tiene un efecto único sobre la estructura de solidificación (morfología del grafito) o sobre la estructura de matriz metálica. Los diferentes elementos presentes en el hierro nodular puede ser clasificados por su influencia sobre al microestructura, ellos incluyen:

- Elementos primarios: C, Si, Mn, S y P.
- Elementos esferoidizantes: Mg, Ce, Ca, tierras raras, etc.

- Elementos aleantes: Cu, Ni y Mo.
- Elementos residuales y para propósitos especiales: Al, Bi, Pb, Sb, etc.
- Elementos promotores de perlita y carburos: As, B, Cr, Sn, V, Nb, etc.
- Gases: H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub> y O<sub>2</sub>.

### ***2.2.2 Influencia de los Elementos Primarios.***

#### **CARBONO Y SILICIO**

Es típico encontrar en el hierro nodular comercial contenidos de carbono entre 3.5 y 3.9%, los valores más altos en piezas de secciones delgadas (debajo de 9.5 mm), y los valores más bajos en secciones gruesas (arriba de 38 mm).

Un alto contenido de carbón equivalente (CE) y bajas velocidades de solidificación traerán como resultado la formación de grafito y la presencia de grafito degenerado. Para secciones delgadas menores de 13 mm, es recomendado un CE de 4.55%; para secciones moderadas, entre 13 y 38 mm, puede ser utilizado un CE entre 4.35 y 4.45%; para secciones gruesas, arriba de 50 mm, el CE puede ser limitado a un máximo de 4.3%.

El silicio es un elemento que influye mucho en la estructura de los hierros, es un fuerte grafitizador y limita la formación de carburos eutécticos. El silicio también promueve la formación de ferrita al disminuir la solubilidad del carbono en la austenita. En hierros nodulares se recomienda un porcentaje entre 1.5% y 3% de silicio [28].

#### **FOSFORO**

El fósforo esta comúnmente presente en el hierro. Pequeñas cantidades permanecen en solución sólida, pero grandes cantidades forman un constituyente por separado, la esteadita, un fosfuro de hierro duro y frágil [28, 29].

## AZUFRE

La desulfuración del metal es esencial en el proceso de fabricación del hierro nodular debido a que el magnesio reacciona con el azufre para formar sulfuro de magnesio. El contenido de azufre en el metal base afecta significativamente la cantidad de magnesio requerido para promover y mantener la esferoidización del grafito [30].

## MANGANESO

El manganeso es un elemento de aleación comúnmente utilizado para mejorar las propiedades mecánicas del hierro nodular. El manganeso actúa como un estabilizador de la perlita e incrementa la resistencia pero reduce la ductilidad y maquinabilidad. También promueve la segregación en los límites de celda y debe ser limitado cuando se fabrica hierro nodular austemperizado. Ha sido reportado que contenidos de manganeso mayores a 2% disminuyen notablemente la resistencia al desgaste, ductilidad y resistencia a la tensión [31].

## COBRE

El cobre es un elemento grafitizante y promotor de la perlita. Es más comúnmente utilizado para desarrollar estructuras perlíticas. Debido a su fuerte tendencia a la formación de perlita, es normalmente restringido a niveles de 0.03% como máximo en los grados ferríticos.

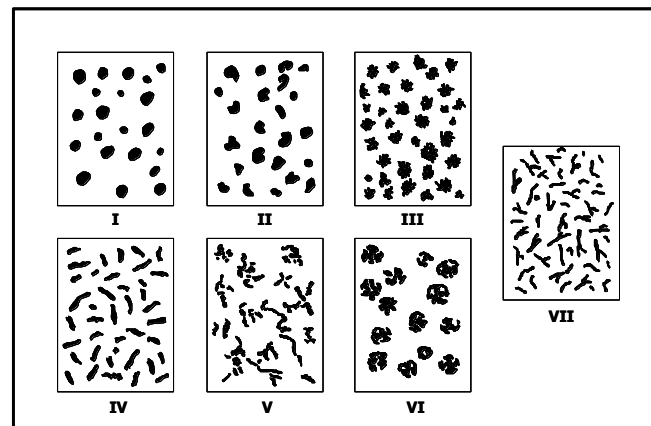
### ***2.2.3 Elementos Esferoidizantes.***

## MAGNESIO

El contenido de magnesio en el hierro nodular que producirá un grafito completamente esferoidal está en el rango de 0.02-0.08%, dependiendo del contenido de azufre. Cuando es adicionado al metal fundido, el magnesio actúa como desoxidante y desulfurante para alterar la forma del grafito. Cantidades excesivas de oxígeno y/o azufre podrían consumir todo el

magnesio, dejando una cantidad insuficiente para la esferoidización del grafito; por otra parte, una excesiva cantidad de magnesio podría resultar en una pieza plagada de carburos.

Cantidades tan pequeñas de magnesio como 0.018% han demostrado producir estructura de grafito completamente esféricas cuando el hierro base es bajo en azufre y oxígeno. A medida que el contenido de magnesio en el hierro base es incrementado, la estructura del grafito cambia de una hojuela convencional tipo VII, a una forma de hojuela altamente sobreenfriada, después a una forma vermicular o compacta (III) y finalmente a grafito esferoidal (I), como se muestra en la Figura 2.9. Sin embargo un exceso de magnesio podría resultar en la formación de carburos[29].



**Figura 2.9.** Formas del grafito clasificadas en 7 tipos por ASTM (especificación A247)[16].

## CERIO

EL cerio, como el magnesio es un fuerte desoxidante y desulfurante. Sin embargo, el cerio no es altamente volátil (punto de evaporación 2406°C), los óxidos y sulfuros son estables y generalmente no son sujetos a reversión. Además, altas concentraciones de cerio y lantano favorecen la formación de carburos [32].

## CALCIO

El calcio es un importante elemento a ser considerado en la producción del hierro nodular. A pesar de que se han producido hierros de grafito esferoidal mediante el tratamiento solo con calcio, este elemento es de mayor interés en la reducción de la volatización del magnesio durante su reacción e incrementar la efectividad de la inoculación [28].

### **2.2.4 Gases.**

Oxígeno. Como el magnesio es muy efectivo como desoxidante, el contenido de oxígeno en el hierro base es reducido a bajos niveles durante el tratamiento con magnesio.

Hidrógeno. El hidrógeno es reconocido como un potente promotor de carburos, como resultado del sobreenfriamiento que se presenta en hierros con altos niveles de hidrógeno.

Nitrógeno. El nitrógeno es soluble en el hierro fundido. El nitrógeno molecular puede ser utilizado en técnicas de desgasificado por inyección de este gas sin efectos deteriorantes.

### **2.2.5 Elementos Aleantes.**

Dentro de esta categoría de elementos se encuentran elementos comúnmente utilizados para incrementar la templabilidad y/ó estabilizar la austenita, como son el níquel, molibdeno, etc. Estos elementos se utilizan regularmente en rangos de 1-2% [2, 33].

### **2.2.6 Elementos Nocivos.**

La formación de grafito esferoidal puede ser asegurada si el hierro es tratado con una cantidad efectiva de magnesio, sin embargo, existen algunos elementos que pueden interferir con el desarrollo de una aceptable estructura

esferoidal. Cuando estos elementos están presentes en cantidades menores pero suficiente para interferir con la formación del grafito esferoidal son llamados elementos nocivos, subversivos, residuales, etc. En su mayor parte, estos elementos son superficialmente activos y tienden a concentrarse en la interfase grafito-liquido y grafito-sólido, donde tiene un importante efecto sobre la morfología del grafito.

Algunos de estos elementos son: aluminio, antimonio, bismuto, plomo, telurio y titanio. Regularmente su efecto es sensitivo al tamaño de la sección acentuándose en secciones gruesas [28].

### ***2.2.7 Elementos Promotores de Carburos y Perlita.***

Estos son una serie de elementos que pueden ser utilizados en el hierro para promover la formación de carburos durante la solidificación o para promover la formación de perlita durante el enfriamiento de la pieza a través del rango de temperatura crítica. Tales elementos influyen también la templabilidad del material. Algunos de estos elementos son: cromo, vanadio, estaño, arsénico y boro.

Ya que el boro es el elemento de estudio en este trabajo a continuación se detalla su efecto en algunas aleaciones ferrosas.

### ***2.2.8 Influencia del Boro en Aleaciones Ferrosas.***

El uso de boro ha sido ampliamente estudiado en aceros, los cuales tienen una gran similitud con la matriz del hierro nodular, por tal motivo se ha incluido en esta revisión bibliográfica el efecto de este elemento sobre los aceros.

En aleaciones ferrosas la influencia del boro es encontrada en cantidades muy pequeñas de este elemento. La solubilidad del boro tanto en la ferrita como en la austenita es muy limitada, si la adición de boro excede su límite de solubilidad resulta en la precipitación de carburos y borocarburos. El boro se segrega muy fuertemente en el acero[15], formando carburos de boro en los

límites de grano; y una especie de red en contenidos más altos de boro, los boruros tienen una mayor dureza que los carburos formados con los mismos elementos [15, 34]. El boro es utilizado como un potente y relativamente económico elemento que incrementa notablemente la templabilidad del acero cuando este está completamente desoxidado [15, 16].

Los efectos del boro sobre la templabilidad son únicos en varios aspectos:

- Una pequeña adición de boro (alrededor de 10 ppm) tiene un fuerte efecto en la templabilidad.
- El efecto del boro en la templabilidad es mucho menor en aceros de alto carbono que en aceros de bajo carbono.
- El nitrógeno y otros desoxidantes influyen en la efectividad del boro.
- Tratamientos térmicos a temperaturas altas reducen el efecto sobre la templabilidad del boro.

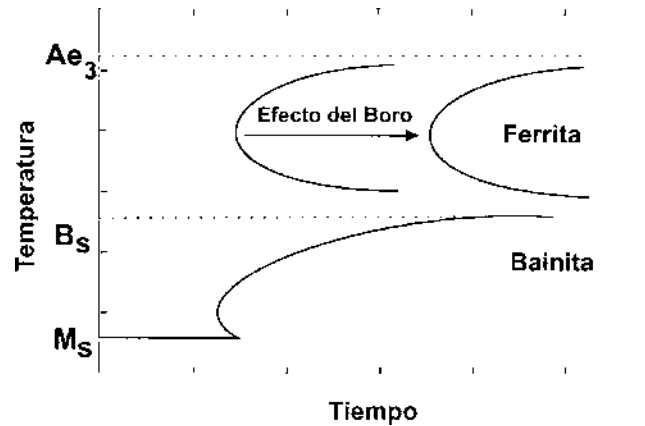
De acuerdo con la bibliografía [17], la adición de boro en aceros retrasa la aparición de la ferrita ya que retarda la nucleación heterogénea de la ferrita en la superficie de los granos austeníticos en un grado mayor que el de la bainita, esto permite a los aceros con boro ser enfriados continuamente y obtener una microestructura libre de perlita, este efecto se ilustra en la Figura 2.10 donde se observa un notable efecto en la transformación de la ferrita alotrópica y tan solo un pequeño retraso en la reacción bainítica. La segregación de boro a los límites de grano de la austenita reduce la energía en los límites de grano, lo cual disminuye la efectividad de estos para la nucleación heterogénea.

Gárlipp y colaboradores [35] reportan un incremento en los granos de austenita así como un refinamiento en la microestructura de aceros al C-Mn, así mismo Stumpf y colaboradores [36] reportan la capacidad del boro de refinar la microestructura final en aceros con bajo contenido de carbono.

La adición de 20 ppm de boro tiene un fuerte efecto sobre la cinética de transformación, aunque la cantidad exacta depende del tamaño de grano



austenítico, si se adiciona demasiado boro, este puede precipitar en forma de boruros lo cual estimula la nucleación de ferrita. El boro mejora la templabilidad únicamente cuando está presente en solución sólida y no en la forma de óxidos o nitruros, es por esta razón que los aceros aleados con boro son desoxidados con aluminio, el titanio es utilizado para neutralizar al nitrógeno que de otra forma se combinaría con el boro suprimiendo su efecto.



**Figura 2.10** Efecto de la adición de boro en el diagrama TTT. [17].

El carbono tiende también a segregarse a los bordes de grano; en aceros de bajo contenido de carbono, el niobio y el titanio forman carburos, lo cual reduce la cantidad disponible para la segregación, esto deja los bordes libres para recibir el boro, de otra forma el boro sería desplazado de los bordes de grano por la segregación preferencial de carbono.

La capacidad del boro de segregarse a los límites de grano incrementa la cohesión de los granos de austenita además de retardar la formación de la ferrita proeutectoides [37].

La efectividad del boro es influenciada por la presencia de inclusiones no metálicas, especialmente en aceros inoculados donde las inclusiones son producidas intencionalmente para inducir la precipitación de bainita, por ejemplo el sulfuro de manganeso  $MnS$  y la alúmina  $Al_2O_3$  parecen actuar como sitios para la nucleación heterogénea para  $BN$  y  $M_{23}C_6$  durante la fabricación del acero, esto reduce la cantidad de boro disponible que segrega para la

formación de sitios para la nucleación de ferrita. Bajas concentraciones de azufre 50 ppm pueden estimular la nucleación de la bainita, sulfuros ricos en hierro precipitan en los límites de grano de la austenita y forman lugares propicios para la nucleación de bainita [17].

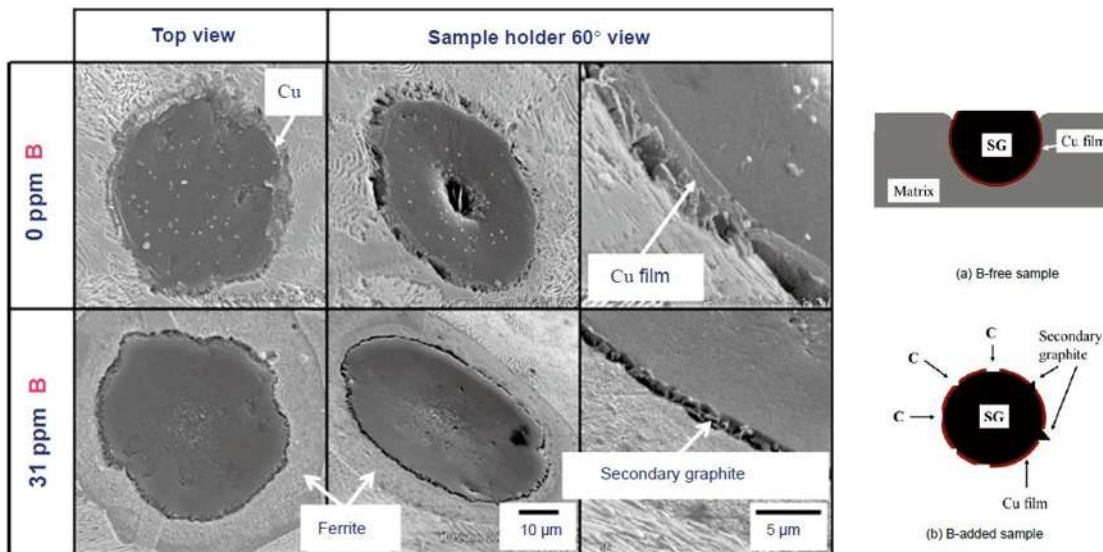
Se ha reportado que la solubilidad del boro en la austenita, ferrita y martensita en aleaciones ferrosas incrementa con la adición de elementos de aleación, Guo y colaboradores [18] analizaron la solubilidad del boro en un hierro martensítico aleado con un 12 % de cromo y un 1.35% en peso de boro y otros elementos de aleación, reportan que la matriz consiste en una solución sólida supersaturada de boro y carbono, la solubilidad del boro detectada en la martensita por medio de microsonda electrónica, el cual se encontraba entre 0.185 a 0.515 % en condiciones de colada y de 0.015 a 0.0589 % en peso para la martensita solubilizada térmicamente, lo cual es mucho mayor al 0.005 % reportado por otros investigadores en hierro puro. Este incremento en la solubilidad puede estar asociado a la presencia de elementos de aleación como cromo, vanadio y molibdeno, los cuales tienen diámetros atómicos mayores al hierro y que expanden el parámetro de red lo suficiente como para permitir que el boro ocupe las posiciones intersticiales en la red [18].

Yusuf y colaboradores [20] realizaron el tratamiento de boro-tempering a un hierro nodular, reportan que la presencia de boro tiene un efecto negativo en la templabilidad el cual puede estar ligado a los altos contenidos de boro, ya que como reportan Peng y colaboradores [21] la adición de boro en pequeñas cantidades pueden mejorar la templabilidad del CADI pero con contenidos mayores de boro se tiene una disminución de la templabilidad debido a una excesiva cantidad de átomos de boro en los bordes de grano de la austenita, los cuales forman boro-carburos que actúan como lugares para la nucleación de ferrita. Sin embargo se pueden obtener una estructura con buena dureza y buena resistencia al impacto con contenidos de boro de 0.003wt%, además, se

observó que la nodularidad se ve afectada con contenidos de boro mayores a 0.05wt% [21].

Investigaciones recientes [38, 39] reportan que el boro tiene la capacidad de interrumpir la barrera de cobre que se forma durante el proceso de solidificación del hierro nodular, el cual es el responsable del efecto perlitizante del cobre ya que tal barrera impide la difusión del carbono. Por lo tanto, la adición de boro disminuye la dureza de la aleación.

En la figura 2.11 se muestra una imagen de microscopía electrónica de barrido en la cual rotaron el porta muestras un ángulo de 60°, se observa la ausencia del anillo de cobre en la superficie del nódulo y la formación de grafito secundario en la microestructura de la aleación con 31 ppm de boro, en la parte derecha se muestra un esquema del fenómeno de grafitización secundaria.



**Figura 2.11.** Formación de grafito secundario en la superficie del nódulo [38].

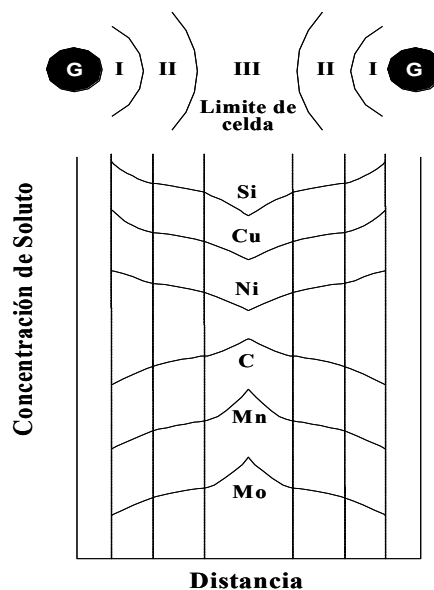
### 2.2.9 Segregación

El efecto de la segregación es de gran importancia en el tratamiento de austemperizado, sin embargo su efecto se detallará más adelante.

Generalmente, los aleantes no se distribuyen homogéneamente en la austenita, si no que tienden a segregarse durante la solidificación, en forma positiva, hacia las últimas regiones solidificadas. Se ha demostrado que el molibdeno y el fosforo segregan fuertemente en la parte central de una sección gruesa, dando como resultado compuestos intercelulares complejos. Los elementos grafitizantes, (Si, Cu, Ni,), tienden a concentrarse cerca de los nódulos, mientras que elementos que promueven la formación de carburos, (Cr, Mn, Mo), tienden a concentrarse cerca de la fase perlítica o en los límites de grano [5, 9].

Durante la solidificación de los hierros nodulares, los elementos como el V, Cr, Mo y Mn se segregan en los límites de grano de las regiones eutécticas, formando carburos o compuestos de hierro que difícilmente se descomponen, aún tratándolos con recocido a altas temperaturas [9].

Se han designado 3 zonas a lo largo de la célula del eutéctico para ilustrar la distribución de elementos en los hierros nodulares como se muestra en la Figura 2.12.



**Figura 2.12.** Zonas de segregación de soluto entre nódulos adyacentes de grafito.

### 2.3 Propiedades Mecánicas del Hierro Nodular.

Las propiedades mecánicas del hierro nodular en condiciones de colada se muestran en la Tabla 2.1, estas dependen del tipo de estructura metalográfica y del contenido de elementos de aleación.

**Tabla 2.1 Propiedades mecánicas del hierro nodular en condiciones de colada [16].**

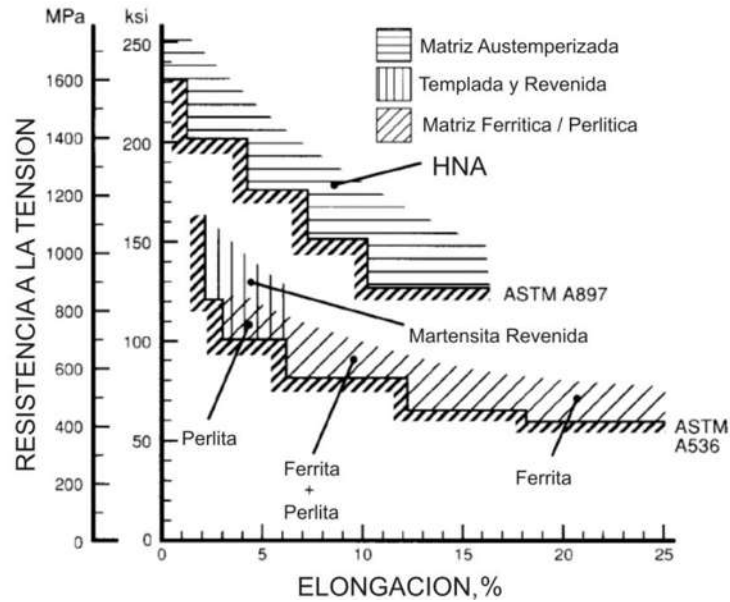
Tipo	Contenido de aleación	Resistencia Tensil LB/Pulg <sup>2</sup>	Resistencia a la Cedencia LB/Pulg <sup>2</sup>	Elongación, porcentaje en 2 pulg.	BHN
Ferrítico	Bajo	55,000	35,000	25	130
	Alto	90,000	70,000	12	210
Perlítico	Bajo	80,000	60,000	10	200
	Alto	130,000	110,000	2	275

Las propiedades del hierro nodular pueden ser mejoradas mediante tratamiento térmico, estos tratamientos dependen de las propiedades que se deseen obtener para determinada aplicación. Los hierros nodulares pueden ser tratados térmicamente para:

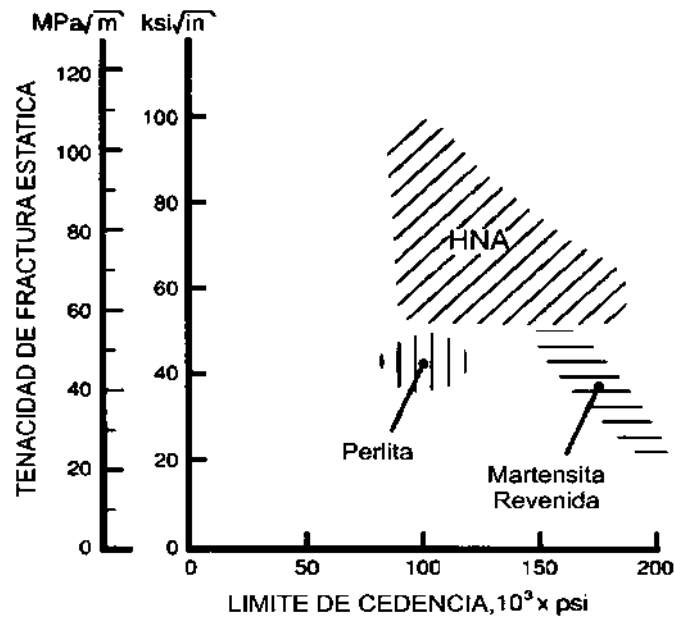
- Incrementar la tenacidad y al ductilidad.
- Incrementar la resistencia a la tensión y resistencia al desgaste.
- Incrementar la resistencia a la corrosión.
- Homogenizar las propiedades.
- Mejorar la maquinabilidad.
- Relevar esfuerzos.

Algunos de estos tratamientos son; temple, normalizado, revenido, recocido, austemperizado, etc. Se han diseñado algunos otros tratamientos térmicos especiales para producir mezclas de fases como bainita y martensita[40] así como tratamientos intercríticos [41-45]. Las Figuras 2.13 y 2.14 muestran

algunas de las propiedades mecánicas de diferentes tipos de hierros nodulares tratados térmicamente y en condiciones de colada.



**Figura 2.13.** Resistencia a la tensión en función de la elongación para diferentes hierros nodulares [12].



**Figura 2.14.** Tenacidad de fractura en función del límite de cedencia ó límite elástico de diferentes hierros nodulares [12].

Como se puede observar en las figuras anteriores el tratamiento térmico de austemperizado proporciona una excelente combinación de propiedades por lo que ha tenido gran auge en los últimos tiempos, este tratamiento se detalla de forma extensa en la siguiente sección.

## **2.4 Tratamiento de Austemperizado en el Hierro Nodular**

El austemperizado es un tratamiento térmico que fue desarrollado por Davenport y Bain, este tratamiento fue aplicado desde la década de 1930 en aceros colados y forjados, su producto era una microestructura llamada bainita en honor a Bain, este tratamiento involucra una austenización del material, temple y una transformación isotérmica (austempering) durante un determinado tiempo en la región bainítica.

En la década de 1950 fue desarrollado el hierro nodular el cual posee una matriz muy similar a los aceros, pero el tratamiento térmico de austemperizado fue aplicado a nivel industrial en el hierro nodular hasta 1972 cuando fueron desarrollados sistemas más eficientes para su aplicación. En la década de los 90's fueron desarrollados los estándares de la ASTM para el hierro nodular austemperizado y fue introducido el término de ausferrita para denominar a la microestructura de la matriz del hierro nodular austemperizado [6].

En 1998 la producción mundial de HNA era de aproximadamente 100,000 toneladas anuales [12].

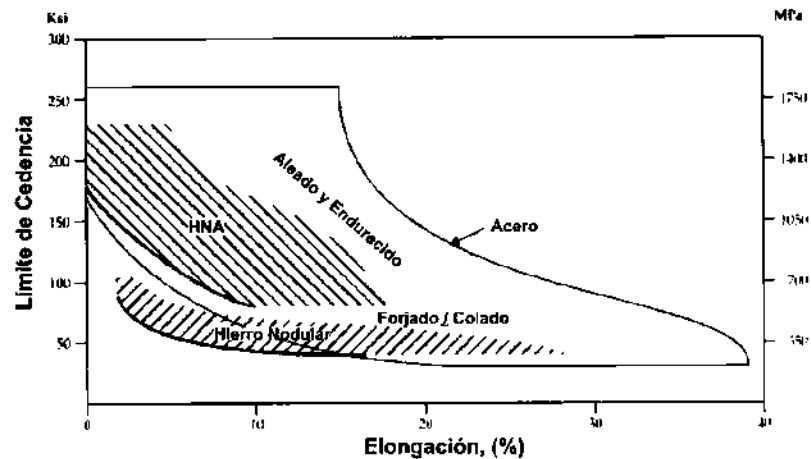
El producto de este tratamiento es una matriz formada por ferrita acicular y austenita retenida con alto contenido de carbono llamada ausferrita, esta estructura difiere de la bainita obtenida en los aceros la cual está formada por ferrita y cementita, sin embargo, si el tiempo de exposición en el austemperizado es demasiado prolongado la ausferrita se degrada y da lugar a la formación de la bainita [6, 7, 46].

El tratamiento de austemperizado proporciona al hierro nodular, buena tenacidad, resistencia a la fatiga y al desgaste, además ofrece grandes

beneficios como son; alta relación peso-resistencia, buena maquinabilidad, bajo costo, flexibilidad en el diseño y fabricación, lo cual lo vuelve muy competitivo comparado con materiales como el acero y aleaciones de aluminio [2, 7, 47].

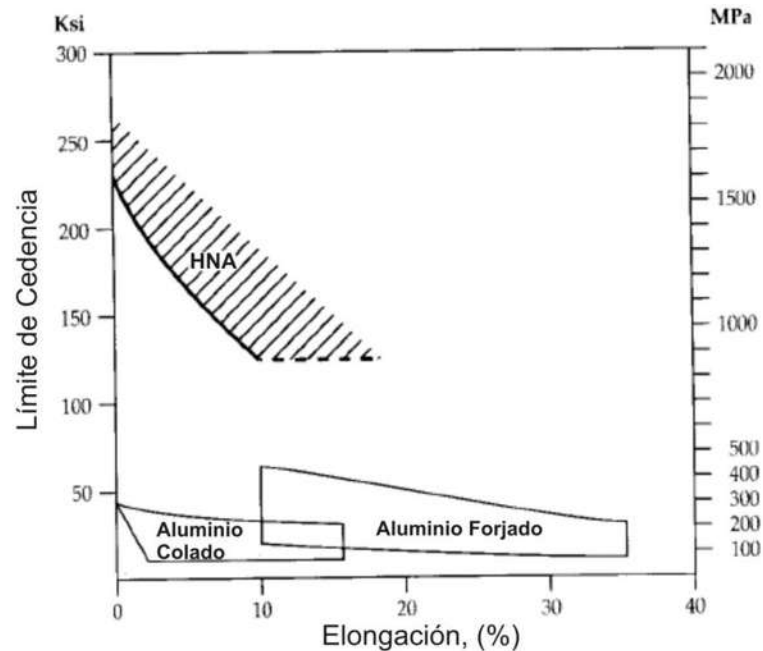
Los costos de fabricación del hierro nodular austemperizado son substancialmente menores a los del acero forjado, el HNA tiene como ventaja una mayor resistencia específica, es considerado un material muy prometedor y es un sustituto muy económico para el acero forjado en aplicaciones estructurales en la industria automotriz (cigüeñales, engranes de transmisión, bielas), en la industria militar (proyectiles de cañón, engranajes de aterrizaje de aeronaves, etc), maquinaria agrícola, ferrocarriles, así como la industria minera[2, 48-52] además su resistencia al desgaste es comparable a la de aceros aleados y endurecidos como el AISI 4340[53].

