

# Caracterización de la transformación martensítica inducida por deformación en fundiciones nodulares austemperadas

## Characterization of the martensitic transformation induced by deformation in austempering nodular foundries

L. Navea<sup>1</sup>, C. Aguilar<sup>2</sup>, J. Garín<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Universidad de Atacama, Facultad de Ingeniería, Departamento de Metalurgia, Copayapu 485, Copiapó, Chile.  
e-mail: lilian.navea@uda.cl

<sup>2</sup>Universidad Austral de Chile, Facultad de Ciencias de la Ingeniería, Instituto de Materiales y Procesos Termomecánicos, General Lagos 2086, Valdivia, Chile.  
e-mail: ceaguilar@uach.cl

El presente trabajo estudia la microdeformación, energía de falla de apilamiento y densidad de dislocaciones mediante el análisis de difracción de rayos X, de la transformación martensítica inducida por deformación en fundiciones ADI. Las probetas estudiadas fueron obtenidas a partir de fundiciones nodulares, austenizadas a 910 °C por 80 min. y austemperadas a 410 °C. Posterior al tratamiento térmico, las probetas fueron deformadas entre 0 y 25% mediante laminación en frío. Se encontró que la microdeformación y la densidad de dislocaciones aumentan con el incremento de la deformación, mientras que la energía de falla de apilamiento disminuye con el aumento de la deformación.

*Palabras clave:* Fundiciones ADI, microdeformación, energía de falla de apilamiento, DRX.

Microstrain, stacking fault energy and dislocations density of Austempered Ductile Iron are studied by means of x-ray diffraction analysis during martensite transformation. Samples were obtained from nodular cast iron austenitized at 910Å° for 80 min and austempered at 410Å°. After samples were deformed between 0 and 25 % by cold rolling. Microstrain and dislocation density increases whereas stacking fault energy decrease as a function of deformation.

*Keywords:* Austempered Ductil, microstrain, dislocation density increases whereas stacking fault energy decrease as a function of deformation, DRX.

## 1. INTRODUCCIÓN

Las fundiciones nodulares austemperadas (ADI), obtenidas mediante tratamiento térmico isotérmico aplicado a una fundición nodular [1], de composición química cuidadosamente

controlada, produce un material que posee una excelente combinación de propiedades mecánicas, tales como resistencia a la tracción, al desgaste y tenacidad [2]; estas características, junto a los menores costos de producción en comparación con los aceros, simplificación del proceso de mecanizado de piezas y reciclabilidad, convierten a las ADI en una alternativa industrialmente válida y atractivamente económica para reemplazar, en algunas aplicaciones, a los aceros de baja aleación fundidos y forjados. La fase austenita que se enriquece en carbono durante el tratamiento térmico de austemperado, es termodinámicamente estable a temperatura ambiente, pero sufre una transformación martensítica cuando el material es sometido a esfuerzo.

Los sitios preferenciales para la nucleación de la fase martensita son posiciones internas de deformación elevada, como el caso de la intersección de dos o más dislocaciones, o la existencia de bordes de bajo ángulo. Al someter a deformación plástica la matriz austenítica, aumenta el tamaño de las deformaciones internas y facilita la nucleación de la fase martensita. [3 – 7]. Cuando un material es sometido a deformación plástica en frío, como en el caso de las fundiciones ADI, los perfiles de difracción experimentan variaciones[8] debido a la disminución del tamaño de grano, aumento de microdeformaciones y fallas de apilamiento, etc. y modifican su forma, ancho medio y, además, se desplazan a ángulos diferentes.

La deformación plástica de un metal produce cambios en los perfiles de difracción, ya que aumenta el tamaño de las deformaciones internas, especialmente con lo relacionado a la microdeformación, el aumento de la densidad de dislocaciones, la probabilidad de falla de apilamiento y la energía de falla de apilamiento. [8] Se ha demostrado [9] que una microdeformación no uniforme  $\varepsilon$  esta relacionada con el ensanchamiento de la línea de difracción por (a)  $B_d = 4\varepsilon tg\theta$ , donde  $B_d$  es el ensanchamiento debido a la deformación y  $\theta$  es el ángulo de Bragg. El tamaño de grano también afecta el ancho medio del perfil según (b)  $B_p = \lambda / (D \cos\theta)$ , donde,  $\lambda$  es la longitud de onda de radiación característica de rayos X. Sumando y arreglando los términos correspondientes de las expresiones (a) y (b), y multiplicando por  $\cos\theta$  se puede deducir la ecuación (1) donde,  $c$  es una constante entre 0,89 y 0,94.