En las Figuras 2.15 y 2.16 se muestran algunas propiedades del HNA comparadas con aceros y aleaciones de aluminio [12].



**Figura 2.15.** Resistencia a la tensión en función de la elongación para hierro nodular, HNA (hierro nodular austemperizado) y algunos aceros.





**Figura 2.16.** Limite de elástico en función de la elongación para HNA y aleaciones de aluminio.

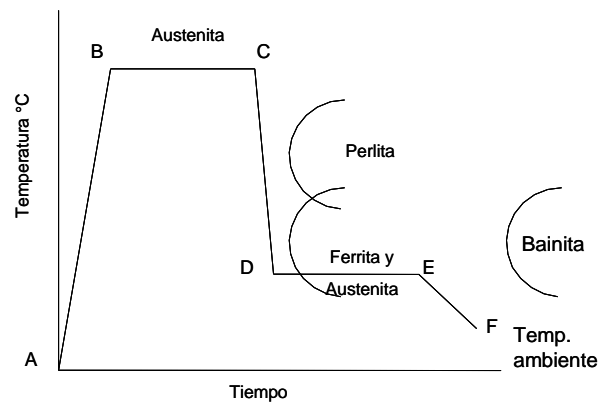
La microestructura de la matriz del HNA producto de este tratamiento térmico es la responsable de las propiedades mecánicas de este tipo de hierros, la cual consiste en ferrita acicular y austenita retenida rica en carbono disuelto[5]. Esta microestructura ausferrítica se presenta en el hierro nodular gracias al elevado contenido de carbono el cual estabiliza la austenita y a la presencia del silicio, el cual hasta cierto grado inhibe la formación de carburo, sin embargo, microestructuras ausferríticas han sido observadas en aceros con alto contenido de silicio [54] así como en hierros grises [55].

Los elementos de aleación juegan un papel importante en el tratamiento de austemperizado, ya que durante el este, si la templabilidad es insuficiente, parte de la austenita en el hierro nodular se transformará a perlita, lo cual no es conveniente, por lo tanto, la adición de elementos de aleación es inevitable para lograr la templabilidad deseada y por ende un buen producto del tratamiento de austemperizado [56, 57].

Entiéndase por templabilidad retrasar la transformación de la austenita a ferrita, recorriendo las curvas de transformación CCT hacia tiempos mayores,

evitando así durante un enfriamiento moderadamente rápido cruzar las líneas de transformación perlítica.

El austemperizado es un tratamiento isotérmico (manteniendo una temperatura constante por un intervalo de tiempo) este proceso involucra dos etapas: primero la pieza de hierro nodular es austenitizada en un rango de temperaturas entre 850°C y 950°C durante un tiempo determinado. Esto es seguido por la segunda etapa, que consiste en un enfriamiento rápido en un baño de sales o de aceite, que estará en un rango de temperaturas entre 235°C y 450°C, donde se mantiene la pieza por un tiempo que puede variar desde 5 minutos hasta 4 horas, posteriormente, se deja enfriar a temperatura ambiente. En la Figura 2.17 se muestra un diagrama de un ciclo típico del tratamiento térmico de austemperizado [8].



**Figura 2.17** Ciclo térmico del tratamiento de austemperizado aplicado al hierro nodular.

En la Figura 2.17 se observa cómo el segmento AB representa calentamiento desde la temperatura A hasta la temperatura B (temperatura de austenitizado), entre 850°C y 950°C donde se mantiene la pieza por un tiempo representado por el segmento BC. Alcanzada la completa austenitización en el tiempo C, en este punto comienza el enfriamiento de austemperizado representado por el segmento CD, este descenso de la temperatura se mantiene en la temperatura D (235°C - 450°C) por un tiempo marcado por el segmento DE. El segmento EF representa el enfriamiento a temperatura ambiente desde la temperatura de austemperizado.

### ***2.4.1 Reacción en el Austemperizado.***

La reacción de austemperizado es considerada una reacción de dos pasos: Etapa I y Etapa II, diferente a la reacción bainítica en los aceros.

ETAPA I:  $\gamma \rightarrow \gamma_r + \alpha$

ETAPA II:  $\gamma_r \rightarrow \alpha + \text{carburo (Fe}_3\text{C)}$

En los aceros la austenita se transforma directamente en ferrita y cementita:

$(\gamma \rightarrow \alpha + \text{Fe}_3\text{C}) = \text{Reacción bainítica en los aceros}$

De acuerdo con la literatura [5] existen diferencias fundamentales entre hierros y aceros son mencionadas a continuación, estas diferencias permiten en el hierro obtener la estructura ausferrítica, la cual no se presenta en los aceros:

- En el acero, la adición de altos contenidos de silicio son considerados perjudiciales a excepción de aceros con aplicaciones eléctricas. En el caso de los hierros, el silicio es esencial y juega un rol importante en la formación de la matriz ausferrítica.
- El acero solidifica como una sola fase, en el caso del hierro este solidifica como un eutéctico, por lo tanto existe una distribución de soluto distinta, la distribución de soluto altera la cinética de transformación en el hierro.
- La concentración del carbono en el acero es constante, en el caso del hierro debido a la presencia de los nódulos de grafito que actúan como bancos de carbono, éste puede moverse entre los nódulos y la matriz, lo cual permite tener una concentración de carbono variable en la matriz.

Como se mencionó anteriormente el producto del tratamiento de austemperizado en el hierro nodular es una microestructura formada por austenita rica en carbono y ferrita acicular llamada ausferrita, durante el tratamiento de austemperizado, la ferrita bainítica empieza su nucleación en los límites de grano de la austenita; al mismo tiempo, el carbono expulsado de

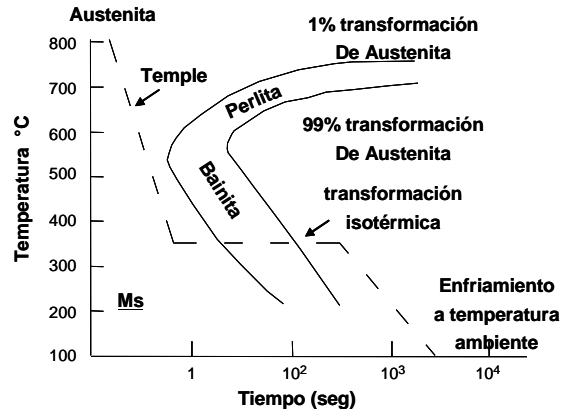
las placas de ferrita en crecimiento, es depositado en la austenita circunvecina.

En los hierros nodulares, la precipitación de carburos de hierro no ocurre necesariamente como ocurre en la transformación bainítica en los aceros; esto es debido al alto contenido de silicio en los hierros nodulares, el cual evita la formación del carburo bainítico. Consecuentemente, la austenita remanente continúa absorbiendo carbono conforme la reacción bainítica avanza. Así como la austenita comienza a estar suficientemente enriquecida en carbono, el crecimiento de las placas de ferrita bainítica es inhibido y la reacción es detenida. Se ha demostrado que el contenido de carbono disuelto en la austenita puede ser de hasta de un 2.1% C, suficiente para que ésta sea térmica y mecánicamente estable [3, 5].

- La austenita retenida no es estable cuando es pobre en carbono, (esto es con contenidos menores a 1.0% C), se transformara en martensita al momento en que el hierro se enfría a temperatura ambiente. Por otro lado, después de tiempos largos de austemperizado, la austenita retenida se transformara en ferrita y carburos de hierro.

Se han encontrado diferencias significativas tanto en las características de transformación como en la microestructura para tratamientos a altas temperaturas de austemperizado (330°C-450°C) y a bajas temperaturas de austemperizado (240-330°C).

La Figura 2.18 muestra un diagrama TTT (Tiempo, Temperatura y Transformación) ilustrando la región de austemperizado, se puede observar cómo diferentes mecanismos de transformación operan a temperaturas mayores y a menores de 330°C [3, 8, 58].



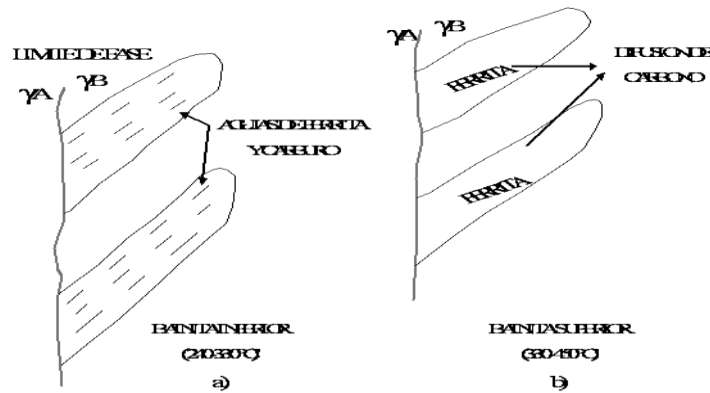
**Figura 2.18** Diagrama TTT donde se ilustra la región de austemperizado.

A temperaturas menores de  $330^{\circ}\text{C}$  la velocidad de crecimiento de los granos de ferrita es relativamente alta y la velocidad de difusión del carbono es relativamente baja, por lo tanto, la estructura resultante estará formada por ferrita acicular con un alto contenido de carbono disuelto; con tiempos cortos de austemperizado, dicho carbono es rechazado por la ferrita precipitando como carburo de hierro  $\text{Fe}_3\text{C}$  ó carburo épsilon ( $\text{Fe}_{2-3}\text{C}$ ) dentro de los granos aciculares de ferrita.

Ya que sólo una pequeña cantidad de carbono rechazada de la ferrita, es disuelta en la austenita, las cantidades de austenita retenida rica en carbono presente en la matriz a temperatura ambiente serán bajas (aproximadamente 15% en vol.). Esta estructura es referida como “bainita inferior”. En la figura 2.19.a se muestra una representación esquemática del mecanismo de formación de la “bainita inferior”.

En tratamientos isotérmicos con temperaturas por arriba de  $330^{\circ}\text{C}$ , la difusión del carbono es más rápida y, por lo tanto, la mayoría del carbono es capaz de difundirse fuera de las placas de la ferrita bainítica creciente, enriqueciendo la austenita remanente de carbono. El contenido de carbono disuelto en la austenita eventualmente alcanzará niveles entre 1.5-2.1% C donde la transformación bainítica es inhibida. Esta austenita retenida, puede ser estable, al menos hasta  $-120^{\circ}\text{C}$ . La microestructura formada a temperaturas de austemperizado mayores de  $330^{\circ}\text{C}$  en hierros nodulares es referida como “bainita superior”.

En la Figura 2.19.b, se muestra una representación del mecanismo de formación de la bainita superior, el volumen de austenita retenida puede ser hasta un 40% en volumen [9, 59].

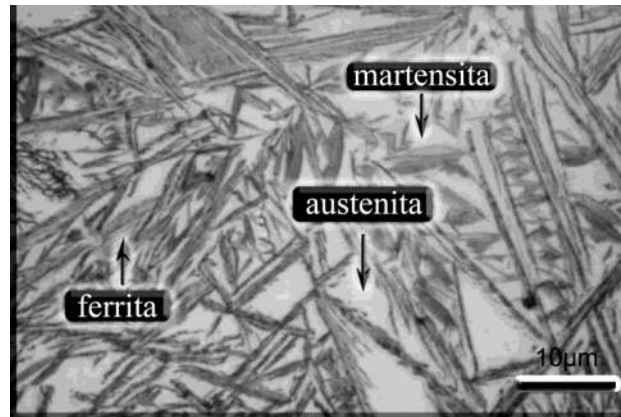


**Figura 2.19** Mecanismos de transformación de: a) Bainita Inferior, b) Bainita Superior.

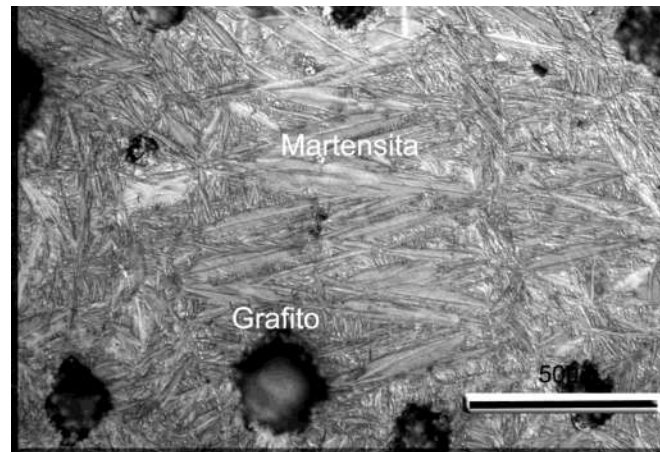
La diferencia principal entre las reacciones de austemperizado a altas y a bajas temperaturas de austemperizado es la cinética de las reacciones. Estas reacciones a su vez ocurren en dos etapas llamadas etapa I y etapa II. En temperaturas bajas de austemperizado, la coprecipitación de carburos ocurre al inicio del tratamiento, es decir desde la etapa I, debido a la relativa baja velocidad de difusión del carbono en la austenita.

En temperaturas de austemperizado arriba de 330°C, la etapa I de la reacción consiste básicamente en la transformación de la austenita (γ) en ferrita (α) y en austenita retenida enriquecida de carbono (γ<sub>r</sub>). La matriz de una estructura de HNA puede contener hasta un 40% de austenita retenida rica en carbono, térmicamente estable a temperaturas menores que la temperatura ambiente.

La Figura 2.20 muestra una microestructura típica de un hierro austemperizado. La figura 2.21 muestra una microestructura completamente martensítica la cual sirve como referencia para observar la diferencia con la microestructura austenítica.



**Figura 2.20** Microestructura típica de un HNA mostrando la estructura de ausferrita con la presencia de algunas agujas de martensita.



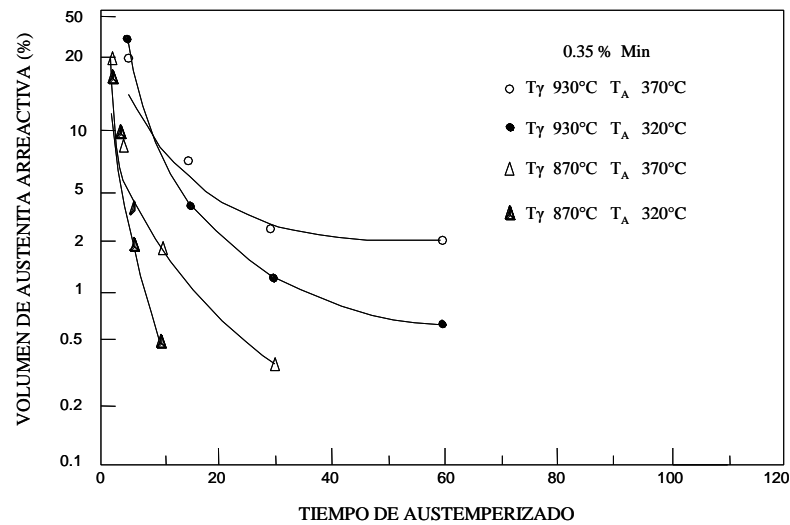
**Figura 2.21** Microestructura martensítica de un hierro nodular austenizado y templado.

Se ha observado que en las regiones intercelulares, donde existe mayor segregación de los elementos de aleación, la velocidad de la etapa I de la reacción es menor, este retraso, ocasiona que con tiempos muy cortos de austemperizado, no se permita una suficiente estabilización del carbono en la austenita [59]. En estas regiones se forman lagunas de austenita marginalmente estable al enfriar a temperatura ambiente, se transforman parcial o totalmente en martensita [60].

Muchos nombres se han utilizado para describir estas lagunas de austenita marginalmente estable, como son: austenita arreactiva o áreas sin

transformación, volumen de austenita arreactiva, o simplemente regiones blancas,  $\gamma_A$  ó  $\gamma_B$ .

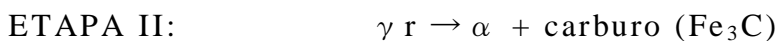
Algunos investigadores [5, 8, 9] están de acuerdo en que el final de la etapa I de la reacción, es cuando el porcentaje de austenita arreactiva es menor que 1% en volumen, la Figura 2.22 muestra el efecto del tiempo de austemperizado contra el volumen de austenita arreactiva.



**Fig. 2.22** Efecto del tiempo de austemperizado contra el volumen de austenita arreactiva.

Tiempos largos de austemperizado dan como resultado una estructura formada por ferrita y carburos. Esto es conocido como la etapa II de la reacción de austemperizado, esta etapa también debe ser evitada, pues viene acompañada de un notable descenso en ductilidad y tenacidad. Por esto, la estructura del HNA deseada deberá estar formada por ferrita y una cantidad considerable de austenita retenida rica en carbono [61, 62].

A temperaturas altas de austemperizado las dos etapas de la reacción se describen como:





A continuación se describen las dos etapas de la reacción de austemperizado en temperaturas de tratamiento menores a 330°C.

ETAPA I:  $\gamma \rightarrow \gamma_r + (\alpha + \text{carburo})$

ETAPA II:  $\gamma_r \rightarrow \alpha + \text{carburo}$

Donde:

$\gamma$ : es la austenita formada durante el proceso de austenitización a alta temperatura.

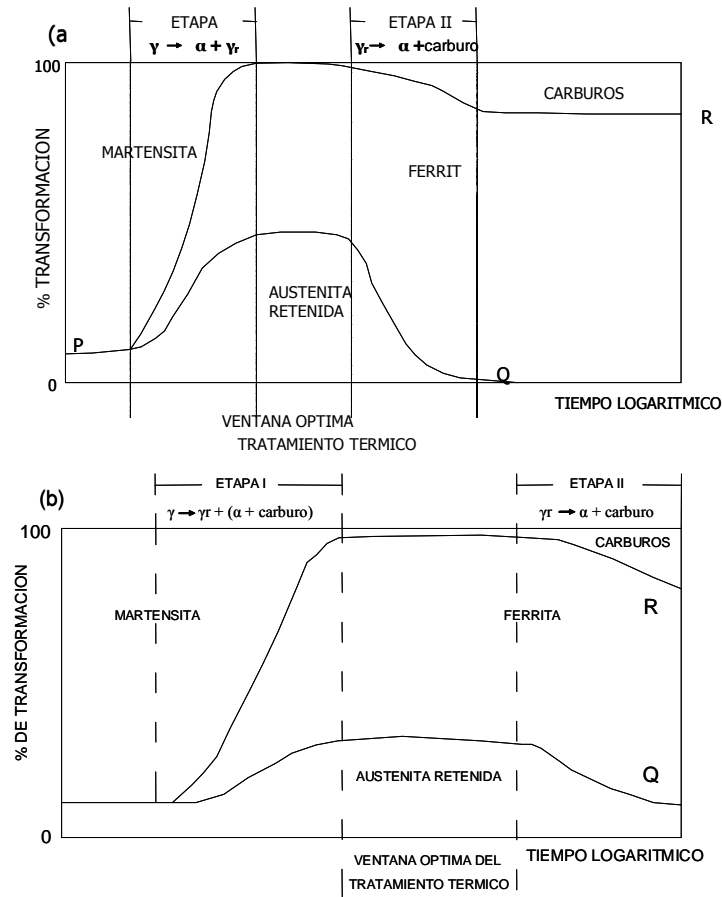
$\gamma_r$ : es la austenita enriquecida mediante el proceso de difusión durante el austemperizado.

$\alpha$ : es la ferrita bainítica.

La Figura 2.23 muestra una representación esquemática de las dos etapas de la reacción de austemperizado a altas y a bajas temperaturas [63].

El área bajo la curva PQ representa el volumen de austenita retenida. El área bajo la curva PR representa el volumen de ferrita presente. El volumen presente de cada fase se mide con difractor de rayos X.

Se ha determinado que existe un intervalo de tiempo entre la reacción de la etapa I y la reacción de la etapa II, a este intervalo se le conoce como “ventana optima” del austemperizado [64-66].

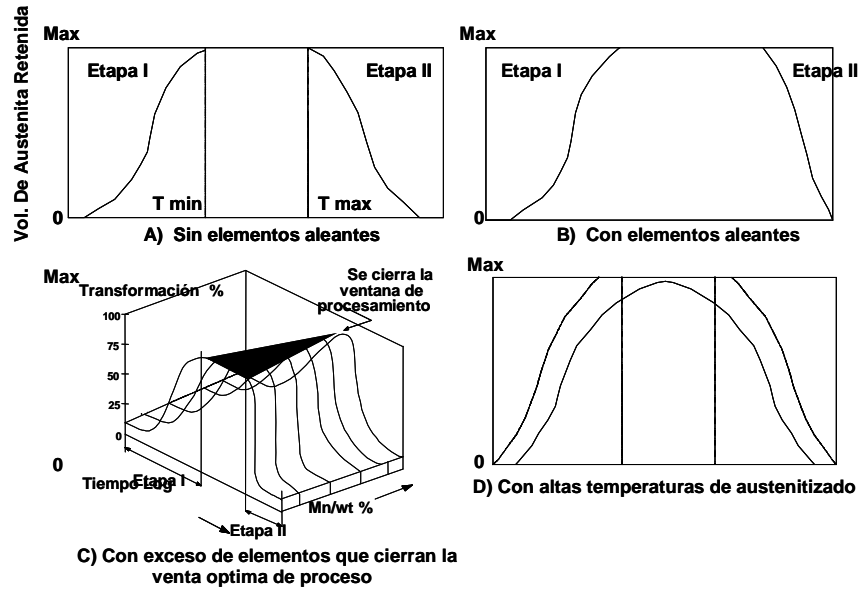


**Figura 2.23** Representación esquemática de la reacción de austemperizado; (a) A altas temperaturas de austemperizado (330-450°C), (b) A bajas temperaturas de austemperizado (260-330°C).

### 2.4.2 Ventana Óptima del Tratamiento Térmico

Al periodo de tiempo en el que no ocurre transformación de la austenita rica en carbono ni de ferrita, se le conoce como ventana óptima del austemperizado. Esquemáticamente, es el intervalo de tiempo en el que el volumen de austenita retenida rica en carbono alcanza un máximo y el contenido de austenita arreactiva o martensita sea menor a 1% en volumen. Esto es muy importante, pues es el momento en que se obtienen mejores propiedades mecánicas (ver Figura 2.24). La ventana óptima del proceso se obtiene de la curva de volumen de austenita retenida vs tiempo de

austemperizado. El tamaño de la ventana óptima será la que determine la cinética de la reacción de austemperizado para una aleación específica. El tamaño de la ventana óptima del proceso, depende de los elementos aleantes, así como del tiempo y de las temperaturas de austenitización y de austemperizado [56, 59, 64, 67].



**Figura 2.24** Volúmenes de austenita retenida contra tiempo de austemperizado.

El inciso (a) de la Figura 2.24 representa la ventana óptima de tratamiento de austemperizado en piezas sin elementos de aleación. En el inciso (b) se ve cómo la ventana del proceso de austemperizado se alarga por efecto de los elementos de aleación en comparación con la ventana del HNA del inciso (a). En el inciso (c) de la misma figura, se observa la ventana acortada por un inapropiado contenido de los elementos de aleación o por segregación de estos elementos de aleación; y por último, en el inciso (d) se observa cómo la ventana del proceso se puede agrandar utilizando temperaturas bajas de austenitización, contrarrestando la segregación u otros efectos indeseables de los elementos de aleación [57, 59, 64]. Algunos otros investigadores han logrado modificar la ventana óptima de procesamiento con novedosos tratamientos térmicos que involucran dos etapas posteriores a la austenitización [2, 68-72].

### 2.4.3 Temperatura de Austenización

El austenitizado es la primera etapa del ciclo de austemperizado. El austenitizado consiste en la nucleación y crecimiento de la austenita ( $\gamma$ ) en la matriz de la estructura de hierro. Este proceso las variables son la temperatura y tiempo de permanencia los cuales están en función del espesor y composición del metal.

Se toman diferentes consideraciones para tratamientos térmicos en los aceros y en los hierros. En los aceros, el contenido de carbono es de primera importancia para seleccionar la temperatura de austenitización; en los hierros, el contenido de silicio es el parámetro más importante. En el diagrama Fe-C-Si se observa cómo el silicio introduce una región en la que coexisten tres fases: ferrita, austenita y grafito ( $\alpha + \gamma + G$ ) (ver Figura 2.25). Esta región se conoce como el rango de la temperatura crítica, el lugar y el tamaño de esta región depende de la cantidad de silicio.

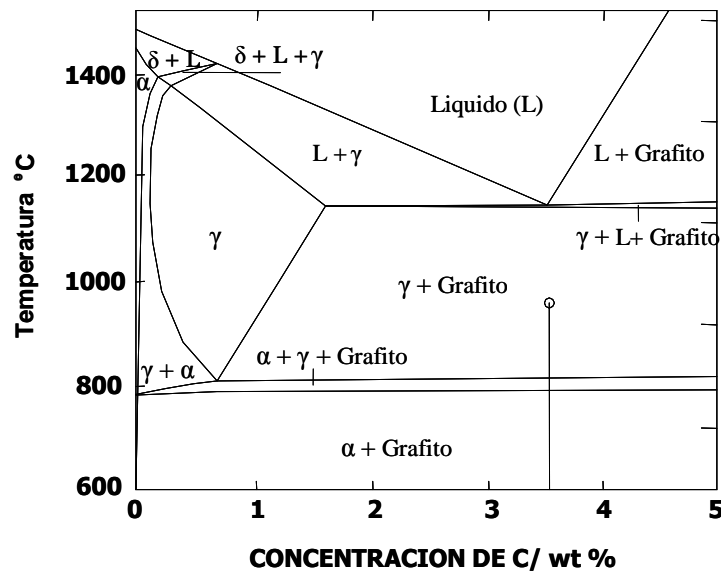


Figura 2.25 Diagrama de equilibrio Fe-C-2.5% Si.

En realidad la temperatura de austenitizado se puede considerar como una variable que depende de la aleación, ya que al aumentar la temperatura de austenitización aumenta el contenido de carbono disuelto (en la matriz)

durante el calentamiento. Como una gran cantidad del contenido del carbono se encuentra de reserva en los nódulos de grafito, es posible “seleccionar” el contenido de carbono disuelto en la matriz, simplemente eligiendo la temperatura de austenitización. En el diagrama de fases ternario Fe-C-2.5% Si, de la Figura 2.25, se observa cómo la solubilidad del carbono en la austenita varia desde 0.6% C a 770°C hasta aproximadamente: 1.4% C a 1100°C [8, 47, 61, 64].

Como el contenido de carbono en la matriz austenítica es afectado por la temperatura de austenitización, ésta es un parámetro importante sobre la transformación durante el austemperizado, principalmente en la etapa I de la reacción de austemperizado, temperaturas bajas de austenización producen estructuras más finas, sin embargo temperaturas menores a 900°C pueden ocasionar la presencia de ferrita residual [73]. Aumentando el contenido de silicio, se reduce la máxima solubilidad del carbono en la austenita. Para estimar la máxima solubilidad del carbono en la austenita, como se determina en el diagrama de equilibrio, se usa la siguiente expresión matemática en función de la temperatura de austenitización y del contenido de silicio [28]:

$$\%C \curvearrowright \frac{T\gamma}{420^{\circ}C} - 0.17 \curvearrowright \%Si \curvearrowright 0.95$$

Donde:

%C ( $\gamma$ ): es el contenido máximo de carbono en la austenita.

$T\gamma$ : es la temperatura de austenitización en °C.

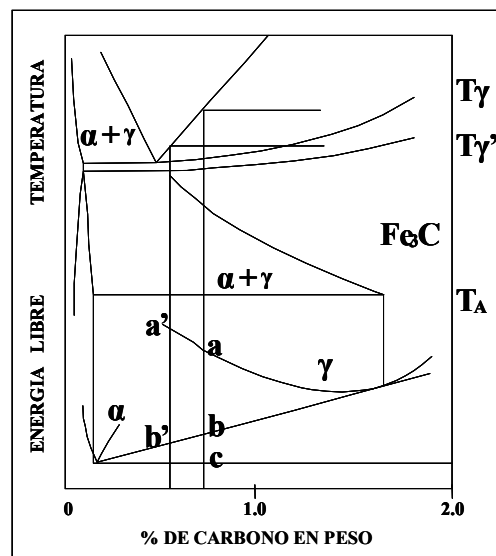
El efecto de otros elementos de aleación no se considera debido a su mínima influencia en este parámetro.

En la Figura 2.26 se muestra el efecto de reducir la temperatura de austenitización de  $T\gamma$  a  $T\gamma'$ ; la reducción del contenido de carbono en la matriz produce una fuerza impulsora desde a' hasta b' en la etapa I de la reacción de austemperizado; aumentando la nucleación de ferrita y la velocidad de la transformación inicial, se produce un gradiente mayor de

actividad. La alta difusión del carbono promueve el crecimiento de las placas de ferrita. Por lo tanto, al reducir la temperatura de austenitización se acelera la etapa I de la reacción de austemperizado, [47, 74] lo que da como resultado, una microestructura más uniforme, sin embargo el utilizar temperaturas de austenización demasiado bajas disminuye el contenido de carbono en la austenita, por lo que es más propensa a la formación de ferrita proeutectoide. Algunos resultados benéficos se han observado al utilizar temperaturas de austenitización hasta de 850°C.

Al disminuir  $T_\gamma$  disminuye el contenido de carbono en la matriz, formándose regiones aisladas de ferrita alrededor de los nódulos de grafito; se le llama ferrita original porque pertenecía a la microestructura original y no alcanzó a austenitizarse. Estas regiones se pueden distinguir claramente por su baja dureza, por lo que en un HNA se presenta un ligero aumento en la ductilidad y en la tenacidad a expensas de una reducción de dureza y resistencia.

Se ha sugerido usar temperaturas de austenitización dentro de la región ( $\alpha + \gamma + G$ ) del diagrama de la Figura 2.25, para mejorar la tenacidad de fundiciones de hierro nodular de grado de baja dureza [28].

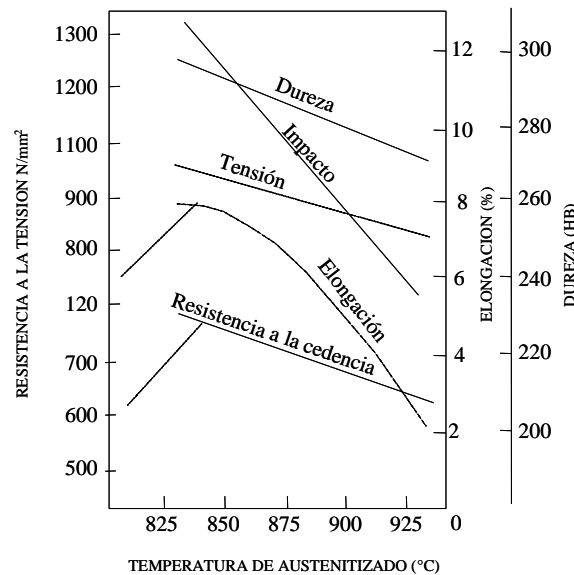


**Figura 2.26** Representación esquemática del diagrama de energía libre del proceso de austemperizado.

Como al aumentar la temperatura de austenitización se aumenta el contenido de carbono en la matriz, la temperatura para la transformación martensítica

disminuye, por lo que el comienzo de la transformación bainítica se retarda. Varios investigadores han demostrado que a altas temperaturas de austenitización afectan tanto la ductilidad como la tenacidad del HNA, por lo que se ha sugerido usar altas temperaturas de austenitización en HNA de grado de alta dureza, combinado con las bajas temperaturas de [28].

La Figura 2.27 muestra el efecto del tiempo de austenitización sobre algunas propiedades mecánicas.



**Figura 2.27** Efecto de la temperatura de austenitización en las propiedades mecánicas del HNA.

Otra bondad del HNA que ha sido reportada recientemente es su resistencia al choque térmico, la cual es superior a la del hierro nodular perlítico, además el tratamiento de austempering también mejora la resistencia a la tensión y ductilidad a elevadas temperaturas[44].

#### 2.4.4 Tiempo de Austenización

El contenido de carbono en la matriz no está únicamente determinado por la composición química del metal y la temperatura de austenitización, el tiempo es un parámetro importante para obtener homogeneidad [9, 28, 63]. El tiempo

de austenitizado es afectado por la microestructura de la matriz y el conteo de nódulos de grafito. Una matriz perlítica es austenitizada rápidamente y desarrollará un contenido de carbono uniforme, porque la perlita contiene una cantidad sustancial de carbono combinado en la forma de cementita. Una estructura ferrítica requiere mayor difusión de carbono desde los nódulos de grafito hasta la matriz, estas grandes distancias de difusión requieren de mayor tiempo.

De acuerdo con algunos investigadores[5, 8, 61, 64] tiempos largos de austenitización no tienen ningún beneficio en las propiedades del HNA, por esto una vez alcanzado el contenido de carbono en equilibrio en la austenita, tiempos más largos de austenitización significarán pérdida de energía y mayor gasto en el proceso. Delia y colaboradores [47] reportan que la combinación de tiempos cortos de austenización y bajas temperaturas resultan en una incompleta austenización, lo que da como resultado una baja tenacidad, por otra parte temperaturas mayores de austenización y tiempos moderadamente largos dan como resultado una mayor tenacidad debido a la disminución en el contenido de martensita después del austemperizado. A tiempos y temperaturas de austenizado notablemente mayores el contenido de austenita incrementa pero su estabilidad disminuye ya que forman granos equiaxiales y de gran tamaño con un alto contenido de carbono y debido a su tamaño y forma es más difícil que estos se enriquezcan en carbono durante el austemperizado, el centro de estos granos permanece bajo el contenido de carbono y tiende a transformar a martensita durante el enfriamiento [47, 75]

#### **2.4.5 Temperatura y Tiempo de Austemperizado**

La morfología y la proporción de los productos de la transformación, así como la formación de martensita en el HNA dependen del tiempo y temperatura de austemperizado, a su vez estos, dependen de elementos de aleación presentes en el material ya que pueden acelerar o retardar la transformación de la austenita, lo cual a su vez, puede cambiar la proporción de fases producto de



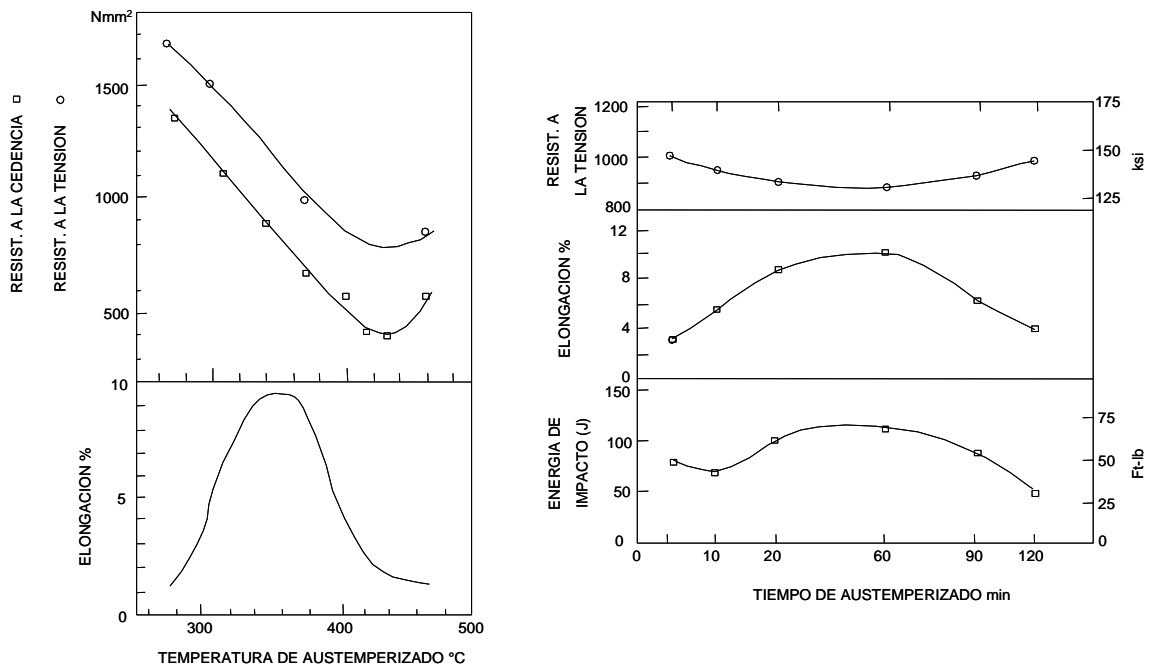
la transformación [76]. Se pueden obtener dos microestructuras notablemente diferentes: a bajas temperaturas y a altas temperaturas de austemperizado. La formación de martensita es favorecida por temperaturas de austemperizado bajas y/o tiempos cortos de austemperizado [5, 8].

A temperaturas bajas de austemperizado (260-330°C) se favorece la formación de una microestructura llamada estructura bainítica inferior formada por ferrita fina acicular y carburos, acompañada por una pequeña cantidad de austenita retenida (aproximadamente menos del 15% en volumen). Esta austenita retenida puede permanecer estable aún con tiempos muy largos de austemperizado. Las características mecánicas de esta estructura son: alta resistencia al desgaste, a la tensión y alta dureza, pero menor ductilidad que las estructuras austemperizadas a altas temperaturas[11]. Esto es atribuido a la presencia de ferrita con alto contenido de carbono que puede tener inicialmente una estructura tetragonal distorsionada o martensítica [28].

Con temperaturas de austemperizado, entre 330°C y 400°C, se puede obtener una estructura formada por ferrita acicular libre de carburos y una cantidad considerable de austenita retenida, austemperizando en los tiempos comprendidos dentro de la ventana del proceso. Olivera y colaboradores [77], de igual manera reportan que la ventana óptima de procesamiento se expande utilizando temperaturas de austemperizado en el rango de 300°C a 400°C. La estructura obtenida en este rango de temperaturas proporciona alta resistencia, excelente ductilidad y tenacidad. El tiempo de austemperizado, a estas temperaturas, es un factor muy importante para la fabricación de piezas de HNA. Tiempos cortos no permiten a la austenita enriquecerse suficientemente de carbono, para ser estable a temperaturas bajas; la austenita marginalmente estable se transformará parcial o completamente en martensita; consecuentemente, esto afectará las propiedades mecánicas del HNA [3, 9, 28, 68, 69].

Después de tiempos relativamente largos de austemperizado, ocurre una reducción apreciable en la cantidad de austenita retenida en la microestructura. Esto es debido a la precipitación de carburos de hierro a

costa del carbono de la austenita. Por lo tanto, el contenido de carbono disuelto en la austenita se va reduciendo conforme va ocurriendo la transformación bainítica. La microestructura final, al enfriar a temperatura ambiente, consistirá en placas de ferrita, carburos y una pequeña cantidad de austenita retenida, dando como resultado bajas propiedades mecánicas. Las características mecánicas en respuesta a los cambios en la microestructura, se muestran en la Figura 2.28 [28].



**Figura 2.28** Efecto de la temperatura y tiempo de austemperizado sobre algunas propiedades mecánicas.

A temperaturas por arriba de 400°C, la difusión del carbono es rápida y las etapas I y II de la reacción son completadas muy rápido. Los productos de esta estructura son relativamente mucho más gruesos, los hierros austemperizados a esta temperatura presentan una disminución considerable en la ductilidad y en la resistencia al impacto [3, 28].

## 2.5 Propiedades Mecánicas del HNA

Como se mencionó anteriormente el Hierro Nodular Austemperizado (HNA) presenta grandes ventajas sobre el acero forjado, el cual es el material más utilizado en las aplicaciones donde se requiere una alta resistencia, tenacidad, ductilidad y resistencia al desgaste, lo cual hace del HNA un material muy interesante industrialmente [78-80]. El tratamiento de austemperizado mejora notablemente las propiedades mecánicas del hierro nodular, lo anterior puede ser claramente observado en la Tabla 2.2 donde se comparan las propiedades mecánicas del acero forjado, hierro nodular perlítico y hierro nodular austemperizado grado 150/100/7.

**Tabla 2.2** Propiedades mecánicas del acero forjado, hierro nodular perlítico y hierro nodular austemperizado grado 150/100/7.

Propiedad Mecánica	Material		
	Acero Forjado	Hierro Nodular Perlítico	HNA Grado 150/100/7
Límite de Cedencia, ksi (MPa)	75 (520)	70 (480)	120 (830)
Resistencia a la Tensión, ksi (MPa)	115 (790)	100 (690)	160 (1100)
Elongación, %	10	3	10
Dureza Brinell	262	262	286
Resistencia al Impacto*, Lb-pie (J)	130 (175)	40 (55)	120 (165)

\* Charpy sin muescas a temperatura ambiente.

La finalidad del tratamiento térmico de austemperizado es principalmente, mejorar la resistencia sin afectar en gran medida la ductilidad del hierro nodular. Esto ha sido logrado por varias empresas manufactureras automotrices. Existen reportes de diferentes fuentes[10, 81, 82] que hierros nodulares grado 500/7BS (500 MPa de resistencia máxima a la tensión y 7% de alargamiento) pueden mejorarse hasta obtener 1180 MPa de resistencia máxima y 15% de alargamiento en piezas austenitizadas a 850°C y austemperizadas a 355°C por 30 minutos. La Tabla 2.3 muestra las propiedades mecánicas y porcentajes de austenita retenida obtenidos al aplicar

diferentes tratamientos de austemperizado a un hierro nodular grado 500/7BS [61, 63, 81].

**Tabla 2.3** Propiedades mecánicas de un HNA para diferentes tiempos y temperaturas de austemperizado.

Temperatura / tiempo de austemperizado	Volumen de austenita retenida (%)	Dureza Vickers	Resistencia a la Tensión (MPa)	Energía de Impacto (J)
380°C/30mins.	25.80	329	966	138
380°C/60mins.	27.00	331	1037	140
355°C/30mins.	29.00	453	1184	85
300°C/30mins.	10.20	373	1444	37

Como se observa en los datos de la Tabla 2.3, existe una relación directamente proporcional entre el volumen de austenita retenida y los valores de resistencia al impacto. También se puede apreciar que se obtienen valores de alta resistencia como 1030 MPa y una elongación hasta del 25% en estructuras austemperizadas a 380°C por 60 minutos donde se obtuvieron valores de austenita retenida hasta de 27%.

De acuerdo a sus propiedades de tensión los hierros nodulares se han clasificado en diferentes grados divididos en dos clases principalmente [28]:

Clase I: bañíticos inferiores: Muy alta resistencia, poca ductilidad, durezas mayores a 400 HB, utilizados en engranes u otras aplicaciones donde se requiera someterse a esfuerzos de contacto.

Clase II: bañíticos superiores: Alta resistencia aunada a buena ductilidad y con durezas entre 260 y 350 HB, razonablemente maquinables y comúnmente usados en aplicaciones más estructurales como cigüeñales.

También se han desarrollado algunos estándares para clasificar al HNA. La Tabla 2.4 muestra las especificaciones para los diferentes grados de HNA de acuerdo con la ASTM, la Tabla 2.5 muestra una clasificación similar y sus características de acuerdo con la “Ductil Iron Society de EE.UU.”.

**Tabla 2.4** ASTM A897/897M Especificación de los valores mínimos para las propiedades del HNA [16].

Grado	Resistencia máxima (UTS) (MPa/Ksi)	Límite de Cedencia (MPa/Ksi)	Elongación (%)	Energía de Impacto (J/Lb-Pie)	Dureza Brinell
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

La resistencia a la tensión y la elongación son comúnmente 2 propiedades antagónicas, en la Tabla 2.5 se puede observar la relación entre estas 2 propiedades donde se observa la disminución de la ductilidad conforme incrementa la resistencia a la tensión.

**Tabla 2.5** Grados de hierro nodular austemperizado y sus características de acuerdo con la Ductil Iron Society de Estados Unidos de America.

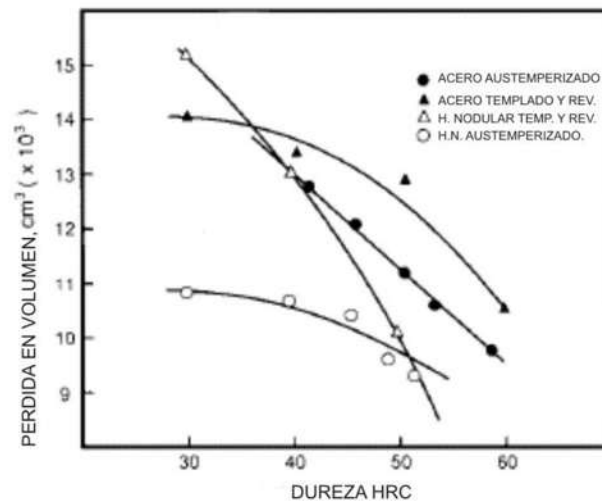
GRADO	Máxima resistencia (UTS) N/mm <sup>2</sup>	Elongación % mínimo	Características
HNA 1	862	10	Alta ductilidad aunada con buena resistencia
HNA 2	1043	7	Grado intermedio
HNA 3	1207	4	Alta resistencia, baja ductilidad
HNA 4	1379	2	Bastante alta resistencia, poca ductilidad

## 2.6 Dureza y Resistencia al Desgaste

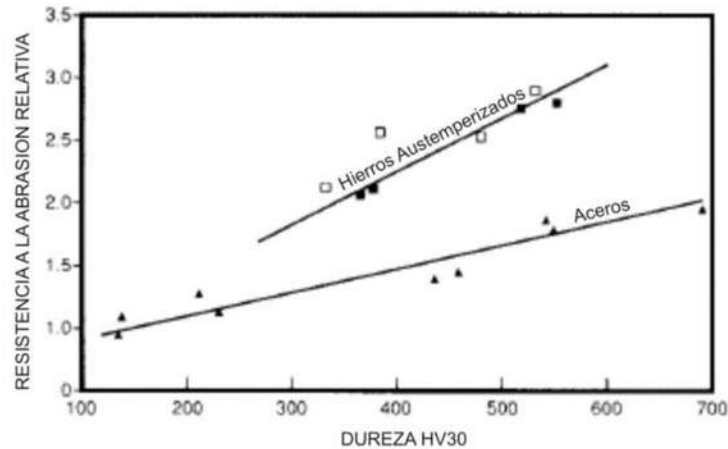
La resistencia al desgaste es una propiedad que está ligada con la dureza del material en cuestión[83], en el caso del hierro nodular austemperizado ocurre un fenómeno interesante. La presencia de austenita retenida rica en carbono producto del tratamiento de austemperizado tiene un notable efecto sobre la resistencia al desgaste del HNA.

Cuando el material es sometido a desgaste la austenita retenida puede transformarse a martensita por deformación, incrementando notablemente su resistencia al desgaste, por lo que el hierro nodular austemperizado presenta una resistencia al desgaste mayor comparado con algunos aceros resistentes a la abrasión tratados térmicamente con durezas similares.

Lo anterior se puede ver ilustrado en las Figuras 2.29 y 2.30, las cuales muestran la pérdida en volumen y la resistencia al desgaste abrasivo respectivamente en función de la dureza del hierro nodular austemperizado comparado con otros materiales resistentes al desgaste.



**Figura 2.29.** Pérdida en volumen en función de la dureza para diferentes tipos de materiales.



**Figura 2.30.** Resistencia a la abrasión relativa en función de la dureza de aceros y hierros nodulares austemperizados.

Cabe resaltar que el HNA únicamente sufre un endurecimiento superficial debido a la transformación de austenita a martensita inducida por deformación, por lo que mantiene la tenacidad en el interior [12, 53, 84]. Además, esta transformación produce un incremento en volumen muy localizado creando esfuerzos de compresión en las áreas transformadas [7, 11, 12]. Otra ventaja del HNA sobre los aceros en aplicaciones de desgaste deslizante es la presencia de grafito, ya que este actúa como lubricante disminuyendo el coeficiente de fricción [14]. Se han realizado algunos esfuerzos por tratar de mejorar la resistencia al desgaste del HNA, mediante la adición elementos de aleación para formar carburos [21, 45, 85]. O mediante el uso de elementos microaleantes como Nb y V para refinar la estructura mejorando notablemente su resistencia al desgaste [86]. Laino y colaboradores [85] produjeron un HNA carbúctico, mediante la adición de cromo en un rango de 1 a 2.5%. Sin embargo, la presencia de carburos produce una disminución en la tenacidad de fractura. Algunos otros investigadores han realizado tratamientos térmicos/termoquímicos superficiales con el mismo fin de mejorar la resistencia al desgaste [87-90]. Como ha sido reportado por diferentes investigadores [14, 22-24] la dureza de la matriz y la presencia de los nódulos de grafito en el HNA tienen cierta

influencia sobre su comportamiento al desgaste. Straffelini y colaboradores [14] realizaron ensayos de rodamiento-deslizamiento para aplicaciones en engranes de HNA con diferentes valores de dureza y cargas entre 50 y 500 N sin lubricación y velocidades bajas de rodamiento-deslizamiento. Encontraron que el grafito juega un papel muy importante disminuyendo el coeficiente de fricción así como la intensidad de desgaste. Además, encontraron que el HNA de menor dureza mostró una menor intensidad de desgaste debido a su mayor ductilidad y a la formación de una capa tribológica durante el proceso de rodamiento-deslizamiento, reportan que el mecanismo de desgaste es por delaminación.

Por otra parte Haseeb y colaboradores [22] reportan que el principal mecanismo de desgaste es por oxidación para un HNA sometido a desgaste por deslizamiento sin lubricación para cargas entre 7.5 y 30N y velocidades altas de deslizamiento. También compararon el comportamiento de un HNA con un hierro nodular templado y revenido con el mismo nivel de dureza, el HNA mostró una mayor resistencia al desgaste debido al endurecimiento secundario producto de la transformación por deformación de la austenita retenida a martensita además del endurecimiento por deformación de la ferrita bainítica. Zimba y colaboradores [23] reportan que el mecanismo de desgaste es por medio de delaminación por fatiga superficial y oxidación para cargas entre 40 y 140 N cuando el material es sometido a desgaste por deslizamiento recíprocante.

El comportamiento al desgaste por rodamiento y deslizamiento también ha sido reportado. Zhou y colaboradores [24], reportan un incremento en la dureza después del ensayo de rodamiento producto de la transformación de la austenita retenida a martensita por deformación, en el caso del ensayo con lubricación por deslizamiento el mecanismo de desgaste fue desgaste por fatiga con una carga de 1000 N.



## CAPITULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo se detalla la forma y especificaciones técnicas con las cuales se llevó a cabo el desarrollo de la experimentación.

### 3.1 FABRICACIÓN DEL MATERIAL

La fabricación del material se realizó en el laboratorio de fundición del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas. La fusión del material se realizó en un horno de inducción con capacidad para 30 kilogramos (Figura 3.1).



**Figura 3.1** Horno de inducción con capacidad de 30 kg, utilizado para la fusión de las aleaciones de hierro.

Se utilizaron materiales de alta pureza para obtener 3 coladas de 20 kg. Como aleación base se utilizó un hierro nodular de composición comercial, con 3% C, 3% Si, 0.3% Cu y 0.5% Mn, al cual se le realizaron adiciones de boro de 60 y 120 ppm.

El proceso de fusión y colada se llevó a cabo de la manera siguiente:

Se cargó un crisol de carburo de silicio con sored en el horno de inducción y se procedió a realizar su fusión. Una vez líquido el metal se le adicionó los

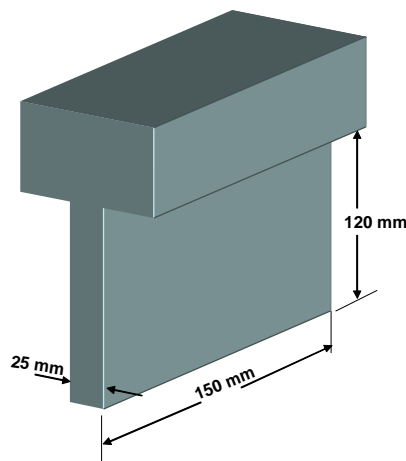
contenidos de silicio, manganeso y cobre, en ese orden, dando tiempo a la disolución de cada una de las aleaciones.

El proceso de nodulización se realizó por medio de la técnica de sándwich, en la cual se colocó la aleación comercial de Fe-Si-Mg conocida como Noduloy en el fondo de la olla de vaciado cubierta por una lámina de acero para evitar el contacto directo de la aleación noduloy con el metal fundido en una atmosfera oxidante.

Las adiciones del elemento boro se realizaron en 2 de las 3 coladas justo antes de realizar el vaciado del metal en el molde previo a la inoculación para lo que se utilizó 0.4% de calcio-silicio (40-60).

Durante el proceso de vaciado se tomaron muestras para análisis químico, las cuales fueron solidificadas rápidamente para evitar la segregación de elementos y obtener un resultado confiable. Los análisis químicos del material fueron realizados por *METALTEST Inc.*, los resultados de este análisis se muestran en la sección de resultados.

El material fue colado en moldes de arena tipo “T block”. La Figura 3.2 muestra un esquema de la geometría y dimensiones del molde.



**Figura 3.2** Esquema de la geometría de los moldes tipo “T-Block”.

### 3.2 SECCIONAMIENTO EN BARRAS

Para la realización de los tratamientos térmicos se cortaron especímenes de 10 mm x 10 mm x 125 mm para lo cual se utilizó un disco abrasivo marca *Astromex* para materiales de alta dureza montado en una cortadora metalográfica marca *Struers* modelo *labotom-3*, provista de un dispositivo para el bombeo de líquido refrigerante. El uso de este líquido evita el calentamiento excesivo durante el corte para no alterar la microestructura del material.



**Figura 3.3** Cortadora metalográfica marca *Struers* modelo *labotom-3*.

### 3.3 TRATAMIENTOS TERMICOS

Los tratamientos térmicos se llevaron a cabo en dos hornos de resistencia eléctrica. El primer horno fue utilizado para austenizar el material a 900°C durante 40 minutos, para posteriormente ser templados en un baño de sales de nitrato de sodio y nitrato de potasio (50-50) a 350°C situado en el segundo horno, en el cual las muestras fueron mantenidas por tiempos de 1, 5, 10, 20, 30 y 60 minutos.

La figura 3.4 Muestra una fotografía de los hornos utilizados para el tratamiento térmico, en la parte superior se observa el horno tubular donde la muestra se suspendió mediante el uso de un alambre para el proceso de austenización, llegado el tiempo determinado para la austenización el alambre fue cortado para que la muestra cayera directamente en el segundo horno donde se encontraba el baño de sales para la segunda parte del tratamiento de austempering.



**Figura 3.4** Fotografía esquemática de los hornos utilizados para el tratamiento de austempering.

### 3.4 CARACTERIZACIÓN

La caracterización del material en condiciones de colada fue realizada por microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (MEB), microanálisis por espectroscopía de energía dispersiva (EDS), difracción de rayos-X (DRX) y el software *Sigma Scan Pro* de análisis de imágenes para cuantificación de fases.

#### 3.4.1 Preparación metalográfica de las muestras

Las muestras fueron preparadas para metalografía, por desbaste manual con papel abrasivo de carburo de silicio de grados 80, 150, 240, 320, 400, 600, 1000, 1500 y 2000. Posteriormente fueron sometidas a un pulido utilizando un paño de nylon y pasta de diamante de  $6\mu\text{m}$  como abrasivo y lubricante en una pulidora metalográfica de la marca *Buehler*(Figura 3.5). Finalmente se procedió a un pulido más fino con pasta de diamante de  $1\mu\text{m}$ .



**Figura 3.5** Pulidora Marca *Buehler* modelo Ecomet 3 utilizada para el pulido de las muestras con paño de nylon y pasta de diamante.

Después del pulido las muestras fueron atacadas con la solución reactiva *Nital* al 2% por un tiempo de 15 segundos en condiciones de colada. Posterior al tratamiento térmico el tiempo de ataque fue reducido debido a la mayor sensibilidad de la microestructura.

### ***3.4.2 Identificación de las fases presentes en la aleación.***

Se realizaron ensayos de DRX para la identificación y cuantificación de las fases presentes en la aleación de acuerdo con los picos característicos de difracción de cada una de las fases. El ensayo se realizó para cada muestra en un difractómetro *SIEMENS 5000* utilizando radiación Cu-K $\alpha$  en un rango de  $2\theta$  de 30 a 90°. Se utilizó también para la identificación de las fases presentes un microscopio óptico marca *Nikon* así como un microscopio electrónico de barrido marca *Jeol 6400* operado a 15 KV para obtener imágenes, mapeos y micro análisis puntuales por espectroscopía de energía dispersiva EDS. El microscopio electrónico de barrido se muestra en la Figura 3.6. Para obtener imágenes de alta resolución y observar detalles en la microestructura se utilizó un microscopio electrónico de barrido Marca Jeol modelo 7600F (Fig.3.7).



**Figura 3.6** Microscopio electrónico de barrido marca *Jeol* modelo 6400.

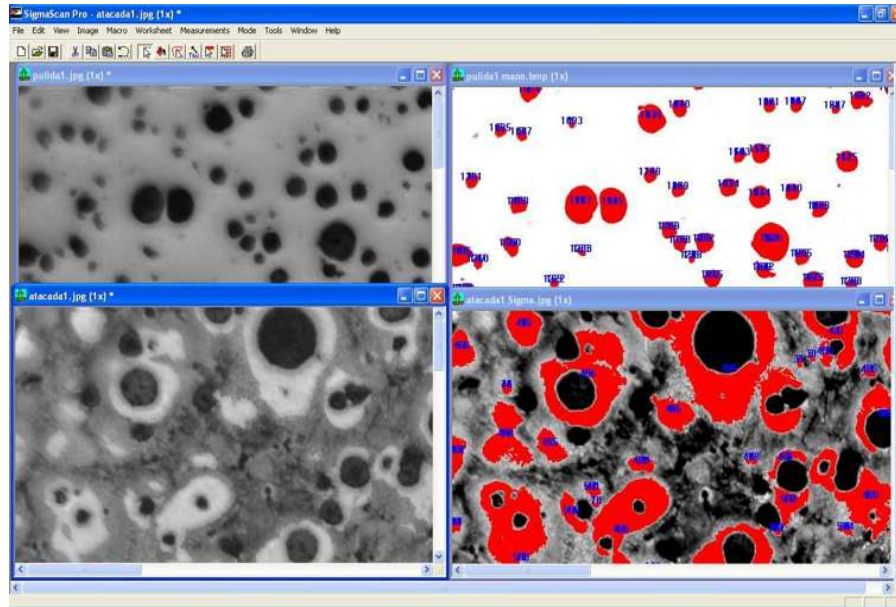


**Figura 3.7** Microscopio electrónico de barrido marca *Jeol* modelo 7600F.

### ***3.4.3 Cuantificación de fases.***

La cuantificación del contenido de fases en condiciones de colada se realizó mediante análisis de imágenes utilizando fotografías digitales obtenidas del microscopio óptico a 200 magnificaciones.

Se analizaron 20 fotografías por muestra de secciones aleatorias del material mediante el programa *SigmaScan* versión 5 por medio de contraste para determinar el volumen de ferrita, perlita y grafito en cada una de las aleaciones.



**Figura 3.8** Software *Sigma Scan* versión 5 para el análisis y procesamiento de imágenes.

### 3.5 CUANTIFICACIÓN DE AUSTENITA RESIDUAL

La cuantificación de la fase austenita se realizó utilizando la técnica descrita por la norma ASTM E975 [91], utilizando difracción de rayos X, la cual se basa en la comparación de las intensidades integradas de los picos de difracción de los planos (111), (200) y (220) de la austenita y los planos (200), (110), (211) de la ferrita.

Esta técnica ha sido adaptada y usada para hierros anteriormente [67, 92]. Para el cálculo del volumen de las fases toma en consideración los siguientes factores:

- i. Intensidad de los picos del patrón de difracción.
- ii. Ángulo  $2\theta$ .
- iii. Volumen de la celda unitaria.
- iv. Longitud de onda  $\lambda$  de la fuente de radiación.
- v. Volumen de carburos eutécticos.

La técnica se describe ampliamente en el Apéndice A.



### 3.6 ENSAYO DE DUREZA

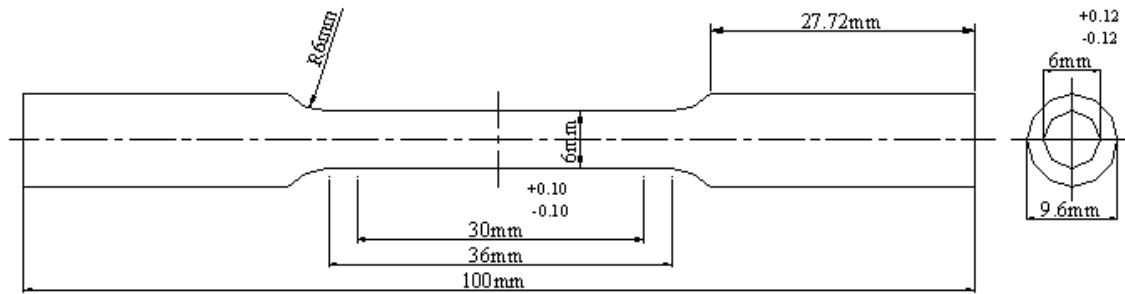
Los ensayos de dureza se realizaron en un durómetro *Mitutoyo* con la escala Vickers con 10 kg de carga el cual se muestra en la figura 3.9, se realizaron un total de 20 indentaciones por muestra en diferentes partes para obtener un promedio para cada composición y tiempo de austemperizado.



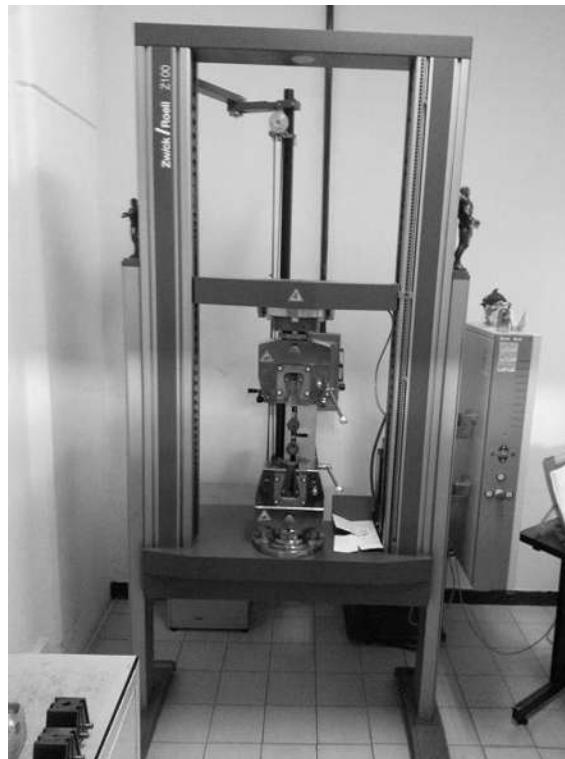
**Figura 3.9** Durómetro para la medición de microdureza Vickers; escala utilizada HV<sub>10</sub>.

### 3.7 ENSAYO DE TENSION

Los ensayos de tensión se llevaron a cabo en una máquina universal *Zwick Roell*, en probetas de tamaño reducido, ver figura 3.10, el ensayo se llevó a cabo de acuerdo con la norma ASTM (E8)[93]. Se realizaron un total de 3 ensayos a temperatura ambiente (18 °C) para cada tiempo de austemperizado y composición química. En cada uno de los ensayos se midió el porcentaje de elongación, resistencia a la cedencia y resistencia máxima.



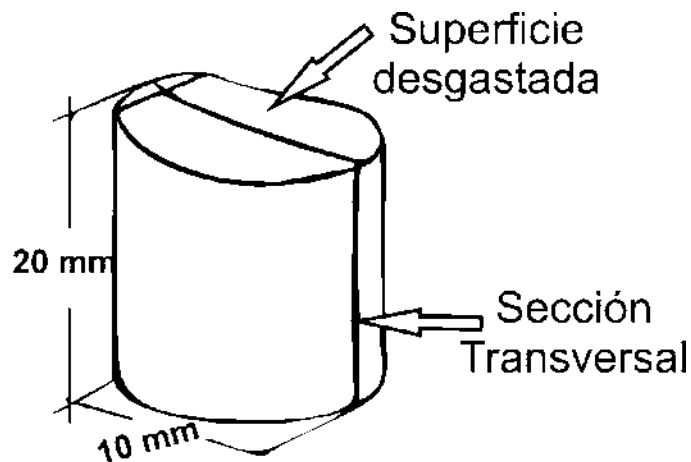
**Figura 3.10** Geometría de las probetas para el ensayo de tensión.



**Figura 3.11** Máquina universal para ensayos mecánicos *Zwick Roell*.

### 3.8 ENSAYO DE DESGATE

El ensayo de desgaste se realizó en una máquina de laboratorio con geometría pin-on-ring, utilizando muestras cilíndricas de 10 mm de diámetro por 20 mm de altura (Fig. 3.12) deslizándose sobre un anillo de acero M2 de 60 mm de diámetro, el cual fue endurecido por medio de temple y revenido para obtener una dureza de 65 HRC, el anillo se hizo girar a 255 rpm, para generar una velocidad de deslizamiento de 0.8m/s.



**Figura 3.12.** Dimensiones del pin utilizado para el ensayo de desgaste.

Para producir un contacto homogéneo para todas las muestras sin asperezas que pudieran influir en el comportamiento al desgaste las muestras fueron pulidas a espejo hasta 1 micra así como el anillo de acero endurecido.

El ensayo de desgaste por deslizamiento se realizó por una distancia de 15 km en cada muestra, utilizando cargas de 25 y 50 Newtons sin lubricación.

Los ensayos fueron realizados para las 3 diferentes composiciones y para cada uno de los diferentes tiempos de austemperizado.

En cada ensayo se monitoreó la carga tangencial para determinar las variaciones en el coeficiente de fricción. Se puede observar una fotografía de la máquina utilizada así como un esquema en la Figura 3.13.



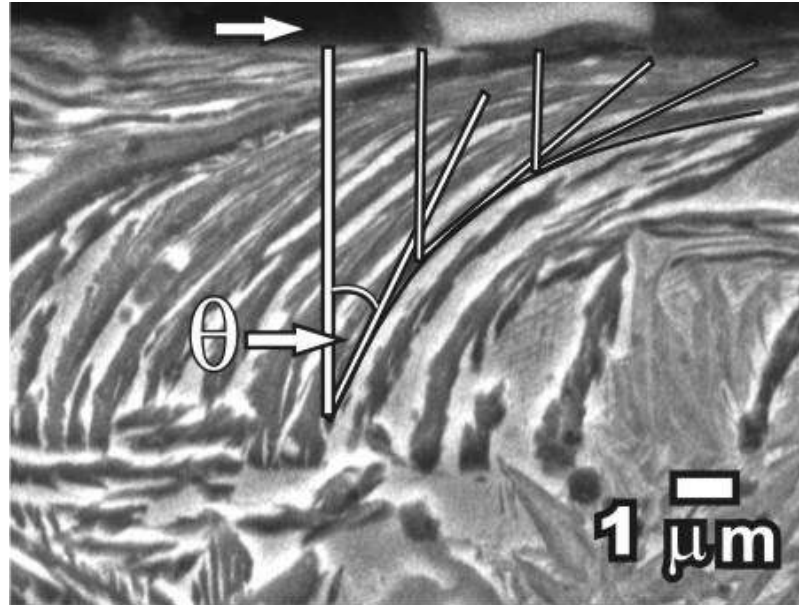
**Figura 3.13.** Máquina utilizada para el ensayo de desgaste.

Las muestras se pesaron antes del ensayo y cada 5 kilómetros de deslizamiento para monitorear las pérdidas en peso para lo cual se utilizó una balanza analítica con una sensibilidad de 0.0001g.

Posteriormente se realizó el seccionamiento de las muestras y la preparación metalográfica para analizar por medio de microscopía electrónica de barrido la superficie desgastada, así como una sección del material por debajo de la superficie desgastada, para lo cual se requirió hacer cortes como se ilustra en la Figura 3.11 para observar la sección transversal y medir la deformación equivalente mediante la siguiente ecuación:

$$Def. Equivalente = \theta \frac{\sqrt{3}}{3} 1.1$$

Donde  $\theta$  es el ángulo en radianes entre la normal y la tangente a la curva formada por la característica microestructural deformada que originalmente era perpendicular a la superficie.



**Figura 3.14.** Micrografía donde se muestra la sección transversal a la superficie desgastada y el ángulo  $\theta$  a diferentes profundidades.

## CAPITULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos de la investigación, se comparados y discuten con resultados obtenidos en aleaciones similares por otros investigadores.

### 4.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL HIERRO EXPERIMENTAL

Los resultados del análisis químico fueron efectuados por medio de espectroscopía de chispa y se muestran en la Tabla 4.1.

**Tabla 4.1** Resultados de análisis químico. Los valores representan el porcentaje en peso de cada elemento.

Material	C	Si	Mn	Cu	B	Mg
A	3.22	3.13	0.513	0.122	0	0.089
B	3.14	3.22	0.565	0.134	60 ppm	0.092
C	3.27	3.35	0.543	0.129	120 ppm	0.097

Como se puede apreciar los contenidos de carbono, silicio, manganeso, cobre y magnesio tienen muy poca variación y tales variaciones no tienen la capacidad de producir cambios significativos en la microestructura final. El contenido de carbono promedio está alrededor de 3.2%, al igual que el silicio, el contenido de manganeso ligeramente superior al 0.5% y el cobre alrededor de 0.13, a su vez el magnesio residual ronda el 0.09%. Por lo tanto, la principal variación se presenta en el contenido de boro; el cual es de 0 en la aleación base, 60 ppm en la aleación B y 120 ppm en la aleación C. Por lo anterior, se considera que las variaciones microestructurales y por ende en propiedades se pueden atribuir al efecto del boro en la aleación.

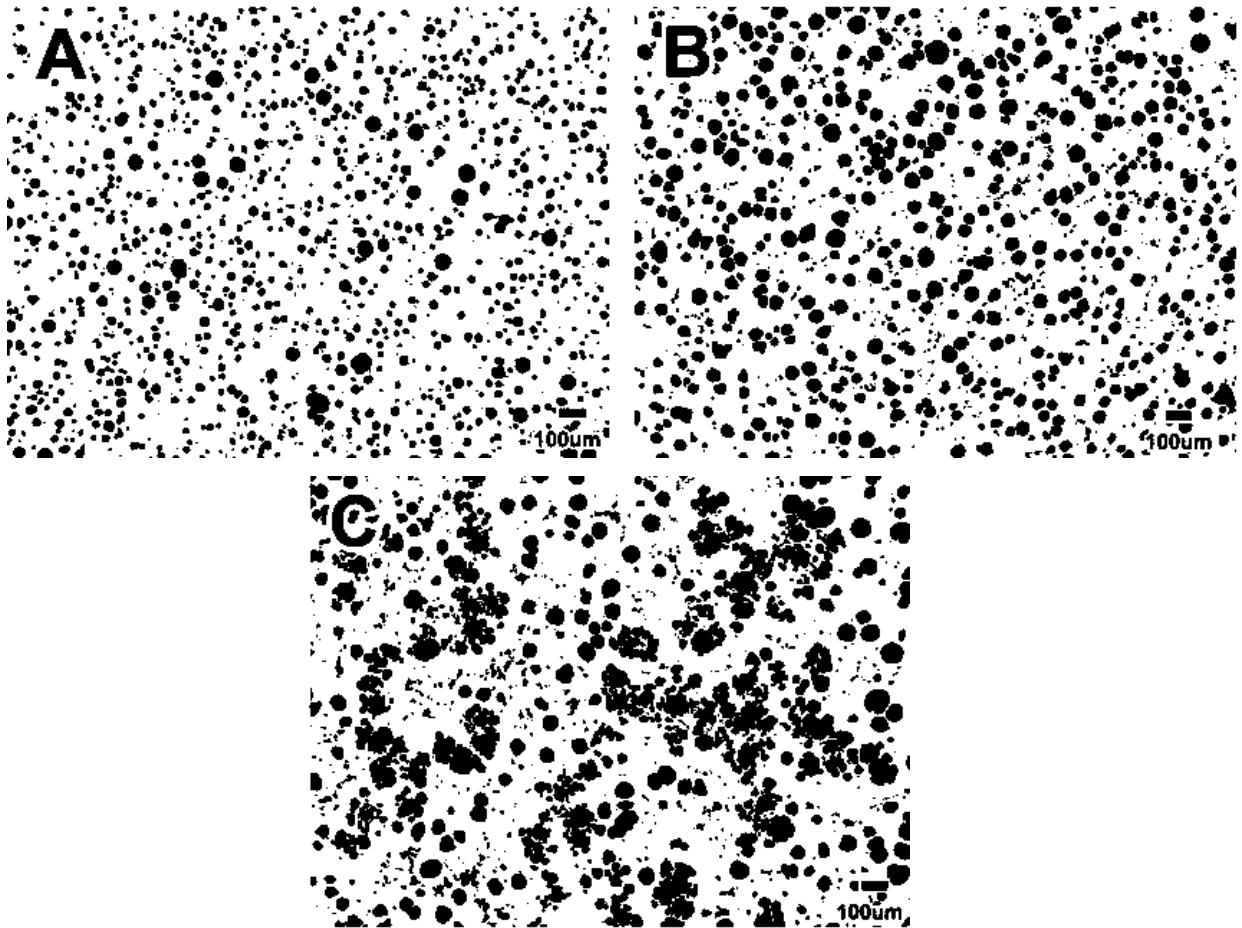
## 4.2 ESTRUCTURA DEL HIERRO EN CONDICION DE COLADA (As-Cast).

La estructura en condiciones de colada consiste en una matriz formada por una mezcla de ferrita y perlita con el grafito distribuido en forma de nódulos. La cuantificación de cada una de estas fases se muestra en la tabla 4.2, así como el número de nódulos y la nodularidad para los tres hierros.

**Tabla 4.2. Cuantificación de fases en condiciones de colada.**

<b>Material</b>	<b>Volumen de Grafito</b>	<b>Número de nodulos/mm<sup>2</sup></b>	<b>Nodularidad</b>	<b>Volumen de ferrita</b>	<b>Volumen de Perlita</b>
<b>A Sin Boro</b>	<b>13%</b>	<b>265</b>	<b>100%</b>	<b>24%</b>	<b>63%</b>
<b>B 60ppm</b>	<b>16%</b>	<b>240</b>	<b>97%</b>	<b>50%</b>	<b>34%</b>
<b>C 120ppm</b>	<b>19%</b>	<b>225</b>	<b>93%</b>	<b>78%</b>	<b>3%</b>

La microestructura de las tres aleaciones en condiciones de colada sin ataque químico se muestra en las fotomicrografías de la Figura4.1.



**Figura 4.1.** Estructura en condiciones de pulido de los hierros; a) base (sin boro), b) 60 ppm de boro y c) 120 ppm de boro.

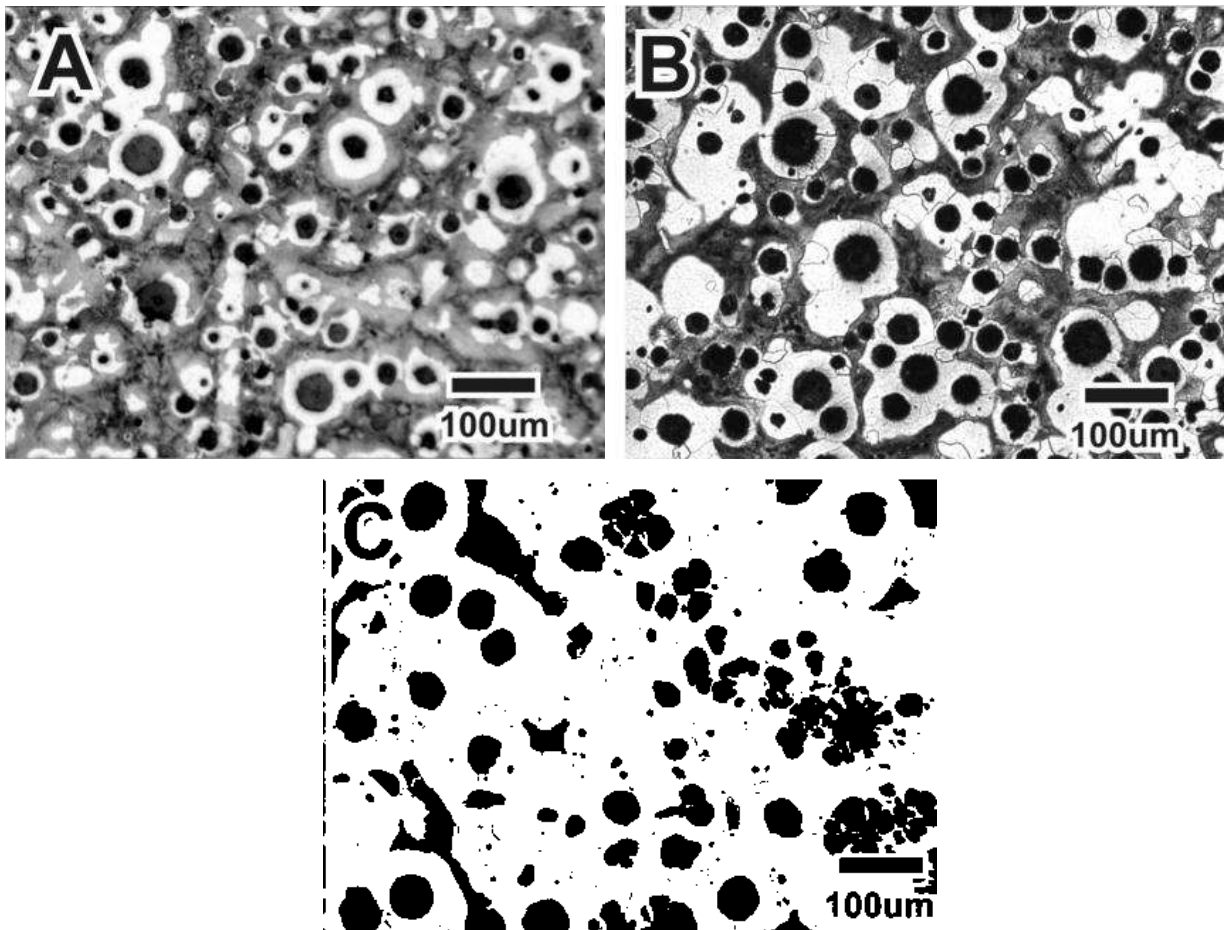
En la figura anterior se observa que existe un mayor volumen de grafito conforme incrementa el contenido de boro en la aleación, de acuerdo con la cuantificación mostrada en la tabla 4.2 incrementa de un 13% en la aleación base a un 19% en la aleación con 120 ppm de boro. Además, se aprecia un cambio notable en la morfología del grafito, ya que en la micrografía de la aleación con 120 ppm de boro se observa cierta degeneración de los nódulos de grafito, se puede observar la presencia de grafito tipo VI característico de un alto contenido de carbono.

La disminución en la nodularidad producto de la adición de boro ha sido reportada por Cheng y colaboradores [21] en un hierro nodular carbúrico con alto contenido de manganeso y contenidos de boro no menores a 500 ppm, así



como por Tanaka y colaboradores [94] con adiciones de 700 ppm de boro dando como resultado la presencia de grafito compacto.

Las micrografías de la Figura 4.2 muestran la microestructura del material en condiciones de colada para los hierros (a) sin boro, (b) con 60 ppm y (c) con 120 ppm de boro atacadas químicamente con Nital al 2%.



**Figura 4.2** Estructura de colada para los hierros experimentales, (a) sin boro, (b) 60 ppm boro y (c) 120 ppm boro, atacadas con Nital al 2%.

Como se puede observar en las figuras anteriores y como se muestra en la tabla 4.2, conforme aumenta el contenido de boro se produce un incremento en el volumen de ferrita de un 24% en la aleación base a un 78% con 120 ppm de boro, así como una disminución en el volumen de perlita de un 63 a un 3%,

respectivamente. Esta disminución en el volumen de carbono disuelto en la matriz trae consigo el incremento en el volumen de grafito.

Recientemente ha sido reportado por Gagné y Labrec [39] que el boro se acumula alrededor de los nódulos de grafito interrumpiendo la barrera de cobre que se forma durante la solidificación, el estudio fue realizado por medio de espectroscopía de masas de iones secundarios (SIMS). Tal barrera de cobre inhibe la difusión del carbono y es la responsable del efecto perlitizante del cobre. Por lo tanto se incrementa la difusión de carbono hacia los nódulos reduciendo el volumen de perlita por lo que la presencia de boro disminuye la dureza del hierro nodular.

Para su investigación utilizaron un hierro nodular de composición 3.5-3.6% C, 2.2% Si y 0.4% Cu, de acuerdo con estos investigadores la aleación con 50-70 ppm de boro obtuvo un 74% de perlita, por su parte la aleación con 100 ppm de boro obtuvo un 44% de perlita.

Otros investigadores como Zou y Nakae [38] han reportado el mismo efecto, estos investigadores realizaron microanálisis por microsonda electrónica (EMPA) en su caso utilizaron contenidos de boro menores a 5, 5, 10, 15 y 31 ppm obteniendo de igual manera una disminución en el volumen de perlita y un incremento en la fase ferrita de un 12% con 5 ppm de boro a un 23% con 31 ppm de boro.

En hierros con alto contenido de cromo ha sido observado que la presencia de boro desplaza el eutéctico a la izquierda, lo cual modifica el contenido de carbono en el carbono equivalente, tal y como lo hace el silicio [95]. Se cree que el boro actúa de la misma manera en el hierro nodular, reduciendo el campo austenítico y desplazando el eutéctico a la izquierda, de ahí que se tenga un mayor volumen de grafito y un empobrecimiento en el contenido de carbono en la matriz que posteriormente transforma a ferrita.

En la Tabla 4.3 se muestra un concentrado de las propiedades mecánicas en condiciones de colada.

**Tabla 4.3.** Propiedades mecánicas en condiciones de colada.

Aleación	Dureza HV	Resistencia Máxima MPa	Límite de Cedencia MPa	Elongación%
Base (sin Boro)	239	729	529	13
60 ppm	213	697	493	17
120 ppm	189	570	476	15

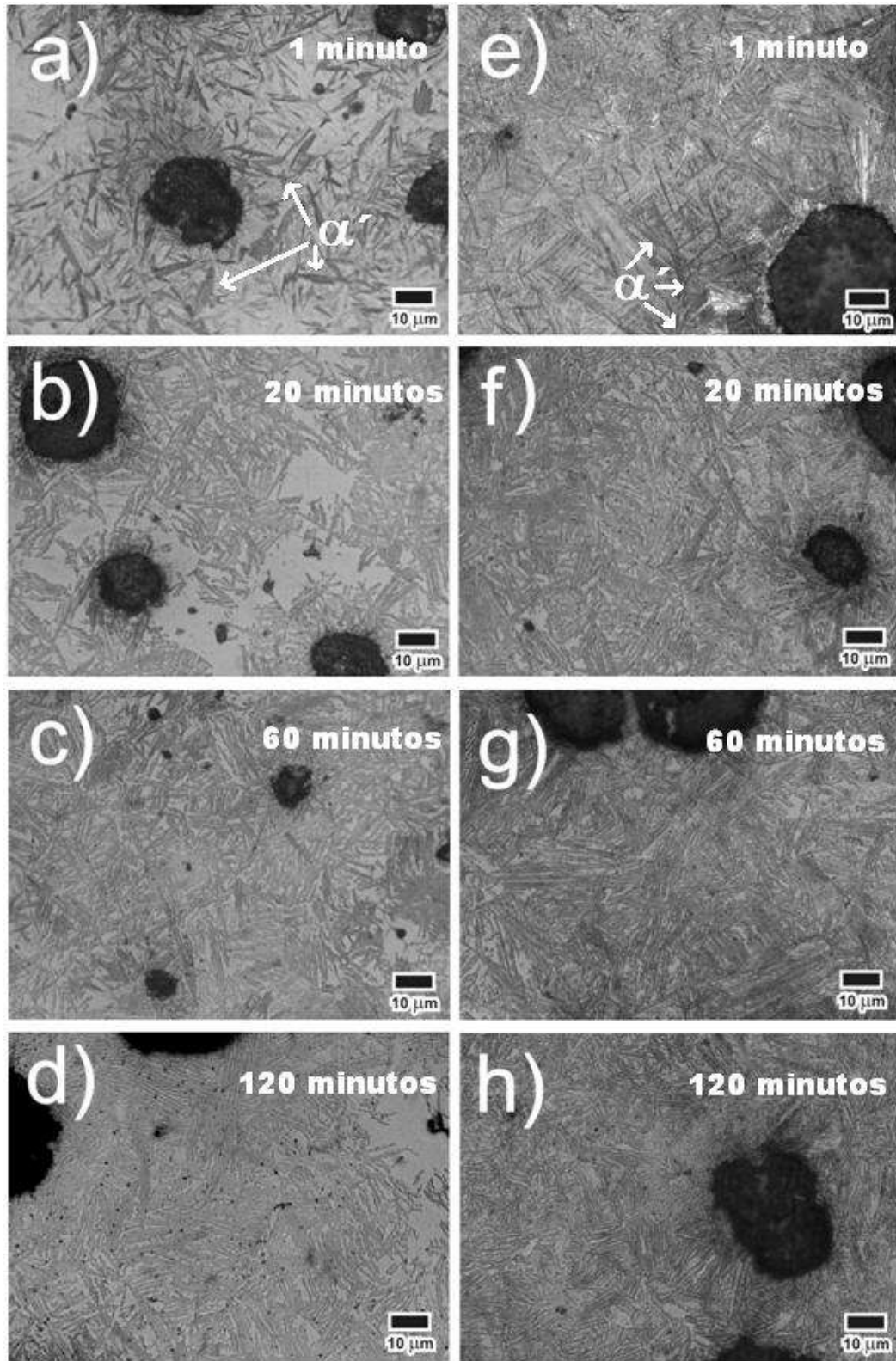
Como se observa en la tabla anterior, la dureza de las aleaciones disminuye en función del contenido de boro, de 239 HV en la aleación base a 189 HV en la aleación con 120 ppm de boro, así mismo la resistencia máxima y el límite de cedencia disminuyen con la adición de este elemento, por su parte la elongación incrementa ligeramente, siendo el máximo valor alcanzado de un 17% por la aleación con 60 ppm de boro, disminuyendo ligeramente en la aleación con 120 ppm de boro lo cual es atribuido a la disminución en la nodularidad. De acuerdo con Chaengkham y colaboradores [96] la disminución en la nodularidad en un hierro de composición comercial produce una disminución en la resistencia a la tensión y elongación pero no tiene efecto sobre la dureza. En este caso, la disminución en la dureza, resistencia máxima y límite de cedencia está relacionada con el incremento en volumen de ferrita conforme incrementa el contenido de boro.

Desde este momento podemos resaltar que estamos comenzando con diferentes materiales y propiedades desde condiciones de colada, lo que hará variar aún más las propiedades para los diferentes tiempos de tratamiento térmico.

### **4.3 ESTRUCTURA DEL HIERRO DESPUÉS DEL TRATAMIENTO TÉRMICO**

Durante el tratamiento térmico de austemperizado se da lugar a la transformación de la austenita metaestable a la mezcla de ferrita acicular y austenita estable conocida como ausferrita; sin embargo, el volumen de transformación depende del tiempo de permanencia, de la temperatura, del espesor, de la composición química y otras variables microestructurales como número de nódulos y volumen de fases.

La Figura 4.3 muestra una secuencia de micrografías donde se observa la evolución de la microestructura en función del tiempo de austemperizado de las aleaciones base (micrografías a-d) y con 60 ppm de boro (micrografías e-h), austemperizadas por 1, 20, 60 y 180 minutos.



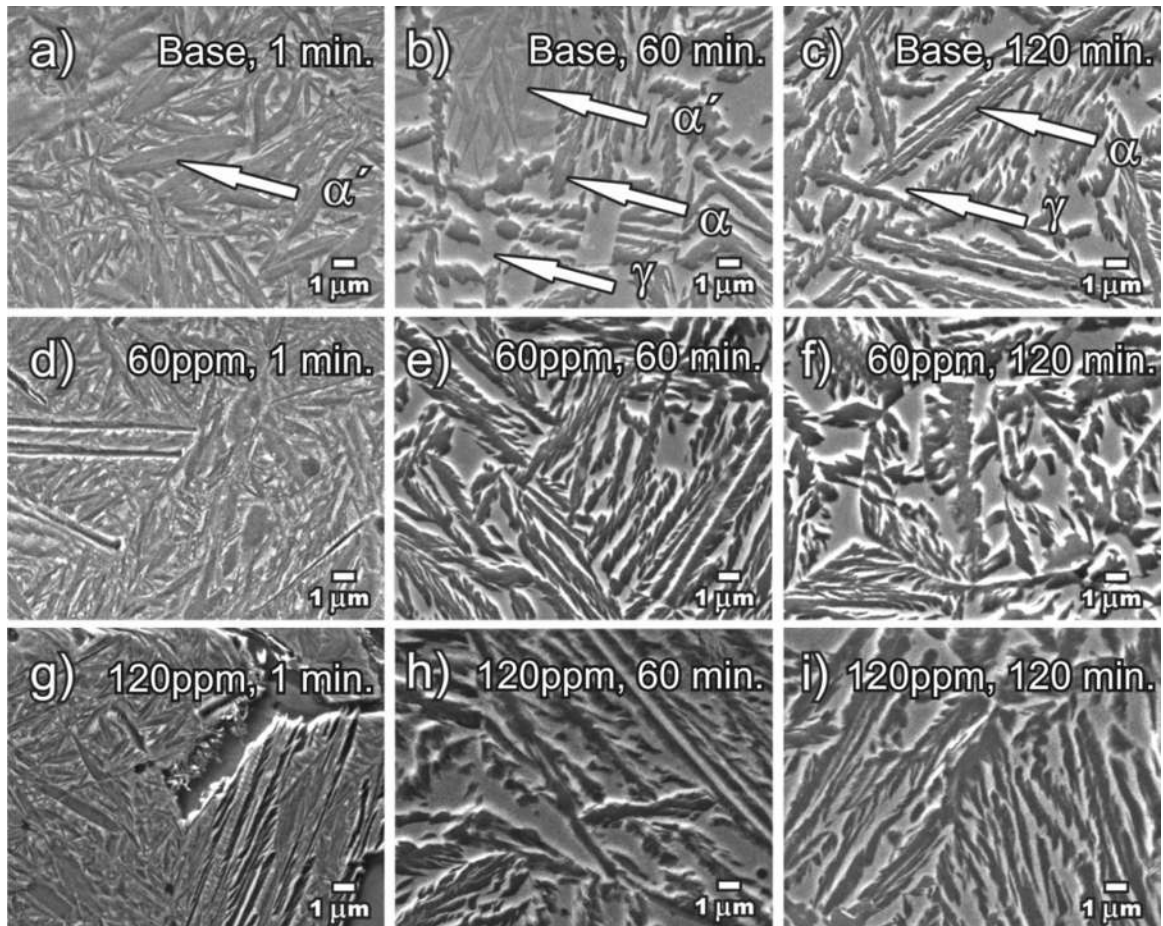
**Figura 4.3** Secuencia de micrografías de las aleaciones base (a-d) y 60 ppm de boro (e-h) austemperizadas por; 1, 20, 60 y 180 minutos.

Como se observa, para tiempos cortos el volumen de material transformado a ausferrita es bajo y se observan grandes cantidades de martensita. Conforme el tiempo incrementa se observa que existe un mayor volumen de transformación hasta llegar a 60 minutos donde se tiene una transformación casi completa, en el caso de las aleaciones con adición de boro se tiene una transformación casi completa desde 20 minutos de austemperizado, lo cual se puede observar comparando las figuras 4.3 b y f. En la figura 4.3f no se observan zonas blancas de gran volumen las cuales son zonas sin transformación.

Para tiempos de austemperizado cercanos a 180 minutos se esperaría la transformación bainítica, sin embargo, no se puede apreciar por microscopía óptica, pero se supone que existe, ya que el comportamiento mecánico de la siguiente sección así lo hace parecer, al menos en la aleación base.

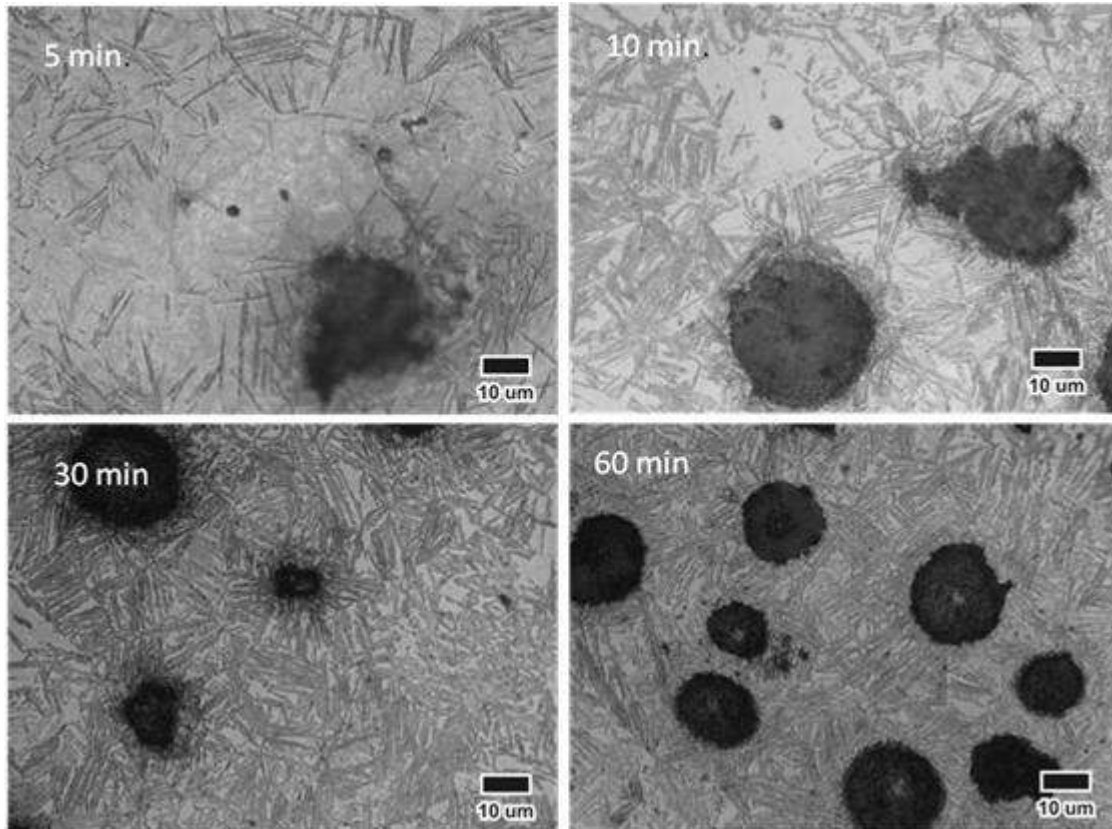
Se pueden observar diferencias notables en las microestructuras respecto al contenido de boro, la aleación con 60 ppm de boro presenta una transformación más rápida, es decir, inicia desde tiempos más cortos. Además, se observa un menor volumen de martensita y/o austenita inestable, lo cual está asociado al incremento en la difusividad del carbono producto de la adición de boro como se discutirá posteriormente.

De manera general, para tiempos cortos de austempering existe muy poca transformación de austenita a ausferrita, así que durante el enfriamiento posterior, gran parte de la austenita que no logra estabilizarse transforma a martensita, tal como se observa en la Figura 4.4a la cual corresponde a la aleación base austemperizada por un minuto. En esta secuencia de micrografías de microscopía electrónica de barrido se observa claramente que el volumen de martensita disminuye con el incremento en el tiempo de austempering, así como con el contenido de boro.



**Figura 4.4** Secuencia de micrografías de las aleaciones base (a-c), 60 ppm de boro (d-f) y 120 ppm de boro (g-i) austemperizadas por; 1, 60 y 120 minutos.

Se sabe que conforme incrementa el tiempo de austemperizado el volumen de austenita aumenta ya que se da tiempo para que la austenita se enriquezca en carbono y se estabilice. Por lo tanto, disminuye el volumen de martensita, así como las áreas sin transformar o islas de austenita. Lo anterior se puede observar comparando la secuencia de micrografías de la Figura 4.5. Para 60 minutos de austemperizado se observa prácticamente una transformación completa, a este tiempo se obtuvo un máximo de austenita retenida.



**Figura 4.5** Secuencia de fotomicrográficas para el hierro sin boro a diferentes tiempos de tratamiento: 5, 10,30 y 60 min. (Notar la completa transformación a 60 minutos de austempering).

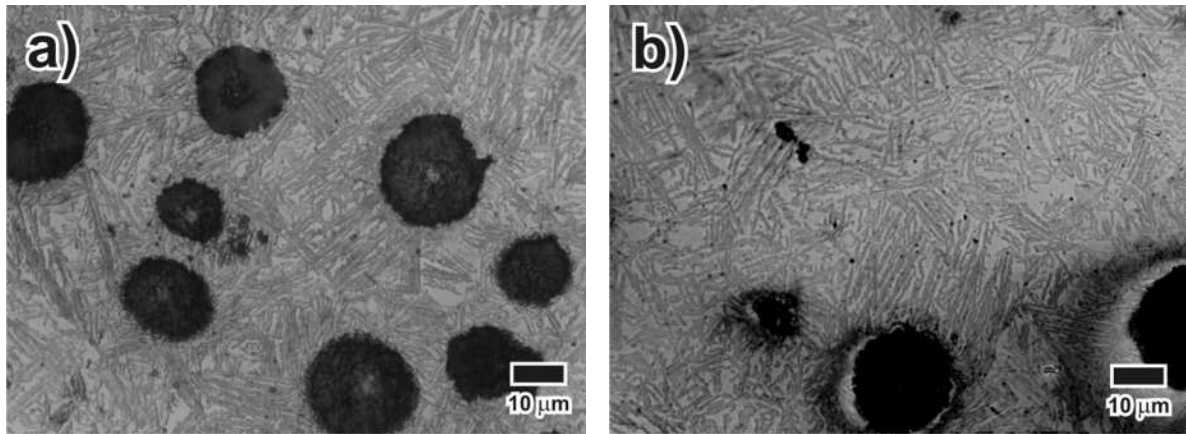
Para tiempos mayores a 120 minutos de austemperizado no se observaron diferencias notables en la microestructura ya que desde este tiempo se observa una transformación prácticamente completa y se alcanza un volumen máximo de austenita retenida estable como se mostrará posteriormente en la sección 4.5.

Posteriormente, únicamente se observa un engrosamiento de la microestructura debido al crecimiento de las placas de ferrita como se muestra en la Figura 4.6.

Se espera que a tiempos mayores, como 120 minutos, el volumen de austenita retenida disminuya debido al inicio de la transformación bainítica, lo que



produce una disminución en el volumen de austenita retenida, así como un ligero incremento en la dureza como se reporta en la bibliografía [5, 64]. Sin embargo, metalográficamente no se observan diferencias notables.



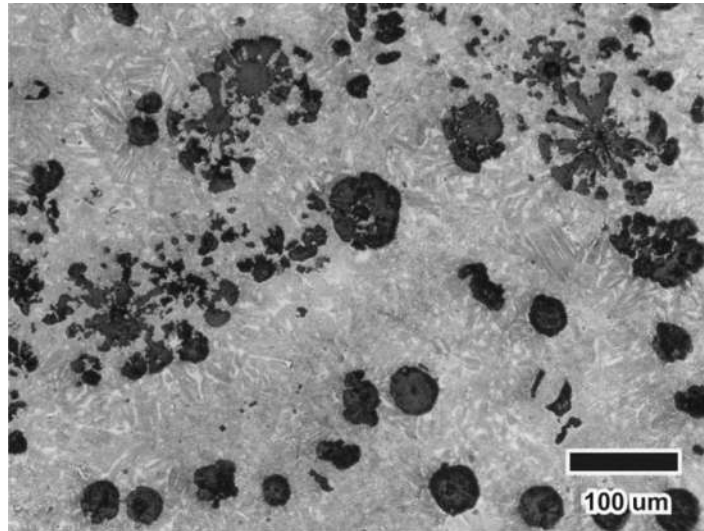
**Figura 4.6** Microestructura del hierro nodular sin adición de boro austemperizado por 60 min (a) y por 120 minutos (b).

Respecto a las diferencias en función del contenido de boro, es difícil separar el efecto del boro durante el tratamiento térmico, ya que se parte de materiales con diferentes contenidos de carbono en la matriz. Por lo tanto, se dificulta definir si el efecto del boro es únicamente durante el proceso de solidificación o si este tiene un efecto durante el austemperizado.

Sin embargo, se puede destacar que aumentando el contenido de boro en la aleación se tendrá una austenita de menor contenido de carbono a una misma temperatura de austenización, ya que el boro afecta el carbono equivalente.

Evidencia de lo anterior es la presencia de zonas con grafito tipo VI ó explotado de acuerdo con la clasificación de la ASTM [16], el cual se presenta cuando el material tiene un elevado contenido de carbono equivalente. Lo anterior se puede observar en la Figura 4.7, la cual corresponde al material con 120ppm de boro. Además se observan zonas de ferrita alrededor de los nódulos, por lo que se cree que la adición de boro tiene un efecto notable sobre las temperaturas de transformación  $A_3$ ,  $A_{cm}$  y

A<sub>1</sub>, de hecho, se sabe que con la adición de silicio se produce en el diagrama hierro-carbono una zona intercrítica donde coexisten las fases  $\alpha$ ,  $\gamma$  y grafito[41-43, 97-104]. Ha sido reportado por Galarreta y colaboradores[105] que elementos como el cobre, manganeso, silicio y carbono tienen influencia sobre estas temperaturas en hierros nodulares, sin embargo no se tiene información sobre el efecto del boro .



**Figura 4.7** Microestructura del hierro nodular austemperizado por 20 minutos con 120ppm de boro.

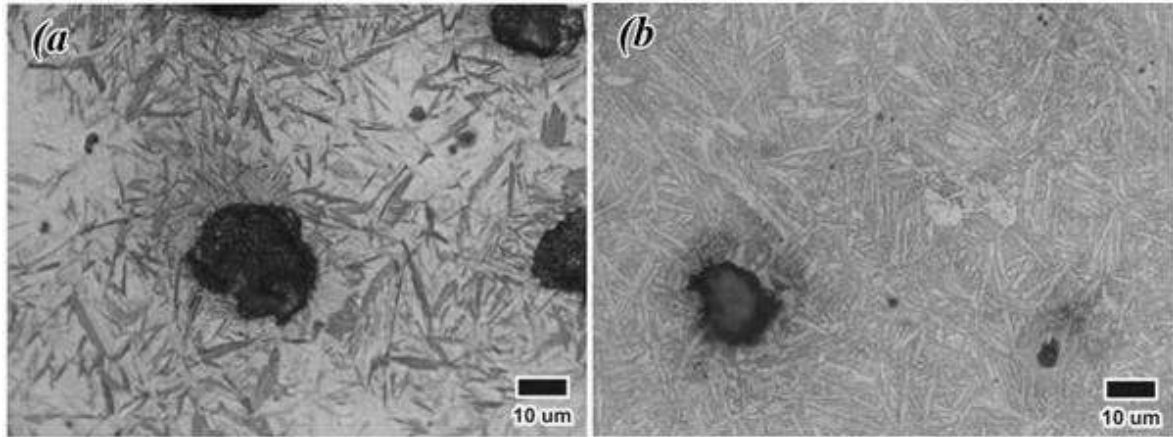
Como se mencionó anteriormente, el efecto del boro sobre el carbono equivalente ha sido reportado en hierros blancos [95]. Sin embargo, en el caso de los hierros blancos el proceso de solidificación es distinto al del hierro nodular, debido a la formación de un eutéctico que crece de forma cooperativa formado por austenita y carburos eutécticos, en el caso del hierro nodular se tiene la formación de un eutéctico divorciado [16] formado por austenita y grafito sin la presencia de carburos.

Las aleaciones con adición de boro mostraron una velocidad de transformación más rápida a ausferrita como se observó en las figuras 4.3 y 4.4.

El efecto del boro en la aleación puede ser comparable con el efecto de disminuir la temperatura de austenización; sin embargo, cuando se austeniza a temperaturas menores se requiere de tiempos de permanencia más largos.

De acuerdo con diversos autores[9, 10, 21, 47] al disminuir la temperatura de austenización se acelera la etapa 1 de la reacción de austemperizado, ya que al disminuir el contenido de carbono disuelto en la austenita se incrementa la nucleación de ferrita y la velocidad de la transformación inicial. Este incremento en la nucleación da como resultado productos de la transformación más finos y distribuidos de forma más homogénea, lo cual concuerda con los resultados obtenidos al incrementar el contenido de boro en la aleación, sin embargo, en este caso, tal efecto es atribuido al incremento en la difusividad del carbono. Como ha sido reportado por Widanka y colaboradores [106] la adición de boro incrementa la difusividad del carbono en la austenita, tal como lo hace el silicio, en su caso ellos realizaron el proceso de cementación en aceros con 1% de silicio, y adiciones de boro de 50, 100 y 150 ppm, el incremento en contenido de boro produjo un incremento en la difusividad del carbono y por ende en el espesor de la capa cementada.

En la Figura 4.8 se muestran las microestructuras del hierro nodular austemperizado por un minuto; a) sin boro y b) con 60 ppm de boro. En estas figuras se observa que el producto de la transformación en la aleación con 60ppm de boro es más fino y homogéneo, además de tener un menor volumen de áreas sin transformación.

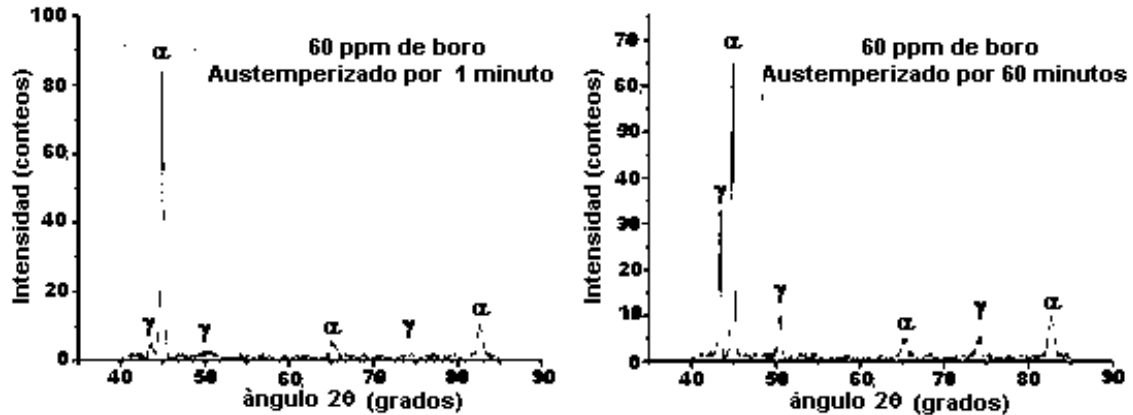


**Figura 4.8** Microestructura del hierro nodular austemperizado por 1 minuto a) Sin boro, b) 60 ppm de Boro.

Se sabe que el exceso de boro promueve la nucleación de la ferrita, pero en pequeñas cantidades incrementa la templabilidad [17], por lo que se cree que la presencia de boro acelera la transformación en las zonas de mayor segregación esto a su vez produce una microestructura más homogénea. Lo anterior da como resultado un efecto opuesto al que presenta la adición de manganeso, el cual reduce la ventana óptima de procesamiento [10, 60, 107, 108].

#### 4.4 CUANTIFICACIÓN DEL VOLUMEN DE AUSTENITA RETENIDA

La Figura 4.9 muestra dos difractogramas utilizados para la cuantificación del volumen de austenita retenida después del tratamiento de austemperizado.



**Figura 4.9.** Difractogramas del hierro nodular con 60ppm de boro austemperizado por 1 minuto y 60 minutos, respectivamente.

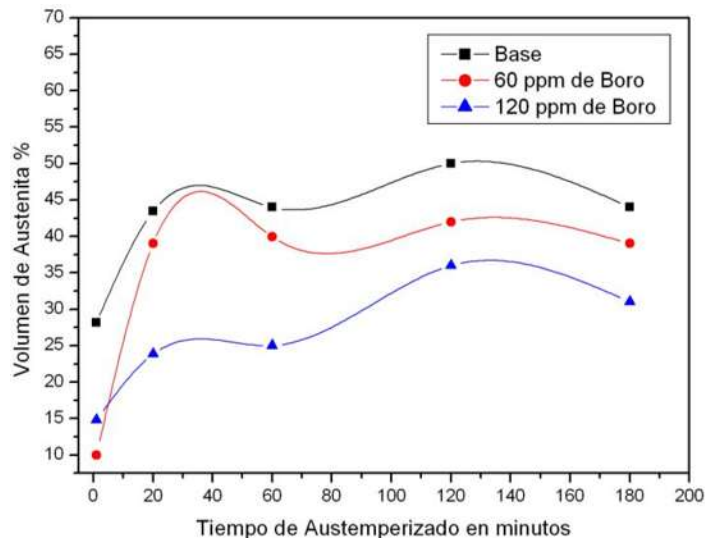
De estos difractogramas se puede observar que la variación de las intensidades de los picos de difracción de los planos de la austenita y ferrita en la aleación con 60 ppm de boro a diferentes tiempos de austemperizado. Se puede observar que el incremento en el tiempo de austemperizado de 1 a 60 minutos produce un notable aumento en la intensidad de los picos de la austenita, así como una disminución en la intensidad de los picos de ferrita.

En este caso la intensidad del pico máximo de ferrita localizado entre 44 y 45 grados disminuye de 85 a 67 conteos. Por otra parte el pico máximo de austenita situado entre 43 y 44 grados incrementa de 4 a 33 conteos.

Las intensidades integradas de los picos de estas fases están directamente relacionadas con el volumen de cada una de ellas en la aleación; por lo que por medio del método descrito anteriormente en el desarrollo experimental se

logró la cuantificación en volumen. El método también se describe ampliamente en el Apéndice A.

Los resultados de la cuantificación de austenita retenida se muestran en la Figura 4.10 donde se grafica el volumen de austenita retenida en función del tiempo de austemperizado.



**Figura 4.10** Volumen de austenita retenida en función del tiempo de austemperizado.

En la gráfica anterior se observa que con tiempos cortos de austemperizado el volumen de austenita retenida es bajo, entre un 10 y 15% en las aleaciones con adición de boro y alrededor de un 29% en la aleación base. De acuerdo con la bibliografía [3, 5, 8] con tiempos cortos de austemperizado no se da suficiente tiempo para la estabilización de la austenita, es decir, no se permite que esta se enriquezca en carbono a partir de las placas crecientes de ferrita para ser estable a temperatura ambiente.

Gran parte de la austenita que no se estabiliza transforma a martensita durante el posterior enfriamiento, este fenómeno ha sido reportado ampliamente [3, 9, 68, 69]. Esto concuerda con las micrografías de las Figuras 4.4, 4.5 y 4.8 donde se observan grandes cantidades de martensita.

Conforme aumenta el tiempo de austemperizado, el volumen de austenita incrementa ya que se da tiempo para que la austenita se enriquezca en carbono y se estabilice. Por lo tanto, disminuye el volumen de martensita, así como las áreas sin transformar o islas de austenita, tal como se muestra en las micrografías de la figura 4.6.

El volumen de austenita retenida estable alcanza un máximo entre 60 y 120 minutos para las 3 aleaciones.

Para tiempos mayores a 120 minutos, el volumen de austenita retenida disminuye para todas las aleaciones debido a que para este tiempo se espera que haya dado inicio el inicio de la transformación bainítica.

Respecto a las diferencias producto de la adición de boro, se observa que el volumen de austenita retenida disminuye ligeramente conforme incrementa el contenido de boro, tal como se observa en la Figura 4.10. Lo anterior es atribuido al menor contenido de carbono disuelto en la austenita, ya que se sabe que el boro reduce el campo austenítico lo que da como resultado una austenita de menor contenido de carbono. Este elemento es expulsado de la matriz formando un mayor volumen de grafito, como se mostró en las micrografías de la figura 4.1 y en los resultados de la tabla 4.2. Por otra parte, se sabe que un menor contenido de carbono disuelto en la austenita reduce su estabilidad; sin embargo, como se observa en la Figura 4.10, los volúmenes de austenita retenida se encuentran en un rango aceptable, lo cual se atribuye a la capacidad del boro sustituir al carbono en la austenita y mejorar la templabilidad. En trabajos como el de Putatunda y colaboradores [109] en hierros nodulares sin adición de boro, además de un bajo contenido de manganeso y matrices altamente ferríticas comparables a la obtenida con 120 ppm de boro, se reportan volúmenes de austenita retenida notablemente menores, alrededor de 13% austenizadas por 2 horas a 900°C y sometidas a

tempering por 120 minutos a una temperatura de 300°C, la cual es únicamente 50°C menor a la utilizada en el presente trabajo, por lo que la adición de boro tiene la capacidad de retener la austenita. Sin embargo, como se mencionó anteriormente la adición de boro acelera la transformación en zonas de mayor segregación (lo cual puede traducirse como una reducción en la templabilidad en estas zonas), lo cual es benéfico ya que se produce una microestructura más homogénea.

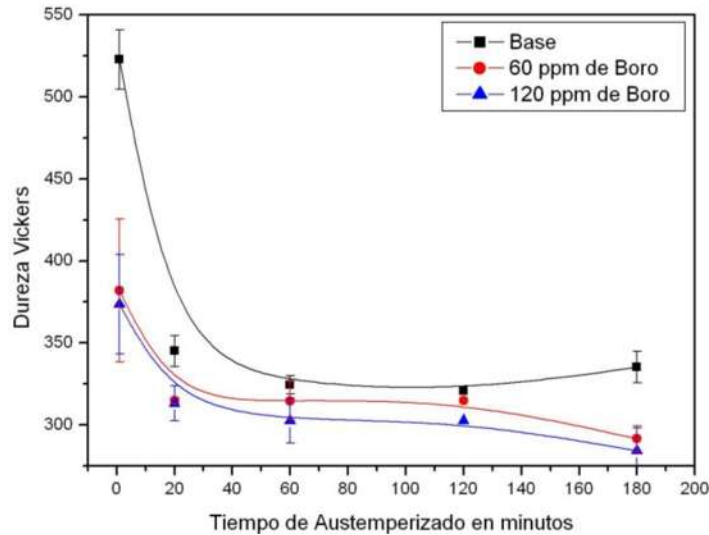
El efecto negativo del boro se presenta en este caso en la aleación con 120 ppm debido al notable incremento en el carbono equivalente, produciendo la degeneración del grafito y afectando sus propiedades mecánicas.

La eficiencia del boro en el presente trabajo seguramente causará polémica ya que la eficiencia del boro como un elemento que mejora la templabilidad en aceros, se reduce a aleaciones con bajo contenido de carbono, hipoeutectoides para ser específicos, ya que como es bien sabido no tiene efecto en aceros eutectoides y reduce la templabilidad en aceros hipereutectoides, pero como podemos observar en la Figura 4.2 la matriz del hierro correspondería a la de un acero de muy bajo contenido de carbono, ya que solo contiene un 3% de perlita.



## 4.5 DUREZA DESPUÉS DEL TRATAMIENTO

La Figura 4.11 muestra los valores de dureza obtenidos para las 3 aleaciones bajo estudio en función de tiempo de austemperizado.



**Figura 4.11** Dureza Vickers en función del tiempo de austempering.

En la Figura 4.11 se observa de manera general que la dureza del material para tiempos cortos es elevada, alcanzando un máximo de 525 HV en la aleación base austemperizada por 1 minuto. La elevada dureza a tiempos cortos de austemperizado está relacionada con los resultados descritos en la sección anterior, donde se observó la presencia de grandes volúmenes de martensita.

A tiempos cortos de austempering no se da el suficiente tiempo para que la austenita se enriquezca del carbono proveniente de las placas de ferrita crecientes, por lo que esta austenita transforma a martensita durante el posterior enfriamiento.

La dureza disminuye con la adición de boro, ya que como se mencionó anteriormente el boro reduce el campo austenítico, por lo que el volumen de austenita que se forma a una misma temperatura es menor, comparado con una

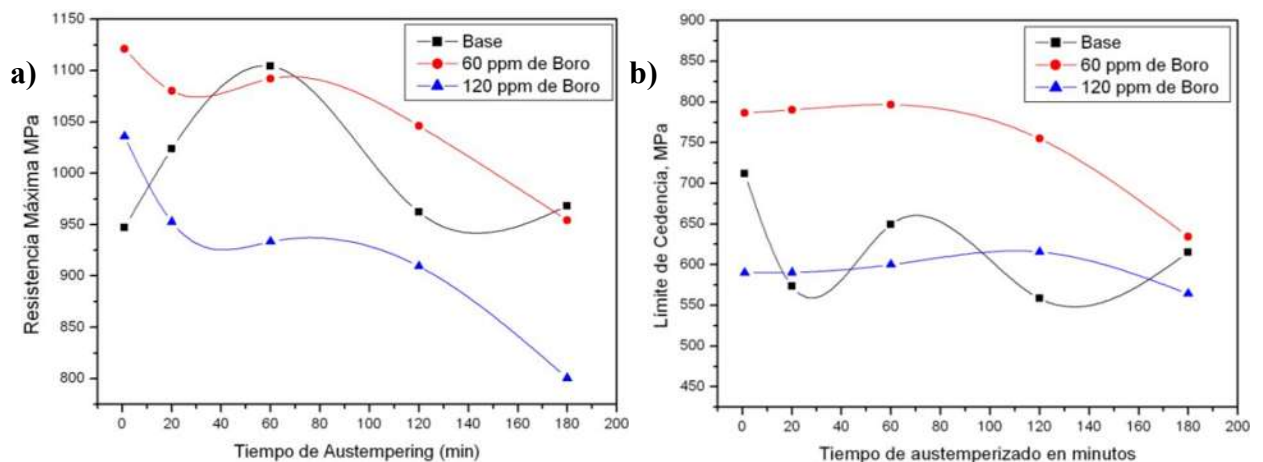
aleación sin boro, como se observó en la Figura 4.10. Además, la austenita resultante será de menor contenido de carbono, por lo que la martensita que se forma en estas aleaciones a tiempos cortos es de menor dureza. Takahashi y colaboradores [110] demostraron que el contenido de carbono presente en la matriz concuerda con el contenido de carbono disuelto en la matriz después del austempering en aceros austemperizados con grafito esferoidal. Además ha sido reportado por Altamirano y colaboradores [111] que la adición de boro tiene la capacidad de disminuir la temperatura de inicio de la transformación martensítica  $M_s$  en aceros, contrario a lo que ocurre normalmente sin la adición de boro, ya que normalmente al reducir el contenido de carbono en la austenita, la temperatura de transformación martensítica  $M_s$  incrementa[47]. Para tiempos de austempering mayores a un minuto la dureza disminuye notablemente debido al incremento en volumen de austenita estable, así como la disminución del volumen de martensita conforme avanza la transformación.

A 180 minutos de austempering en la aleación base se observa un ligero incremento en la dureza, el cual está relacionado con el inicio de la transformación bainítica de la austenita rica en carbono [5, 64]. Así mismo en la figura 4.10 se observa una ligera disminución en el volumen de austenita retenida a este mismo tiempo, lo cual representa el final de la ventana óptima de procesamiento.

Por otra parte en el caso de las aleaciones con adición de boro se observa una ligera disminución en la dureza, de acuerdo con Widanka [106], la adición de boro incrementa la difusividad del carbono en la austenita, por lo que es posible que la adición de boro en presencia de silicio promueva la difusión de carbono hacia los nódulos de grafito, inhibiendo la reacción bainítica. Esto a su vez, evita la formación de carburos, lo cual también es favorecido por el hecho de tener un menor contenido de carbono disuelto en la matriz de las aleaciones con boro.

## 4.6 RESISTENCIA MECANICA Y DUCTILIDAD

La Figura 4.12 muestra la resistencia a la tensión y a la cedencia en función del tiempo de austemperizado. Como se puede observar, para el hierro sin la adición de boro la resistencia a la tensión incrementa con el tiempo de austemperizado. El aumento llega hasta un máximo de 1104 MPa para un tiempo de 60 minutos de tratamiento. Para el hierro sin boro austemperizado por 1 minuto, el cual presenta la máxima dureza, se tiene una resistencia a la tensión baja y a su vez, el límite de cedencia es muy cercano a la resistencia máxima. Lo anterior concuerda con los resultados obtenidos por Krishnaraj y colaboradores [107], quienes argumentan que a tiempos cortos de austemperizado la presencia de martensita, la cual es una fase frágil, produce una fractura intergranular, pero a tiempos de austemperizado mayores el tipo de fractura cambia a transgranular, lo que disminuye su fragilidad.



**Figura 4.12** a) Resistencia a la tensión y b) Resistencia a la cedencia en función del tiempo de austemperizado.

Por otra parte, para los materiales con adición de boro el comportamiento de la curva es distinto, se observa que a tiempos cortos de austemperizado en las aleaciones con adición de boro la resistencia es alta y disminuye conforme incrementa el tiempo de austemperizado, esto está relacionado con la presencia de martensita de bajo contenido de carbono y por ende de baja

dureza, además de que en estas aleaciones la transformación ausferrítica inicia desde tiempos más cortos de austemperizado, lo cual disminuye su fragilidad.

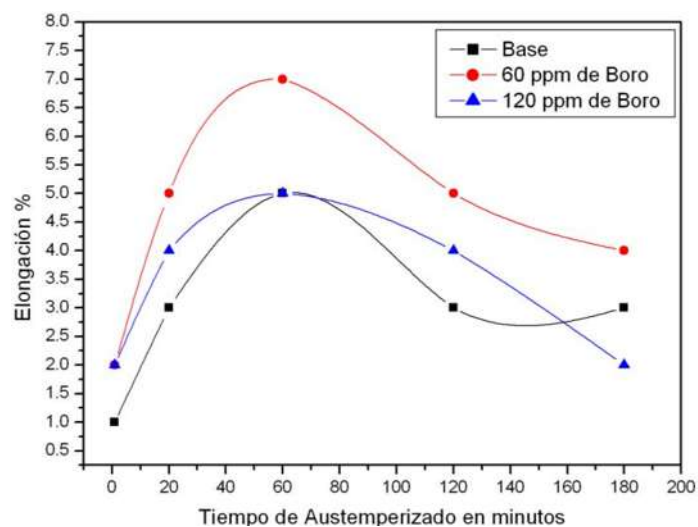
En el caso de la aleación sin boro la martensita presente es de mayor contenido de carbono, estos resultados concuerdan con los valores de dureza presentados anteriormente en la Figura 4.11.

Para tiempos mayores de 60 minutos de austemperizado se observa que la resistencia a la tensión, a la cedencia y la dureza disminuyen, lo cual es atribuido al engrosamiento de la microestructura, este fenómeno también ha sido reportado por otros investigadores [109].

El fenómeno anterior se observó metalográficamente en la Figura 4.6, donde es evidente el engrosamiento de la microestructura además de un ligero incremento en el volumen de austenita.

Como se mencionó anteriormente, para 180 minutos de austemperizado ya se ha dado inicio a la transformación bainítica en la aleación sin adición de boro. Esto representa el final de la ventana óptima de procesamiento ya que el inicio de la transformación bainítica produce un ligero incremento en la dureza, resistencia a la tensión y límite de cedencia (Figuras 4.11 y 4.12).

En la Figura 4.13 se muestran los porcentajes de elongación en función del tiempo de austemperizado.



**Figura 4.13** Porcentaje de elongación en función del tiempo de austemperizado.

A tiempos cortos de tratamiento se observa que el porcentaje de elongación es prácticamente nulo, lo cual está relacionado con los resultados anteriores. En el caso de la aleación sin boro, a tiempos cortos la presencia de martensita con alto contenido de carbono induce la fragilidad en el material y una alta dureza. En el caso de las aleaciones con la adición de boro, también presentan valores altos de dureza a tiempos cortos de tratamiento, pero en menor grado, debido al menor contenido de carbono disuelto en la matriz.

Conforme incrementa el tiempo de tratamiento la fragilidad disminuye debido a que disminuye el volumen de martensita y la matriz se va transformando.

Se observa claramente que la elongación máxima se alcanza a 60 minutos de tratamiento para las 3 aleaciones, en este tiempo se tienen altos porcentaje de transformación sin la presencia de martensita, altos volúmenes de austenita retenida, la menor dureza, además de valores altos en resistencia.

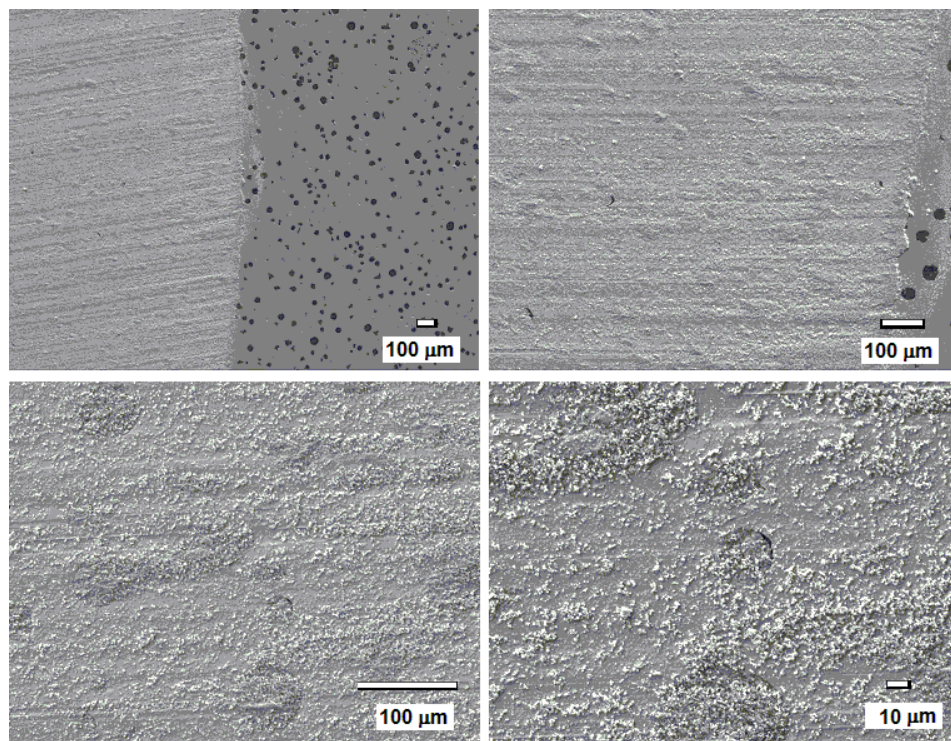
Para tiempos mayores el porcentaje de elongación disminuye debido al engrosamiento de la microestructura. Para 180 minutos de austemperizado, en el caso de la aleación sin boro, el incremento en la resistencia, límite de cedencia, dureza, disminución del volumen de austenita retenida y porcentaje de elongación claramente reflejan el final de la ventana óptima de procesamiento y el inicio de la transformación bainítica. En el caso de las aleaciones con boro, el porcentaje de elongación también disminuye; sin embargo, no se observa claramente el inicio de la transformación bainítica ya que tanto la dureza, resistencia a la tensión y límite de cedencia se ven disminuidos, estos resultados concuerdan con el fenómeno de engrosamiento descrito anteriormente.

Se sabe que la presencia de boro incrementa la difusividad del carbono [26], por lo que se cree que el carbono, en el caso de las aleaciones con boro, difunde hacia los nódulos los cuales actúan como bancos de grafito evitando la precipitación del carburo de hierro (transformación bainítica).

## 4.6 ENSAYO DE DESGASTE

Durante los ensayos de desgaste se observó que las pérdidas de material se dan por el mecanismo de oxidación por reacción triboquímica y en menor medida delaminación, ya que en los residuos de desgaste se observaron pequeñas partículas metálicas. De la misma manera, en algunas de las micrografías de la sección transversal a la superficie desgastada de algunas muestras se observó agrietamiento y desprendimiento de hojuelas.

En la Figura 4.14 se muestra una serie de imágenes de la superficie desgastada de la aleación base a diferentes magnificaciones donde se observa la formación de una capa de óxido en la superficie desgastada.



**Figura 4.14.** Imágenes de microscopía electrónica de barrido (MEB) de la superficie desgastada a diferentes magnificaciones del material base.

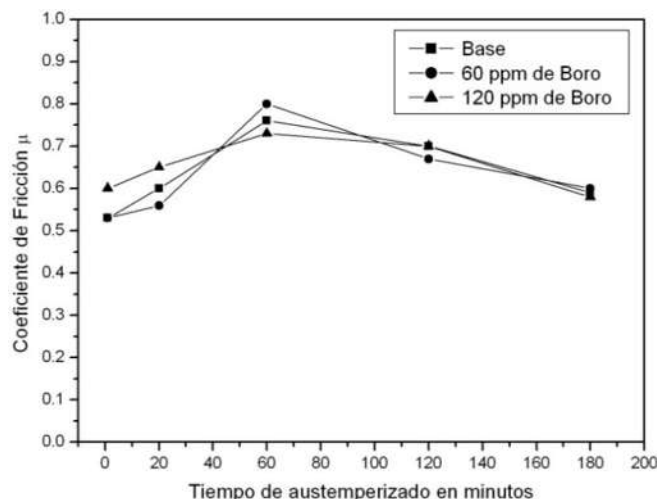
Como se observa en la figura anterior, la superficie desgastada está cubierta por una capa de óxido. De acuerdo con Haseeb y colaboradores [22], estos

óxidos son  $\text{FeO}$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  en un hierro nodular austemperizado (HNA) con bajo contenido de elementos de aleación y cargas entre 7.5 y 30 N bajo condiciones de deslizamiento.

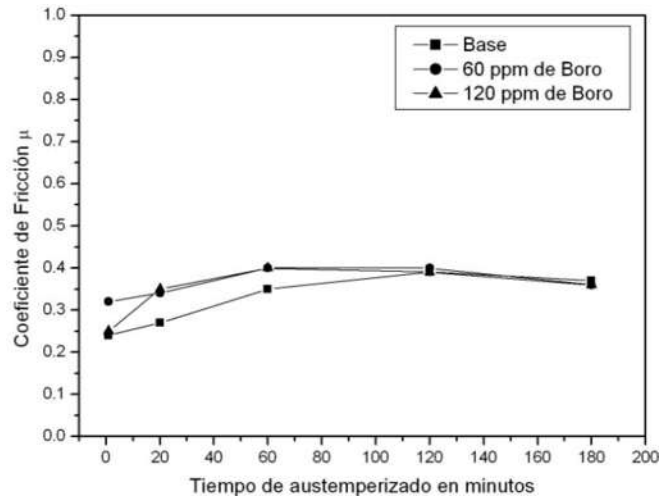
PourAsiabi y colaboradores [112] reportan la presencia de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , además de partículas metálicas en un HNA aleado con Cu, Ni y Mo y una carga de 75 N. Zimba y colaboradores [23] únicamente reportan la presencia de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  en un HNA si elementos de aleación y cargas entre 40 y 140 N. Por otra parte, Straffelini y colaboradores [14] reportan una mezcla de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  en un hierro nodular austemperizado aleado con níquel y molibdeno, en este caso bajo condiciones de rodamiento-deslizamiento y cargas entre 50 y 500 N.

Todos estos investigadores concuerdan en que bajo estas condiciones el principal mecanismo operante bajo estas condiciones es por oxidación, además de la presencia de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  en todos los casos. La presencia de una capa de óxido inhibe el contacto metal-metal y modifica el coeficiente de fricción.

En la Figuras 4.15 y 4.16 se muestra el coeficiente de fricción en función del tiempo de austemperizado para los ensayos con 25 y 50 N, respectivamente.



**Figura 4.15.** Coeficiente de fricción en función de tiempo de austempering con una carga de 25 N.



**Figura 4.16.** Coeficiente de fricción en función de tiempo de austempering con una carga de 50 N.

Se observa que el coeficiente de fricción oscila entre 0.7 y 0.8 con una carga de 25 N y entre 0.3 y 0.4 para el ensayo con 50 N, por lo que el coeficiente de fricción disminuye con el incremento de la carga aplicada, lo cual concuerda con los resultados de diferentes autores [14, 113, 114]. De acuerdo con estos autores, la disminución del coeficiente de fricción con el incremento en la carga aplicada en ensayos de desgaste por deslizamiento, donde el desgaste por oxidación es el mecanismo predominante, se debe a que la carga aplicada determina el grosor de la capa de óxido, a mayor espesor de la capa de óxido, existe una mayor lubricación.

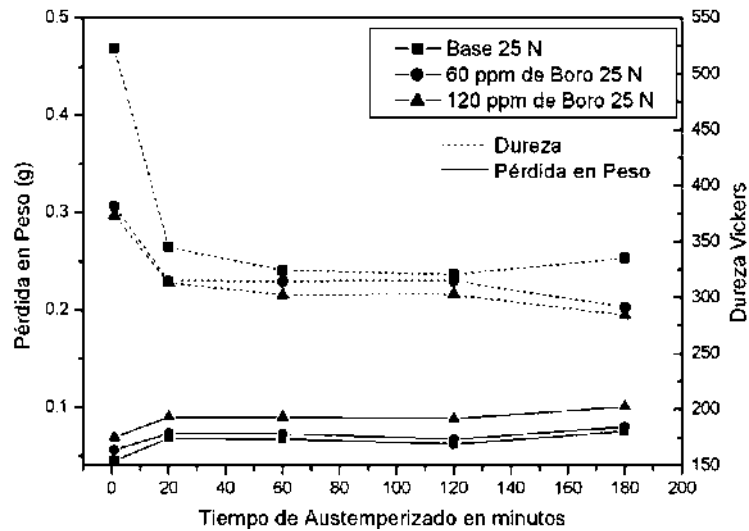
En ambos casos, el coeficiente de fricción incrementa ligeramente con el contenido de boro y está directamente relacionado con la dureza del material. Sin embargo, se esperaba que el coeficiente de fricción disminuyera con el incremento en la adición de boro, ya que fue observado metalográficamente este incrementa considerablemente el volumen de grafito.

En el caso del ensayo realizado con 25 N no se observan grandes diferencias en cuanto al coeficiente de fricción en función del tiempo de austemperizado, únicamente se observa un ligero incremento para 120 minutos de austempering. Por otra parte, con 50 N de carga se observa un máximo en el valor del coeficiente de fricción para 60 minutos de austemperizado, cabe señalar que a este tiempo se obtienen los mayores valores de elongación.

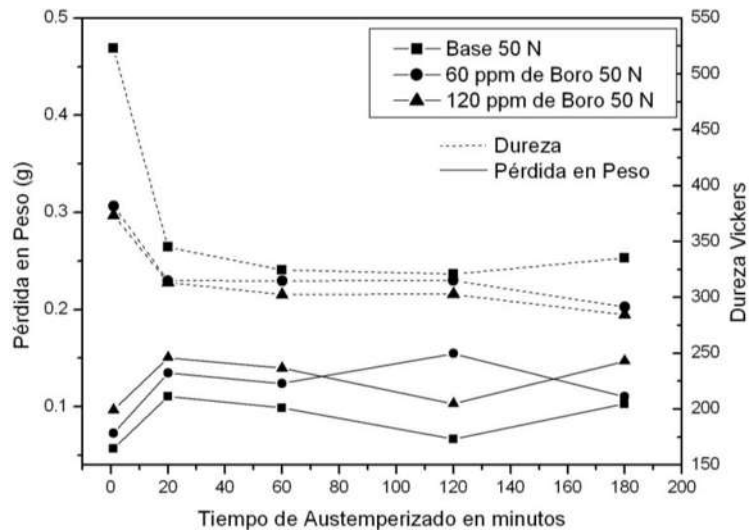


Para 120 y 180 minutos de austemperizado y para ambas cargas, el valor del coeficiente de fricción es muy similar para las tres diferentes aleaciones.

Las pérdidas en peso en función del tiempo de austemperizado para las diferentes aleaciones se muestran en las Figuras 4.17 y 4.18 ensayadas con cargas de 25 y 50 N, respectivamente. En el eje vertical derecho también se encuentra graficada la dureza Vickers medida previamente al ensayo de desgaste.



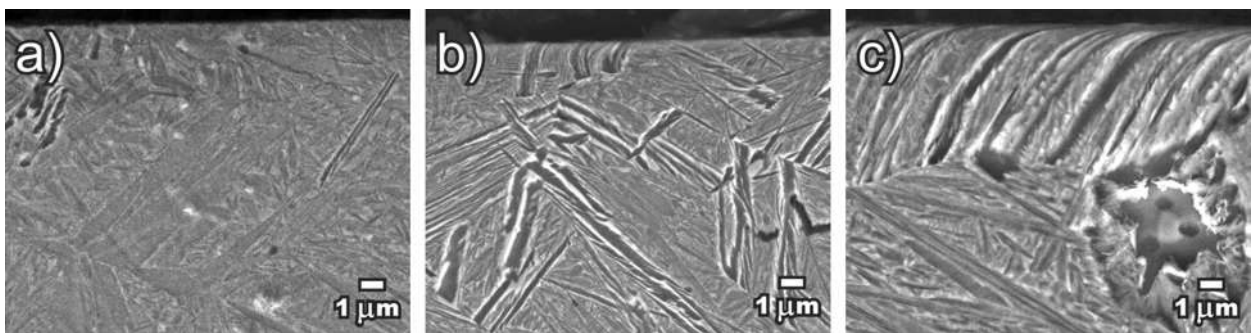
**Figura 4.17.** Pérdidas en peso en función del tiempo de austempering, 25 N de carga.



**Figura 4.18.** Pérdidas en peso en función del tiempo de austempering, 50 N de carga.

Comparando ambas gráficas y como era de esperarse, las pérdidas en peso incrementan en función de la carga, se observa prácticamente el mismo comportamiento respecto al contenido de boro, de manera general las pérdidas en peso incrementan debido a la disminución de la dureza y disminuyen ligeramente durante el periodo de tiempo conocido como ventana óptima de procesamiento. Estos resultados concuerdan con los reportados por Uma y colaboradores [83], quienes concluyen que la resistencia al desgaste está directamente relacionada con la dureza del material. Sin embargo, contrastan con los obtenidos por Velez y colaboradores [115] ya que ellos encontraron una disminución en la resistencia al desgaste con el incremento en el volumen de austenita retenida, en este caso la adición de boro disminuye, tanto el volumen de austenita retenida, así como la resistencia al desgaste del HNA, ya que disminuye la dureza de la aleación.

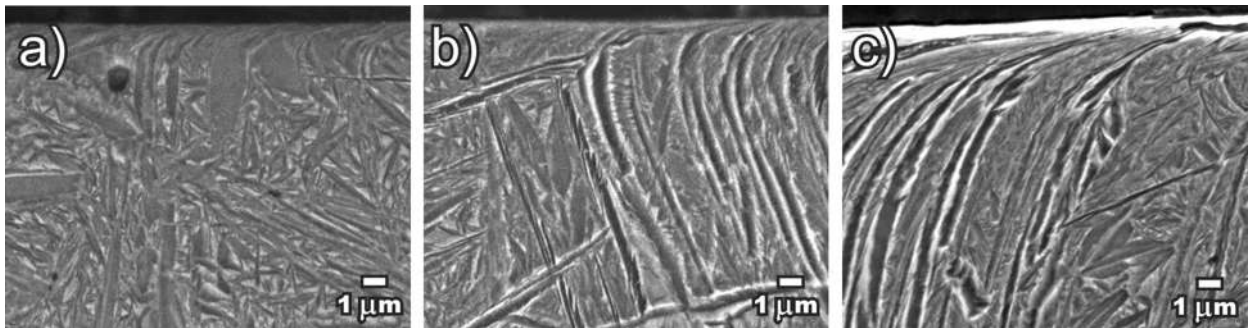
Se observa de forma general, que para 1 minuto de austempering que las pérdidas en peso son bajas, alrededor de 0.05 gramos después de 15 kilómetros, lo cual es debido a la elevada dureza, producto del alto contenido de martensita, tal como se observa en la Figura 4.19 donde se muestran las micrografías de microscopía electrónica de barrido de cortes transversales a la superficie desgastada.



**Figura 4.19.** Cortes transversales a la superficie desgastada del hierro nodular austemperizado por 1 minuto ensayado con 25 N de carga a) Aleación Base. b) 60ppm de Boro, c) 120 ppm de Boro.

En estas mismas micrografías, se observa que conforme incrementa el contenido de boro en las aleaciones, incrementa también la velocidad de transformación a ausferrita. Esto se atribuye a una mayor difusividad del carbono. Así mismo, el grado de deformación por debajo de la superficie incrementa, el cual es prácticamente imperceptible en la aleación base.

En la Figura 4.20 se muestran las micrografías comparativas para el ensayo con 50 N de carga.



**Figura 4.20.** Cortes transversales a la superficie desgastada del hierro nodular austemperizado por 1 minuto ensayado con 50 N de carga a) Aleación Base, b) 60ppm de Boro, c) 120 ppm de Boro.

Como se observa, la deformación por debajo de la superficie es notablemente mayor respecto a lo observado en el ensayo con 25 N, respecto al contenido de boro, de igual manera la deformación incrementa con la adición de boro debido a la menor dureza.

Una propiedad importante del hierro nodular, es precisamente su ductilidad; en el caso del hierro nodular austemperizado, el valor máximo se alcanza durante el periodo de tiempo conocido como ventana óptima de procesamiento.

Tiempos más cortos favorecen la presencia de martensita, la cual incrementa la dureza y mejora la resistencia al desgaste pero afecta a la ductilidad [3, 9, 10, 68, 116]. Además, como ha sido reportado por Krishnaraj y colaboradores [107], la presencia de un alto volumen de martensita disminuye la resistencia a la tensión contrario a lo que comúnmente se reporta. Estos investigadores argumentan que la presencia de altos volúmenes de martensita promueven que

la fractura sea intergranular, debido a su naturaleza frágil, menores volúmenes de martensita promueven que el tipo de fractura cambie a transgranular.

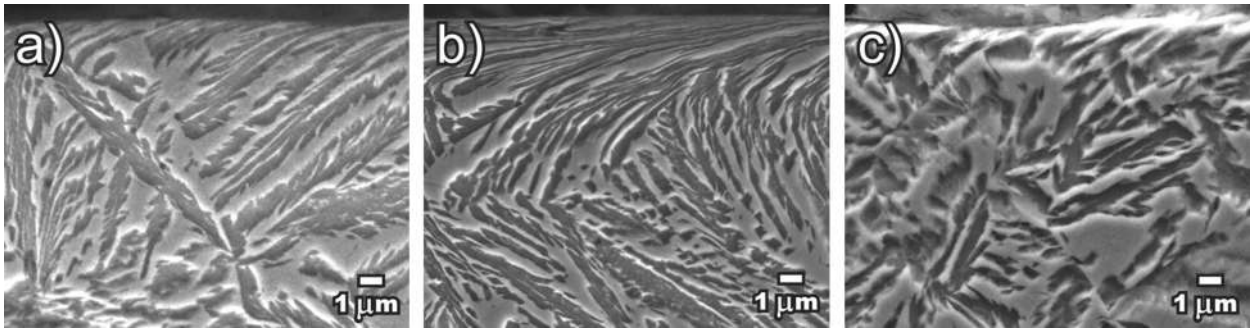
Para tiempos de austempering mayores a 1 minuto y conforme incrementa el tiempo de austemperizado aumenta el volumen de transformación a ausferríta, lo cual ha sido ampliamente reportado [1, 9, 64, 116]. Por lo que el volumen de martensita disminuye notablemente y por lo tanto la dureza.

Como ha sido reportado por Luo y colaboradores [117], un HNA con una microestructura bainítica presenta una menor resistencia al desgaste que una microestructura altamente martensítica. La disminución el volumen de martensita y como consecuencia en la dureza produce un incremento en las pérdidas en peso como se observa en las Figuras 4.17 y 4.18; las pérdidas en peso alcanzan un máximo en este tiempo.

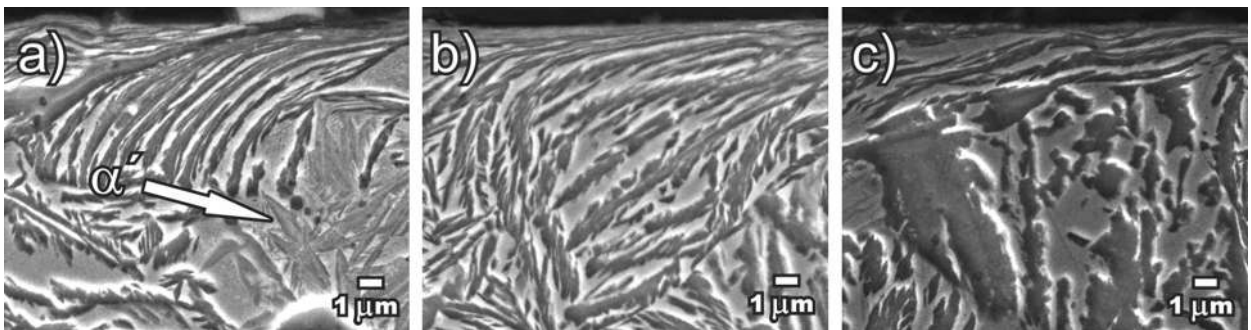
Para 60 minutos de austemperizado las pérdidas en peso disminuyen ligeramente en las aleaciones con adición de boro; en el caso de la aleación base permanece prácticamente constante. La microestructura de las aleaciones con la adición de boro es casi por completo ausferrítica, lo cual se puede observar en las Figuras 4.21 y 4.22.

Se sabe que esta estructura responde muy bien bajo condiciones de desgaste severo, ya que cuando el material es sometido a desgaste la austenita retenida puede transformar a martensita por deformación. Esta transformación se da de manera muy localizada manteniendo la ductilidad en su interior [7, 11, 12, 22-24].

Por otra parte, en el caso de la aleación sin la adición de boro, para este tiempo, aún se observa la presencia de martensita, así como islas de austenita retenida.



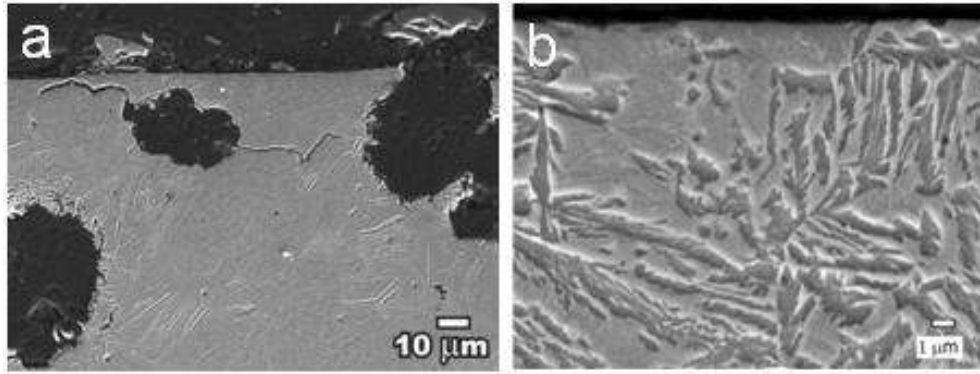
**Figura 4.21.** Cortes transversales a la superficie desgastada del hierro nodular austemperizado por 60 minutos ensayado con 25 N de carga a) Aleación Base, b) 60ppm de Boro, c) 120 ppm de Boro.



**Figura 4.22.** Cortes transversales a la superficie desgastada del hierro nodular austemperizado por 60 minutos ensayado con 50N de carga a) Aleación Base, b) 60 ppm de Boro, c) 120 ppm de Boro.

Como se observa en las Figuras 4.21 y 4.22, la profundidad de deformación es notablemente mayor, alrededor de 10  $\mu\text{m}$  comparada con la observada a 1 minuto de austemperizado, además la diferencia en cuanto a la deformación respecto del contenido de boro no es tan marcada a 60 minutos de austemperizado, comparando con las imágenes de las Figuras 4.19 y 4.20 para 1 minuto de austempering.

En el caso de la aleación sin la adición de boro se observó una gran cantidad de grietas, motivo por el cual el mayor grado de deformación no se observa en la superficie. Esto puede ser observado en la Figura 4.23a, la cual es una micrografía tomada a menores magnificaciones que la observada en la Figura 4.21a.



**Figura 4.23.** Microestructura de la aleación base austemperizada por 60 min. a) Agrietamiento por debajo de la superficie después del ensayo de desgaste con 25 N. b) Presencia de islas de martensita.

Tales grietas son originadas por fatiga y al llegar a la superficie producen el desprendimiento de hojuelas, este efecto puede ser atribuido a la mezcla de una fase relativamente suave y otra de alta dureza como es el caso de la ausferrita y la martensita. Además la elevada dureza de esta aleación, debido a la presencia de islas de austenita inestable que transforman a martensita durante el enfriamiento incrementa la fragilidad, estas islas se forman debido al enriquecimiento de la austenita del carbono proveniente de las placas crecientes de ferrita, pero debido a la baja difusión y segregación, esta no logra estabilizarse por completo y se observan como zonas blancas. En la Figura 4.23b se observa la formación de estas islas de austenita metaestable las cuales transforman a martensita durante el enfriamiento subsecuente.

En el caso de las aleaciones con adición de boro, en las cuales la transformación inicia desde tiempos más cortos, se observó un ligero agrietamiento en la muestra con 60 ppm de boro pero con un tiempo de austemperizado de 1 minuto. En la aleación con 120 ppm de boro no se presentó agrietamiento por debajo de la superficie, ya que los volúmenes de martensita son notablemente menores, además la martensita que se forma en las aleaciones con adición de boro puede tener un menor contenido de carbono ya que existe una menor cantidad de carbono disuelto en la matriz. Además la

reducción del campo austenítico produce que la austenita a partir de la cual se forma tal martensita tenga un menor contenido de carbono, lo que reduce su fragilidad.

Cabe señalar que el agrietamiento se presentó únicamente en las muestras mencionadas y en los ensayos realizados con una carga de 25 newton, esto puede ser atribuido a los esfuerzos que se generan por debajo de la superficie debido al alto coeficiente de fricción, ya que como se observó previamente, el coeficiente de fricción incrementa con la disminución de la carga.

Para 120 minutos de austemperizado las pérdidas en peso disminuyen de manera general para las 3 composiciones; de trabajos anteriores se sabe que para este tiempo se alcanzan los valores máximos de austenita retenida rica en carbono, la cual tiene un excelente comportamiento al desgaste producto de la transformación muy localizada de la austenita rica en carbono a martensita por deformación.

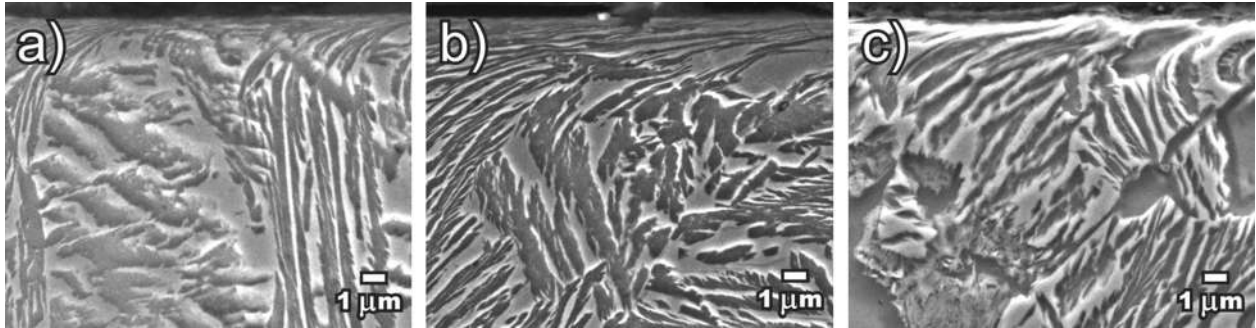
Para 180 minutos de austemperizado las pérdidas en peso para ambos ensayos y todas las composiciones incrementan ligeramente.

Para 180 minutos de austemperizado, en la aleación base se observó una disminución del volumen de austenita retenida así como un ligero incremento en la dureza lo que está directamente relacionado con el inicio de la transformación bainítica.

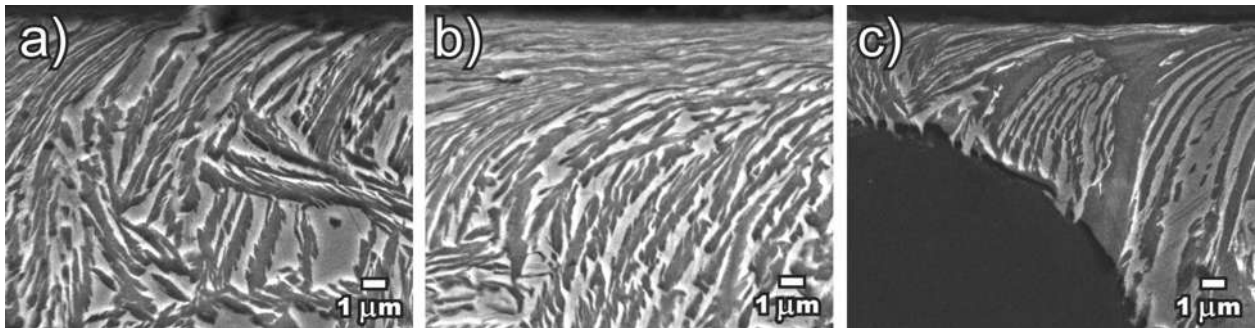
Se sabe que si el material es mantenido a la temperatura de austemperizado por un tiempo muy prolongado se da lugar a la segunda etapa de la reacción de austemperizado, durante la cual la austenita rica en carbono se descompone en ferrita y carburos[5-8].

De acuerdo con diferentes autores [22, 112] la disminución en el volumen de austenita retenida rica en carbono disminuye la resistencia al desgaste, aún cuando se incrementa ligeramente la dureza.

En las Figuras 4.24 y 4.25 se muestran las micrografías de cortes transversales a la superficie desgastada de los ensayos realizados con 25 y 50 N respectivamente de las muestras austemperizadas por 180 minutos.



**Figura 4.24.** Cortes transversales a la superficie desgastada del hierro nodular austemperizado por 180 minutos ensayado con 25N de carga a) Aleación Base, b) 60ppm de Boro, c) 120 ppm de Boro.



**Figura 4.25.** Cortes transversales a la superficie desgastada del hierro nodular austemperizado por 180 minutos ensayado con 50N de carga. a) Aleación Base, b) 60ppm de Boro, c) 120 ppm de Boro.

En el caso de las aleaciones con adición de boro, las pérdidas en peso también incrementan ligeramente, lo cual está relacionado con la disminución de la dureza. Esta disminución en la dureza es debida a la disminución en el volumen de austenita y al incremento de la fase ferrítica, además se cree que en este caso se inhibe la formación de la bainita ya que se incrementa la difusividad del carbono en la austenita, lo cual promueve la grafitización secundaria en lugar de la transformación bainítica.



Este fenómeno de grafitización secundaria ha sido reportado por diferentes investigadores [118, 119]. De acuerdo con estos investigadores, este fenómeno se produce con largos periodos de tratamiento térmico a partir de la disolución de carburos y no directamente de la austenita. Además, de acuerdo con Zou y Nakae [38] el fenómeno de grafitización secundaria también se presenta durante el proceso de solidificación en un hierro nodular con la adición de boro ya que interrumpe la capa de cobre en la superficie del nódulo de grafito, la cual actúa como barrera para la difusión, lo cual no ocurre en el hierro sin adición de boro.

Se sabe que en el hierro nodular los nódulos de grafito actúan como bancos de carbono por lo que el contenido de carbono disuelto en la matriz puede ser variable, por lo que durante el proceso de austemperizado la austenita se enriquece en carbono a partir de las placas de ferrita bainítica crecientes; sin embargo, si el tiempo de austempering se prolonga demasiado la austenita rica en carbono remanente transforma a bainita.

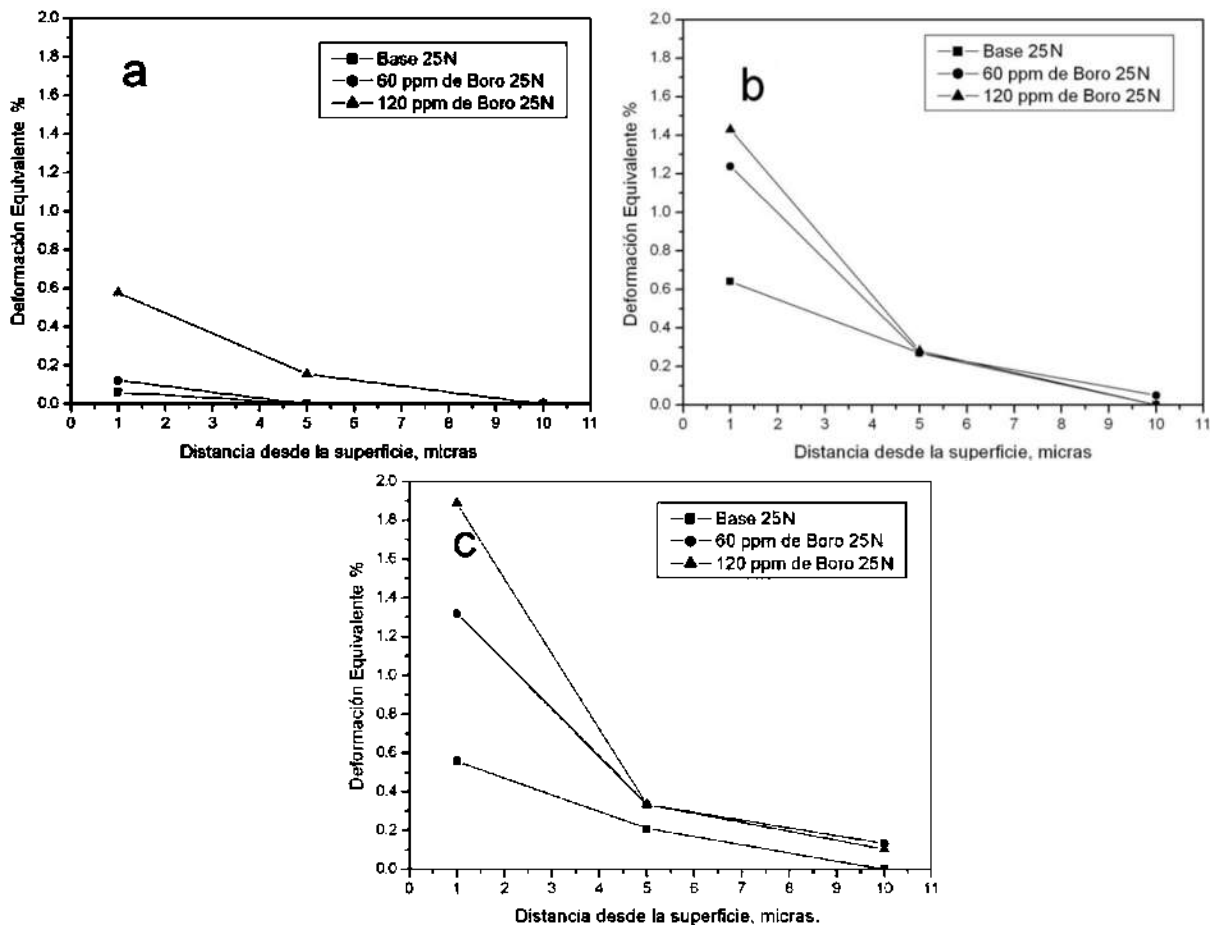
En este caso debido al incremento en la difusividad del carbono por la presencia del boro, se espera que esta austenita rica en carbono pueda transformar a ferrita y grafito tal como lo hace durante el proceso de solidificación, dando lugar a la grafitización secundaria durante el austemperizado.

En fenómeno puede estarse presentando cuando el material se somete a largos periodos de austemperizado no solo en la superficie del nódulo sino en los límites de celda lo cual disminuye la dureza, resistencia a la tensión y elongación.

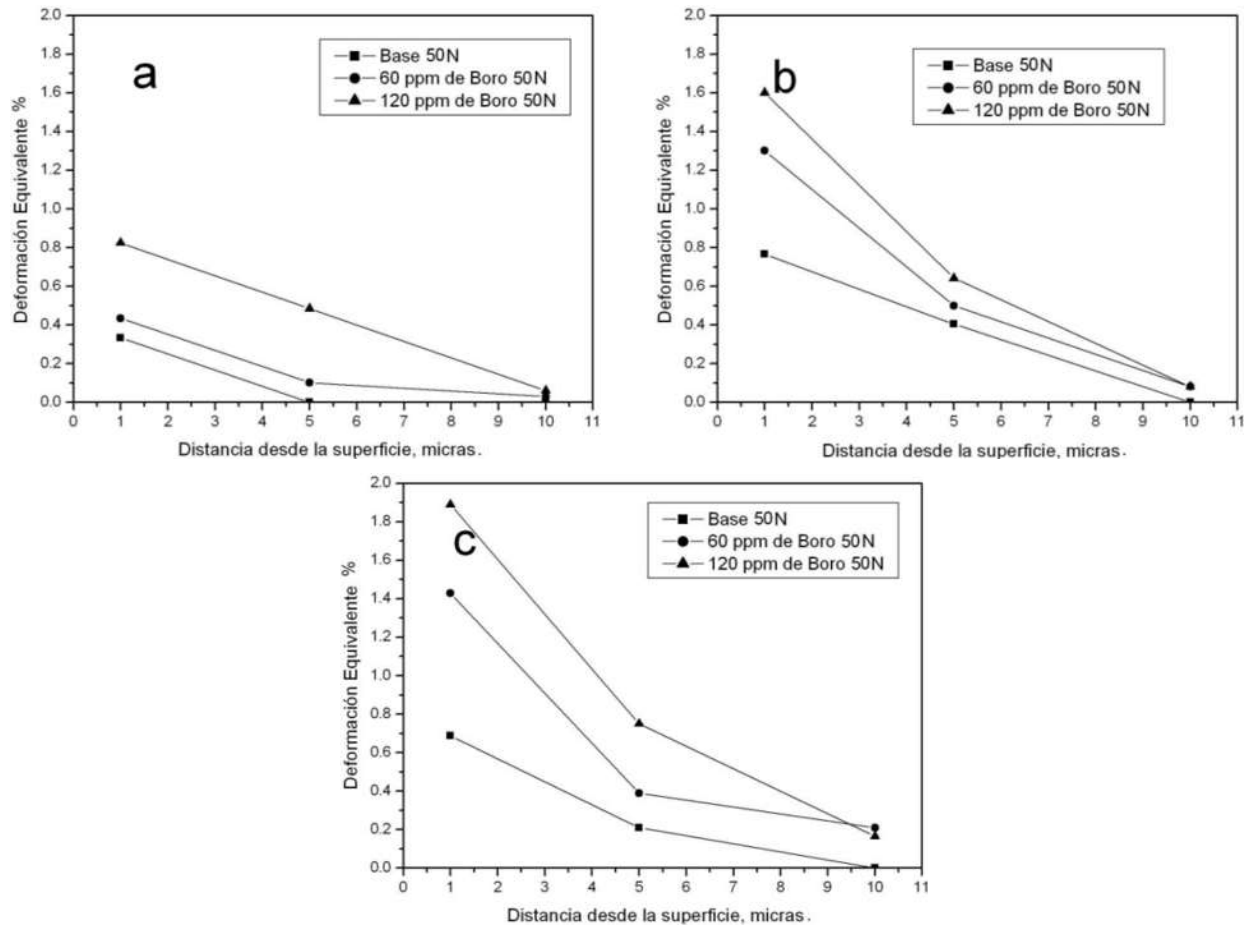
Para 180 minutos de austemperizado la profundidad de deformación por debajo de la superficie al igual que en los casos anteriores incrementa en función de la carga aplicada. Así mismo, se observa un mayor grado de deformación en la aleación con 60 ppm de boro, la cual se sabe que presenta un mayor grado de elongación, esto le permite al material alcanzar un mayor grado de deformación antes de desprenderse. Lo anterior se puede observar

figuras 4.26 y 4.27, a 60 y 180 minutos de austempering y 10 micras de profundidad debajo de la superficie desgastada donde se observa un mayor grado de deformación equivalente.

La deformación equivalente máxima se alcanza en el hierro aleado con 60 ppm de boro. Además, se debe tener en cuenta que la deformación equivalente disminuye de 60 a 180 minutos de austemperizado en la aleación base, ya que a este tiempo, se espera haya dado comienzo la transformación bainítica, la cual implica un aumento de la dureza y la reducción en el alargamiento, lo cual reduce el grado de deformación equivalente por debajo de la superficie.



**Figura 4.26** Deformación equivalente por debajo de la superficie desgastada para las muestras ensayadas con 25 newton de carga y austemperizadas por; a) 1 minuto, b) 60 minutos, c) 180 minutos.



**Figura 4.27** Deformación equivalente por debajo de la superficie desgastada para las muestras ensayadas con 50 newton de carga y austemperizadas por; a) 1 minuto, b) 60 minutos, c) 180 minutos.

## CAPITULO V. CONCLUSIONES

De la microestructura en condiciones de colada:

- Los resultados muestran que la adición de boro tiene un fuerte efecto sobre el carbono equivalente lo que resulta en un incremento en el volumen de nódulos de grafito de un 13% en la aleación sin boro a un 19% con 120ppm de boro.
- La presencia de boro también repercute en el contenido de carbono en la matriz del hierro incrementando el volumen de ferrita conforme incrementa el contenido de boro en la aleación, de un 24% en la aleación sin boro a un 78% en la aleación con 120ppm de boro.
- En la adición de 120 ppm de boro produjo una disminución en la nodularidad, debido a la formación de grafito tipo VI el cual se presenta cuando se excede el contenido de carbono.

Del tratamiento de austemperizado y la ventana óptima de procesamiento:

- Se observó que la transformación durante el austemperizado fue más rápida conforme incrementa el contenido de boro en la aleación, así mismo, los productos de la transformación fueron más finos, por lo que la adición de boro incrementa la difusividad del carbono.
- La adición de boro dio como resultado microestructura más homogénea después del austemperizado, reduciendo las zonas sin transformación o islas de austenita arreactiva que se forman debido a la segregación.
- El volumen de austenita retenida y la dureza disminuyen con el incremento en el contenido de boro, lo cual se atribuye a la menor cantidad de carbono disuelto en la matriz de la aleación.
- Los valores máximos de resistencia y ductilidad se obtienen a 60 minutos de tratamiento ya que a este tiempo se alcanzan los valores máximos de austenita retenida sin la presencia de martensita ó bainita.

- Los valores máximos de elongación se obtienen en la aleación con 60ppm de boro ya que esta aleación presenta una microestructura más homogénea, menores volúmenes de martensita comparada con la aleación base y la disminución en la nodularidad no es tan notable comparada con la aleación con 120 ppm de boro.
- La ventana óptima de procesamiento se recorre hacia tiempos menores en el caso de las aleaciones con adición de boro y no se observa claramente el inicio de la transformación bainítica.

Del comportamiento al desgaste del material:

- El coeficiente de fricción disminuyó con el incremento en la carga lo cual es atribuido al engrosamiento de la capa de óxido.
- De manera general, el coeficiente de fricción es mayor para los materiales con adición de boro, sin embargo, no existen grandes diferencias sobre todo para tiempos largos de austemperizado.
- Las menores pérdidas en peso para ambas cargas se presentan en las muestras austemperizadas por un minuto debido a la elevada dureza producto de la presencia de grandes cantidades de martensita, sin embargo se sabe que estas muestras presentan los mayores valores de dureza y menor ductilidad.
- Las pérdidas en peso incrementan para 20 minutos de austemperizado debido a la disminución en el volumen de martensita y disminuyen ligeramente durante la ventana óptima de procesamiento debido a la presencia de una microestructura ausferrítica de la cual se sabe tiene un excelente comportamiento al desgaste.
- De manera general, las pérdidas en peso incrementaron en función de la carga e incrementan ligeramente con el contenido de boro debido a la menor dureza.
- El grado de deformación por debajo de la superficie desgastada incrementó con el tiempo de austemperizado, ya que para tiempos cortos existe la

presencia de grandes volúmenes de martensita con elevada dureza y fragilidad, para tiempos mayores predomina una microestructura ausferrítica con mayor ductilidad.

- El grado de deformación debajo de la superficie incrementó con el contenido de boro, ya que la adición de este elemento disminuye la dureza del material.
- El grado de deformación incrementa ligeramente en función de la carga, sin embargo, no se observaron grandes diferencias en cuanto a la profundidad la cual es alrededor de 10  $\mu\text{m}$  para ambas cargas.

## **RECOMENDACIONES Y SUGERENCIAS PARA EL TRABAJO FUTURO**

Realizar un estudio mediante microscopía electrónica de transmisión para determinar el inicio de la transformación a bainita de la austenita rica en carbono de la ausferrita al final de la ventana óptima de procesamiento en la aleación base y descartar su presencia de bainita y/o precipitados en las aleaciones con adición de boro.

**REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.**

1. B.V. Kovacs, *Development of Austempered Ductile Iron (ADI) for Automobile Crankshafts*. Journal of Heat Treatment, 1987: p. 55-60.
2. S. K. Putatunda, *Development of austempered ductile cast iron (ADI) with simultaneous high yield strength and fracture toughness by a novel two-step austempering process*. Materials Science and Engineering: A, 2001. **315**(1-2): p. 70-80.
3. M. Cemal Cakir, A. Bayram, Y. Isik, B. Salar, *The effects of austempering temperature and time onto the machinability of austempered ductile iron*. Materials Science and Engineering: A, 2005. **407**(1-2): p. 147-153.
4. A. Meena and M. El Mansori, *Study of dry and minimum quantity lubrication drilling of novel austempered ductile iron (ADI) for automotive applications*. Wear, 2011. **271**(9-10): p. 2412-2416.
5. B. V. Kovacs, *Austempered ductile iron: fact and fiction*. Modern casting, 1990. **80**(3): p. 38-41.
6. K.L. Hayrynen, *The Production of Austempered Ductile Iron (ADI)*. in *World Conference on ADI*. 2002. Louisville, Kentucky.
7. J. Zimba, D. J. Simbi, E. Navara, *Austempered ductile iron: an alternative material for earth moving components*. Cement and Concrete Composites, 2003. **25**(6): p. 643-649.
8. B. Kovacs, *Heat treating of austempered ductile iron*. 1991: p. 281-286.
9. G.P. Faubert, D.J. Moore, and K.B. Rundman, *Heavy-section ADI: Tensile properties in the as-cast and austempered condition*. AFS Transactions, 1991. **99**: p. 551-561.
10. T.N. Rouns, K.B. Rundman, and D.M. Moore, *On the structure and properties of austempered ductile cast iron*. AFS Transactions, 1984. **92**: p. 815-840.
11. Y. Sahin and O. Durak, *Abrasive wear behaviour of austempered ductile iron*. Materials & Design, 2007. **28**(6): p. 1844-1850.
12. QIT-fer et Titane Inc and R.B. Minerals, *Ductile Iron Data, For Design Engineers*. Vol. 4, 7. 1998.
13. J. Zhang, N. Zhang, M. Zhang, D. Zeng, Q. Song, L. Lu, *Rolling-sliding wear of austempered ductile iron with different strength grades*. Wear, 2014. **318**(1-2): p. 62-67.
14. G. Straffelini, C. Giuliari, M. Pellizzari, E. Veneri, M. Bronzato, *Dry rolling-sliding wear of austempered cast iron*. Wear, 2011. **271**(9-10): p. 1602-1608.
15. G. M. Carinci, *Grain boundary segregation of boron in an austenitic stainless steel*. Applied Surface Science, 1994: p. 266-277.
16. ASM, *Properties and Selection: Irons and Steels, Metals Handbook*. 9 ed. Vol. 1. 1985.
17. H. Bhadeshia, *Bainite in Steels*. 2001. p. 177-180.



18. C. Guo, P.M. Kelly, *Boron solubility in Fe–Cr–B cast irons*. Materials Science and Engineering: A, 2003. **352**(1–2): p. 40-45.
19. L. Xianglong, W. Ping, S. Zhao, C. Chen, R. Yin, N. Chen *First-principle Study of the Solution Type of Boron in  $\gamma$ -iron*. Energy Procedia, 2012. **16, Part A**(0): p. 661-666.
20. Y. Kayali, S. Taktak, S. Ulu, Y. Yalcin, *Investigation of mechanical properties of boro-tempered ductile iron*. Materials & Design, 2010. **31**(4): p. 1799-1803.
21. Y. Peng, H. Jin, J. Liu, G. Li, *Effect of boron on the microstructure and mechanical properties of carbidic austempered ductile iron*. Materials Science and Engineering: A, 2011. **529**(0): p. 321-325.
22. A. S. M. A. Haseeb, M. A. Islam, M. M. A. Bepari, *Tribological behaviour of quenched and tempered, and austempered ductile iron at the same hardness level*. Wear, 2000. **244**(1–2): p. 15-19.
23. J. Zimba, M. Samandi, D. Yu, T. Chandra, E. Navara, D. J. Simbi, *Unlubricated sliding wear performance of unalloyed austempered ductile iron under high contact stresses*. Materials & Design, 2004. **25**(5): p. 431-438.
24. Z. Wu-Sheng, Z. Qing-De, M. Shou-Kang, *Lubricated sliding and rolling wear of austempered ductile iron*. Wear, 1993. **162–164, Part B**(0): p. 696-702.
25. Avner, S.H., *Introducción a la Metalurgia Física*. 2 ed. 1974.
26. I. Minkoff, *The Physical Metallurgy of Cast Iron*. 1 ed. 1983, Chichester.
27. G. S. Cho, K. H. Choe, K. W. Lee, A. Ikenaga, *Effects of Alloying Elements on the Microstructures and Mechanical Properties of Heavy Section Ductile Cast Iron*. Materials Science and Technology, 2007. **23**(1): p. 97-101.
28. R. Hernandez, *Efecto del cromo en la Ventana de Procesamiento para el Austemperizado de un Hierro Nodular*. 2006, UMSNH.
29. G. M. Goodrich, *Cast Iron Microstructure Anomalies and Their Causes*. AFS Transactions, 1997. **105**: p. 669-683.
30. J. V. Dawson, *Magnesium Requirements in Ductile Iron*. AFS Transactions, 1992. **100**: p. 325-332.
31. K. N. Murthy, P. Sampathkumaran, S. Seetharamu, *Abrasion and erosion behaviour of manganese alloyed permanent moulded austempered ductile iron*. Wear, 2009. **267**(9–10): p. 1393-1398.
32. M. I. Onsøien, Ø. Grong, T. Skaland, K. Jørgensen, *Mechanical of graphite formation in ductile cast iron*. Materials Science and Technology, 1999. **15**(3): p. 253-259.
33. T. R. Uma, J.B. Simha, K.N. Murthy, *Influence of nickel on mechanical and slurry erosive wear behaviour of permanent moulded toughened austempered ductile iron*. Wear, 2011. **271**(9–10): p. 1378-1384.
34. Z. Liu, X. Chen, Y. Li, K. Hu, *High Boron Iron-Based Alloy and Its Modification*. Journal of Iron and Steel Research, International, 2009. **16**(3): p. 37-54.

35. W. Gárlipp, M. Cilense, and S.I. Novaes Gomes, *Austenite decomposition of C–Mn steel containing boron by continuous cooling*. Journal of Materials Processing Technology, 2001. **114**(1): p. 71-74.
36. W. Stumpf, K. Banks, *The hot working characteristics of a boron bearing and a conventional low carbon steel*. Materials Science and Engineering: A, 2006. **418**(1–2): p. 86-94.
37. S. H. Song, A. M. Guo, D. D. Shen, Z. X. Yuan, J. Liu, T. D. Xu, *Effect of boron on the hot ductility of 2.25Cr1Mo steel*. Materials Science and Engineering: A, 2003. **360**(1–2): p. 96-100.
38. Y. Zou, H. Nakaehan, *Influence of boron on ferrite formation in copper-added spheroidal graphite cast iron*. China Foundry, 2014. **11**(4): p. 375-381.
39. M. Gagné, C. Labrecque, *You Produced “Soft” Ductile Iron Castings? Check the Boron Content of the Iron!*, Sorelmetal Publications, 2006(108).
40. R. Zhou, Y. Jiang, D. Lu, R. Zhou, Z. Li, *Development and characterization of a wear resistant bainite/martensite ductile iron by combination of alloying and a controlled cooling heat-treatment*. Wear, 2001. **250**(1–12): p. 529-534.
41. A. Basso, R. Martínez, J. Sikora, *Influence of chemical composition and holding time on austenite ( $\gamma$ )  $\rightarrow$  ferrite ( $\alpha$ ) transformation in ductile iron occurring within the intercritical interval*. Journal of Alloys and Compounds, 2011. **509**(41): p. 9884-9889.
42. M. Erdogan, V. Kilicli, B. Demir, *Transformation characteristics of ductile iron austempered from intercritical austenitizing temperature ranges*. Journal of Materials Science, 2009. **44**(5): p. 1394-1403.
43. M. Erdogan, K. Kocatepe, M. Cerah, *Influence of intercritical austenitizing and tempering time and martensite volume fractions on tensile properties of ferritic ductile iron with dual matrix structure* International journal of cast metals research, 2001. **19**(4): p. 248-253.
44. Y. Sahin, V. Kilicli, M. Ozer, M. Erdogan, *Comparison of abrasive wear behavior of ductile iron with different dual matrix structures*. Wear, 2010. **268**(1–2): p. 153-165.
45. M. Lagarde, A. Basso, R. Dommarco, J. Sikora, *Development and Characterization of a New Type of Ductile Iron with a Novel Multi-phase Microstructure*. ISIJ International, 2011. **51**(4): p. 645-650.
46. A. Kutsov, Y. Taran, K. Uzlov, A. Krimmel, M. Evsyukov, *Formation of bainite in ductile iron*. Materials Science and Engineering: A, 1999. **273**: p. 480-484.
47. M. Delia, M. Alaalem, M. Grech, *Effect of austenitising conditions on the impact properties of an alloyed Austempered ductile iron of initial pearlitic matrix structure*. Cast Metals, 1997. **9**(6): p. 345-351.
48. A. Shafiee, M. Nili-Ahmadabadi, H. M. Ghasemi, E. Hossein-Mirzaei, *Wear behaviour of a Cr-Mo steel with different microstructures, in comparison with austempered ductile iron (ADI)*. International Journal of Material Forming, 2009. **2**(1): p. 237-241.

49. R. Martins, J. Seabra, L. Magalhães, *Austempered ductile iron (ADI) gears: Power loss, pitting and micropitting*. *Wear*, 2008. **264**(9–10): p. 838-849.
50. L. Magalhães, R. Martins, J. Seabra, *Low-loss austempered ductile iron gears: Experimental evaluation comparing materials and lubricants*. *Tribology International*, 2012. **46**(1): p. 97-105.
51. J. M. Han, Q. Zou, G. C. Barber, T. Nasir, D. O. Northwood, X. C. Sun, P. Seaton, *Study of the effects of austempering temperature and time on scuffing behavior of austempered Ni–Mo–Cu ductile iron*. *Wear*, 2012. **290–291**(0): p. 99-105.
52. J. Keough, K. Hayrynen, *Automotive Applications of Austempered Ductile Iron (ADI): A Critical Review*. SAE Technical Paper 2000-01-0764, 2000.
53. Y. S. Lerner, G. R. Kingsbury, *Wear resistance properties of austempered ductile iron*. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 1998. **7**(1): p. 48-52.
54. A. Lindström, *Austempered High Silicon Steel*, in *Applied Physics and Mechanical Engineering / Engineering Materials*. 2006, Luleå University of Technology: Luleå. p. 39.
55. G. Balachandran, A. Vadiraj, M. Kamaraj, E. Kazuya , *Mechanical and wear behavior of alloyed gray cast iron in the quenched and tempered and austempered conditions*. *Materials & Design*, 2011. **32**(7): p. 4042-4049.
56. J. Shi, S. Zou, J. J. M. Too, R. W. Smith, *On the Quenchability of Austempered Ductile Iron*. *Cast Metals*, 1992. **5**(2): p. 103-108.
57. M. N. Ahmadabadi, S. Nategh, P. Davami, *Wear Behavior of Austempered Ductile Iron*. *Cast Metals*, 1992, **4**(4): p. 188-194.
58. M. H. Sohi, M.N. Ahmadabadi, A.B. Vahdat, *The role of austempering parameters on the structure and mechanical properties of heavy section ADI*. *Journal of Materials Processing Technology*, 2004. **153–154**(0): p. 203-208.
59. M. N. Ahmadabadi, H.M. Ghasemi, M. Osia, *Effects of successive austempering on the tribological behavior of ductile cast iron*. *Wear*, 1999. **231**(2): p. 293-300.
60. J. L. Hernández-Rivera, R.E. Campos Cambranis, and A. de la Garza, *Study of microstructural evolution and mechanical properties exhibited by non alloyed ductile iron during conventional and stepped austempering heat treatment*. *Materials & Design*, 2011. **32**(10): p. 4756-4762.
61. J. F. Janowak, P. A. Morton, *A Guide to Mechanical Properties Possible by Austempering 1.5%Ni-3%Mo Ductile Iron*. AFS Transactions, 1984: p. 120.
62. A. Gazda, *Analysis of decomposition processes of ausferrite in copper–nickel austempered ductile iron*. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2010. **102**(3): p. 923-930.

63. J. C. Lui, R. Elliot, *The Influence of Cast Structure on the Austempering of Ductile Iron*, . International Journal of Cast Metals Research, 1998. **10**: p. 301-305.
64. H. Bayati, R. Elliott, *The concept of an austempered heat treatment processing window*. International journal of cast metals research, 1999. **11**: p. 413-417.
65. C. Z. Wu, Y.J. Chen, T. S. Shih, *Phase transformation in austempered ductile iron by microjet impact*. Materials Characterization, 2002. **48**(1): p. 43-54.
66. Z. Ławrynowicz, S. Dymski, *Carbon Concentration of Austenite in Austempered Ductile Iron (ADI)*. Archives of Foundry Engineering, 2007. **7**(3): p. 93-98.
67. P. P. Rao, S. K. Putatunda, *Investigations on the fracture toughness of austempered ductile iron alloyed with chromium*. Materials Science and Engineering: A, 2003. **346**(1-2): p. 254-265.
68. K. S. Ravishankar, K. Rajendra Udupa, P.P. Rao, *Development of austempered ductile iron for high tensile and fracture toughness by two step austempering process*. 68th WFC - World Foundry Congress, 2008: p. 35-40.
69. J. Yang, S. K. Putatunda, *Improvement in strength and toughness of austempered ductile cast iron by a novel two-step austempering process*. Materials & Design, 2004. **25**(3): p. 219-230.
70. J. Yang, S. K. Putatunda, *Effect of microstructure on abrasion wear behavior of austempered ductile cast iron (ADI) processed by a novel two-step austempering process*. Materials Science and Engineering: A, 2005. **406**(1-2): p. 217-228.
71. S. K. Putatunda, *Comparison of the Mechanical Properties of Austempered Ductile Cast Iron (ADI) Processed by Conventional and Step-Down Austempering Process*. Materials and Manufacturing Processes, 2010. **25**(8): p. 749-757.
72. S. K. Putatunda, S. Kesani, R. Tackett, G. Lawes, *Development of austenite free ADI (austempered ductile cast iron)*. Materials Science and Engineering: A, 2006. **435-436**(0): p. 112-122.
73. J. Achary, D. Venugopalan, *Microstructural development and austempering kinetics of ductile iron during thermomechanical processing*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2000. **31**(10): p. 2575-2585.
74. B. Bosnjak, B. Radulovic, *Effect of austenitising temperature on austempering kinetics of Ni-Mo alloyed ductile iron*. Materiali in Tehnologije, 2004. **38**(6): p. 307-312.
75. M. A. Yescas, H. Bhadeshia, D. J. MacKay, *Estimation of the amount of retained austenite in austempered ductile irons using neural networks*. Materials Science and Engineering: A, 2001. **311**(1-2): p. 162-173.
76. C. Hsu, K. Lin, *A study on microstructure and toughness of copper alloyed and austempered ductile irons*. Materials Science and Engineering: A, 2011. **528**(18): p. 5706-5712.

77. E. Olivera, B. Tanja, S. Nikola, T. Milan, G. Nebojša, D. Rade, *Determination of Processing Window for ADI Materials Alloyed with Copper*. AMES Scientific Paper, 2010: p. 91-102.
78. M. Bahmani, R. Elliott, N. Varahram, *Austempered Ductile Iron: a Competitive Alternative for Rapid Induction-hardened Steel Crankshafts*. International Journal of Cast Metals Research, 1997. **5**: p. 249-258.
79. U. Şeker, H. Hasirci, *Evaluation of machinability of austempered ductile irons in terms of cutting forces and surface quality*. Journal of Materials Processing Technology, 2006. **173**(3): p. 260-268.
80. L. Magalhães, J. Seabra, C. Sá, *Experimental observations of contact fatigue crack mechanisms for austempered ductile iron (ADI) discs*. Wear, 2000. **246**(1-2): p. 134-148.
81. G. Rivera, R. Boeri, J. Sikora, *Influence of the Solidification Microstructure on the Mechanical Properties of Ductile Iron*. International Journal of Cast Metals Research, 1999. **11**: p. 533-538.
82. T. S. Shi, C. S. Chang, L. Z. Hwang, C. R. Loper Jr., *Mechanical Properties and Microstructures of Austempered Ductile Iron*. AFS Transactions, 1991: p. 100.
83. U. Batra, N. Batra, J.D. Sharma, *Wear performance of Cu-alloyed austempered ductile iron*. Journal of Materials Engineering and Performance, 2013. **22**: p. 1136-1142.
84. A. Zammit, S. Abela, L. Wagner, M. Mhaede, M. Grech, *Tribological behaviour of shot peened Cu-Ni austempered ductile iron*. Wear, 2013. **302**(1-2): p. 829-836.
85. S. Laino, J. A. Sikora, R. C. Dommarco, *Development of wear resistant carbidic austempered ductile iron (CADI)*. Wear, 2008. **265**(1-2): p. 1-7.
86. D. S. Padan, *Microalloying Austempered Ductile Iron*. AFS Proceedings, 2012: p. 1-12.
87. R. Arabi Jeshvaghani, M. Shamanian, M. Jaberzadeh, *Enhancement of wear resistance of ductile iron surface alloyed by stellite 6*. Materials & Design, 2011. **32**(4): p. 2028-2033.
88. Y. Kayali, Y. Yalçın, *The effects of boro-tempering heat treatment on microstructural properties of ductile iron*. Materials & Design, 2011. **32**(3): p. 1414-1419.
89. D. A. Colombo, M. Echección, O. J. Moncada, Juan M. Massone, *Characterisation of PVD-TiN Coated Austempered Ductile Iron: Effects of Nodule Count and Austempering Temperature*. ISIJ International, 2011. **51**(3): p. 448-455.
90. C. Soriano, J. Leunda, J. Lambarri, V. García Navas, C. Sanz, *Effect of laser surface hardening on the microstructure, hardness and residual stresses of austempered ductile iron grades*. Applied Surface Science, 2011. **257**(16): p. 7101-7106.
91. *Standard practice for X-Ray determination of retained austenite in steel with near random crystallographic orientation*, Annual book of ASTM standards, ASTM, 1990, Vol. 03.01. p. 787-792.

92. C. Kim, *X-Ray Method of Measuring Retained Austenite in Heat Treated White Cast Irons*. Journal of Heat Treating, 1979. **1**(2): p. 43-51.
93. *Standard test method for tensile testing of metallic materials*, Annual book of ASTM standards, ASTM, Vol. 03.01, 1993,. p. 542-566.
94. Y. Tanaka, T. Hiraoka, *Production of C/V graphite cast iron by adding boron-magnesium-cerium alloy*. The Journal of The Japan Foundrymen's Society, 1987. **59**(11): p. 676-681.
95. R. Correa, *Solidificación Direccional de Aleaciones Fe-Cr-C con Adiciones de Boro y su Evaluación Bajo Condiciones de Desgaste*, in *Instituto de Investigaciones Metalúrgicas*. 2011, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo: Morelia. p. 63-64.
96. P. Chaengkham, P. Srichandr, *Continuously cast ductile iron: Processing, structures, and properties*. Journal of Materials Processing Technology, 2011. **211**(8): p. 1372-1378.
97. J. Aranzabal, G. Serramoglia, D. Rousière, *Development of a new mixed (ferritic-ausferritic) ductile iron for automotive suspension parts*. Metallurgical Science and Technology, 2000. **18**(1): p. 24-29.
98. V. Kilicli, M. Erdogan, *The Strain-Hardening Behavior of Partially Austenitized and the Austempered Ductile Irons with Dual Matrix Structures*. Journal of Materials Engineering and Performance, 2008. **17**(2): p. 240-249.
99. A. D. Basso, R. A. Martínez, J. A. Sikora, *Influence of austenitising and austempering temperatures on microstructure and properties of dual phase ADI* Materials Science and Technology, 2007. **23**(11): p. 1321-1326
100. H. Bayati, R. Elliott, W. Lorimer, *Influence of austenitising temperature on austempering kinetics of high manganese alloyed ductile cast iron*. Materials Science and Technology, 1995. **4**(8): p. 776-786.
101. R. C. Voigt, L. M. Eldoky, H. S. Chiou, *Fracture of ductile cast irons with dual matrix structures*. AFS Transactions, 1986. **94**: p. 645-656.
102. V. Kilicli, M. Erdogan, *Tensile properties of partially austenitised and austempered ductile irons with dual matrix structures*. Materials Science and Technology, 2006. **22**(8): p. 919-928.
103. V. Kilicli, M. Erdogan, *Effect of ausferrite volume fraction and morphology on tensile properties of partially austenitised and austempered ductile irons with dual matrix structures*. International journal of cast metals research, 2007. **20**(4): p. 202-214.
104. C. Verdu, J. Adrien, A. Reynaud, *Contribution of dual phase ( $\alpha$ , G, B) heat treatments to fatigue properties of SG cast irons* International Journal of Cast Metals Research, 2005. **18**(6): p. 346-354.
105. A. Galarreta, R. E. Boeri, J. A. Sikora, *Free ferrite in pearlitic ductile iron - morphology and its influence on mechanical properties*. Cast Metals, 1997. **9**: p. 353-357.
106. K. Widanka, *Effect of Boron on the structure and mechanical properties of PM Fe-Si compacts after through vacuum carburising*. Archives of Civil & Mechanical Engineering, 2011. **11**(2): p. 469-477.

107. D. Krishnaraj, H. Narasimham, S. Seshan, *Structure and properties of ADI as affected by low alloy additions*. AFS Transactions, 1992: p. 105-122.
108. M. Gagne, *Effect of Mn and Si on the quality of heavy section ADI*. AFS Transactions, 1987. **95**: p. 523-532.
109. S. K. Putatunda, P. K. Gadicherla, *Influence of austenitizing temperature on fracture toughness of a low manganese austempered ductile iron (ADI) with ferritic as cast structure*. Materials Science and Engineering: A, 1999. **268**(1-2): p. 15-31.
110. T. Takahashi, T. Abe, S. Tada, *Effect of bainite transformation and retained austenite on mechanical properties of austempered spheroidal graphite cast steel*. Metallurgical and Materials Transactions A, 1996. **27**(6): p. 1589-1598.
111. G. Altamirano, *Estudio de la Deformación Plástica en Caliente de Aceros Avanzados de Ultra-Alta Resistencia (A-UHSS) Microaleados con Boro*, *Metalurgia Mecanica*. 2014, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo.
112. H. PourAsiabi, H. PourAsiabi, *Microstructure and tribological wear behavior of ausferritic Mn, Ni, Cu, Mo, alloyed ductile iron*. 2012, International Iron & Steel Symposium: Karabük, Türkiye. p. 616-625.
113. F. H. Stott, *Role of oxidation in the wear of alloys*. Tribology International, 1998: p. 61-71.
114. G. Straffelini, M. Pellizzari, L. Maines, *Effect of sliding speed and contact pressure on the oxidative wear of austempered ductile iron*. Wear, 2011. **270**(9-10): p. 714-719.
115. J. M. Vélez, D. K. Tanaka, A. Sinatora, A. P. Tschiptschin, *Evaluation of abrasive wear of ductile cast iron in a single pass pendulum device*. Wear, 2001. **251**(1-12): p. 1315-1319.
116. J. Yang, S. K. Putatunda, *Improvement in strength and toughness of austempered ductile cast iron by a novel two-step austempering process*. Materials & Design, 2004. **25**(3): p. 219-230.
117. Q. Luo, J. Xie, Y. Song, *Effects of microstructures on the abrasive wear behaviour of spheroidal cast iron*. Wear, 1995. **184**(1): p. 1-10.
118. T. N. Rouns, K. B. Rundman, *On the effects of molybdenum on the kinetics of secondary graphitization in quenched and tempered ductile irons*. AFS Transactions, 1982: p. 487- 497.
119. R. C. Voigt, *Secondary Graphitization in Quenched and Tempered Ductile Cast Iron*. 1981: University of Wisconsin--Madison.

## ANEXOS

### Apéndice A

#### *Procedimiento para la medición de austenita residual*

La intensidad de una línea particular de difracción, de una fase, de una muestra plana en un difractómetro, esta expresada como:

$$I_{hkl} = \frac{K(FF^*)(LPF)me^{-2M} A(\theta)V_i}{v_i^2} \quad [A.1]$$

Donde;

**K** = Constante de proporcionalidad;

**FF\***= Factor de estructura de la celda unitaria de la fase de interés, igual a  $4f^2$  y  $16f^2$  para las líneas de difracción de  $\alpha$  (martensita/ferrita) y  $\gamma$  (austenita), respectivamente, donde  $f$  es el factor de dispersión atómica de la especie que compone la celda unitaria;

**LPF** = Factor de polarización de Lorentz,  $(1 + \cos^2 2\theta)/\sin^2 \theta \cos \theta$  ;

**m** = Multiplicidad, el número de planos  $\{hkl\}$  en una celda unitaria;

$e^{-2M}$  = Factor de temperatura de Debye-Waller;

**A( $\theta$ )** = Factor de absorción, independiente de  $\theta$  si la muestra es plana;

**V<sub>i</sub>**= Fracción de volumen de la fase; y

**v<sub>i</sub>**= Volumen de la celda unitaria.

Si se define un nuevo término como **R<sub>hkl</sub>**

$$R_{hkl} = \frac{FF^*(LPF)me^{-2M}}{v_i^2} \quad [A.2]$$

La ecuación de intensidad (ec. [A.1]) se hace

$$I_{hkl} = K * R_{hkl} V_i [A.3]$$



donde,

$$K^* = K \cdot A(\theta) \quad [\text{A.4}]$$

Si se utiliza más de un solo pico para el análisis, la expresión [A.3] se convierte en;

$$\Sigma I_{hkl} = K^* (\Sigma R_{hkl}) V_i \quad [\text{A.5}]$$

Escribiendo las ecuaciones anteriores para ferrita/martensita,  $\alpha$ , y para austenita,  $\gamma$ , utilizando  $\alpha$  y  $\gamma$  como sub-índices y omitiendo  $hkl$ ,

$$\Sigma I_{\alpha} = K^* (\Sigma R_{\alpha}) V_{\alpha} \quad [\text{A.6}]$$

$$\Sigma I_{\gamma} = K^* (\Sigma R_{\gamma}) V_{\gamma} \quad [\text{A.7}]$$

Más aún,

$$V_g + V_{\alpha} + V_{\gamma} = 1 \quad [\text{A.8}]$$

donde  $V_g$  es la fracción de volumen total de otras fases en la microestructura, tal como grafito en este caso. Entonces, hay tres ecuaciones ([A.6], [A.7], y [A.8]) para tres incógnitas  $V_{\alpha}$ ,  $V_{\gamma}$ , y  $K^*$ . Resolviendo las ecuaciones anteriores para eliminar  $V_{\alpha}$  y  $K^*$ , finalmente se obtiene

$$V_{\gamma} = \frac{1 - V_c}{1 + \left( \frac{\Sigma I_{\alpha}}{\Sigma I_{\gamma}} \right) \left( \frac{\Sigma R_{\gamma}}{\Sigma R_{\alpha}} \right)} \quad [\text{A.9}]$$

$V_g$  puede ser determinado metalográficamente,  $I_{hkl}$  para las fases  $\alpha$  y  $\gamma$  está dado por el patrón de difracción y  $R_{hkl}$  para  $\alpha$  y  $\gamma$  es calculado de acuerdo a la ecuación [A.2]. Observe que  $R_{hkl}$  es una función de varios factores como  $FF^*$ ,  $LPF$ ,  $m$ ,  $e^{-2M}$ , y  $v_i$ .

$FF^*$ , el factor de estructura, como se mencionó anteriormente es,  $4f^2$  para  $\alpha$  y  $16f^2$  para  $\gamma$ .  $f$ , el factor de dispersión atómica para el hierro es tabulado como una función del  $\text{Sin}\theta / \lambda$  en un incremento de 0.05 desde 0.00 hasta 0.40 y en incrementos de 0.1 desde 0.4 hasta 1.5 en *International Tables for X-Ray Crystallography*. Esos datos fueron ajustados a una curva y la mejor aproximación fue la siguiente ecuación

$$f = -7.01\left(\frac{\text{Sin}\theta}{\lambda}\right)^3 + 29.681\left(\frac{\text{Sin}\theta}{\lambda}\right)^2 - 43.607\left(\frac{\text{Sin}\theta}{\lambda}\right) + 27.1 \quad [\text{A.10}]$$

con  $R^2=0.9967$  esta ecuación fué utilizada para calcular  $f$  para cualquier valor de  $\text{Sin}\theta/\lambda$  obtenido para cada pico del patrón de difracción.

**LPF**, el Factor de Polarización de Lorenz, que es una función de  $\theta$  es calculado de los datos de difracción.

$m$ , la multiplicidad, tiene los valores mostrados en la **Tabla A-I**.

$e^{-2M}$ , el factor de temperatura de Debye-Waller, es una función de  $M$ , la cual a su vez es,

$$M = B \frac{\text{Sin}^2\theta}{\lambda^2} \quad [\text{A.11}]$$

donde  $B$  es una constante del material relacionada a la temperatura del sólido de Debye. El factor de temperatura de Debye reportada para el hierro en la literatura varía considerablemente, por lo tanto,  $B$  también varía. Se han reportado valores de  $B$  para el hierro a temperatura ambiente entre 0.29 y 0.49. Adoptar diferentes valores de  $B$  causaría diferencias significantes en los valores calculados de  $R$ . Sin embargo, afortunadamente puede ser demostrado que las relaciones de  $R$  no cambian significativamente con los cambios en  $B$ .

Cuando hay elementos aleantes presentes en la estructura de manera sustitucional, entonces la temperatura de Debye  $B$ , cambia. Aunque los valores de  $B$  para la mayoría de los elementos, sustitucionales tales como el molibdeno, cromo, manganeso y níquel son más grandes o más pequeños que para el hierro, son razonablemente similares; entonces la adopción de un valor de  $B$  para el hierro para la mayoría de las aleaciones es justificada. Kim adoptó un valor de 0.37, el

cual es utilizado también en los cálculos del presente trabajo.  $v_i$ , el volumen de la celda unitaria, es una función del parámetro de red  $a_0$  para cada fase; de los datos de difracción de rayos-X,  $a_0$  para  $\alpha$  es 2.866Å y para  $\gamma$  es 3.602Å.

De los patrones de difracción, los picos utilizados para el cálculo de la fracción de volumen de austenita fueron  $\alpha$ 110,  $\alpha$ 200,  $\alpha$ 211, y  $\alpha$ 220, y  $\gamma$ 111,  $\gamma$ 200,  $\gamma$ 220,  $\gamma$ 311, y  $\gamma$ 222. La Tabla A-I muestra los valores de  $R_{hkl}$  computarizados para los diferentes planos de  $\alpha$  y  $\gamma$ .

**Tabla A-I. Valores de  $R_{hkl}$  de ferrita/martensita y austenita computarizados para el cálculo de la fracción de volumen de austenita retenida en las muestras de hierro tratado térmicamente.**

Fase	(hkl)	$2\theta$	$f$	$FF^* = 4f^2$	$m$	LPF	$e^{-2M}$	$R_{hkl}$
$\alpha$	110				12			
	200				6			
	211				24			
Fase	(hkl)	$2\theta$	$f$	$FF^* = 16f^2$	$m$	LPF	$e^{-2M}$	$R_{hkl}$
$\gamma$	111				8			
	200				6			
	220				12			