$$B \cos\theta = \eta \sin\theta + \frac{c\lambda}{D} \quad (1)$$

Esta ecuación denominada Williamson-Hall [9] se resuelve de manera gráfica. Los datos  $B \cos\theta$  vs  $\sin\theta$  se ajustan a una línea recta, donde la pendiente está relacionada con la microdeformación,  $\varepsilon$  y usando el valor de la intersección con la ordenada, se puede calcular el tamaño de grano a partir de  $D = c\lambda / (\text{valor de intersección con la ordenada})$ . La pendiente de la grafica de Williamson-Hall (W-H) se relaciona con la microdeformación,  $\langle \varepsilon^2 \rangle$ , por medio de la siguiente expresión [10]:

$$\eta = 2(2\pi)^{1/2} \langle \varepsilon^2 \rangle \quad (2)$$

Existen varios métodos para determinar  $\rho$  [14 claudio], pero una expresión sencilla, propuesta en literatura a través de DRX es la ecuación (3) [11]:

$$\rho = \frac{K_{hkl} \langle \varepsilon^2 \rangle'}{a_0^2} \quad (3)$$

donde,  $\langle \varepsilon^2 L \rangle' = \langle \varepsilon^2 L \rangle - \langle \varepsilon L \rangle^2$ , (considerando que  $\langle \varepsilon L \rangle^2 \approx 0$ ),  $a_0$  es el parámetro de red y  $K_{hkl}$  es una constante que varía con el plano difractado (hkl) como:

$$K_{hkl} = \frac{24\pi E_{hkl}}{GF} \left( \frac{1}{F} \right) \quad (4)$$

En esta ecuación, G es el modulo de corte del material,  $E_{hkl}$  es la constante elástica en la dirección [hkl]. El valor de la constante K para hierro es 21 [12] y el factor F ha sido estimado en 5 [13]

La presencia de fallas de apilamiento en un material con estructura cúbica desplaza los perfiles de difracción de los planos cristalinos. Como no se puede determinar exactamente la posición de una falla se apilamiento por DRX, se introduce el concepto de probabilidad de falla de apilamiento ( $\alpha$ ). Considerando que la probabilidad de falla de apilamiento,  $\alpha$ , esta relacionada con la densidad de dislocaciones mediante [14]

$$\alpha = \frac{\rho w a_0}{\sqrt{3}} \quad (5)$$

donde w es el ancho de la probabilidad de falla de apilamiento,  $a_0$  el parámetro de red. Reed y Schramm han propuesto la ecuación [6] para el cálculo de la energía de falla de apilamiento:

$$\gamma = \frac{K_{111} \omega_0 G_{111} a}{\pi \sqrt{3}} A^{-0.37} \frac{\langle \varepsilon^2 \rangle_{111}}{\alpha} \quad (6)$$

donde  $G_{111}$  es el modulo de corte, a el parámetro de red,  $\langle \varepsilon^2 \rangle$  es la microdeformación,  $\alpha$  la probabilidad de falla de apilamiento y el valor del producto ( $K_{111} \omega_0$ ) ha sido determinado experimentalmente como 6.6 +/- 0.1 [14]. A es igual a  $2c_{44}/(c_{11}-c_{12})$ , donde  $c_{ij}$  son los módulos de elasticidad.

Por lo tanto, el presente trabajo estudia microdeformación, probabilidad de falla de apilamiento, energía de falla de apilamiento y densidad de dislocaciones mediante el análisis de difracción de rayos X, de la transformación martensítica inducida por deformación en fundiciones ADI.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Las probetas utilizadas se fabrican a partir de dos fundiciones nodulares, una sin aleantes y otra aleada con Cu, Ni y Mo, fabricadas con acero laminado de bajo contenido de manganeso. La confección de los moldes de arena tipo Y de ½ pulg., 1 pulg. y 2 pulg. se realizó según la norma ASTM A 395. La fusión de las materias primas, se realizó en un horno de inducción INDUCTOTHERM con revestimiento de alúmina monolítica La tabla 1 muestra la composición química que se obtuvo a través del análisis de espectrometría de emisión óptica a una muestra

tomada en la colada, de las fundiciones A<sub>1</sub> (sin elementos de aleación) y A<sub>2</sub> (aleada con Cu, Ni y Mo).

Tabla 1  
Composición química de las fundiciones nodulares A1 y A2 (% peso).

Aleación	Fe	C	Si	Mn	P	Mo	Mg	Cu	Ni
A <sub>1</sub>	93,55	3,49	2,42	0,403	0,018	0,104	0,012	0	0
A <sub>2</sub>	92,13	3,46	2,37	0,415	0,017	0,164	0,014	1,030	0,393

El tratamiento térmico de austemperado se realizó en tres etapas: austenizado, austemperado y templado en agua. La etapa de austenización se efectuó en un horno tubular con atmósfera controlada de argón a 910 °C, durante 80 min. El tratamiento térmico de austemperado se realizó en un horno de sales fundidas, marca HOSKINS de 240 Volts, 5 Amperes y 1500 watt, a 410 °C y tiempos variables entre 7,5 min y 90 min. Luego las probetas fueron rápidamente enfriadas en agua agitada a temperatura ambiente para detener la transformación isotérmica. Para la caracterización y análisis microestructural de las fundiciones, se cortaron probetas de cada bloque Y. Las probetas, con dimensiones de su diagonal entre 45 y 50 mm. se desbastaron con lijas 80 a 600 según la norma americana ANSI y lijas P1500 y P2000 correspondientes a la norma europea FEPA; utilizándose parafina sólida para no destruir los nódulos de grafito presentes en la matriz. Posteriormente se pulieron las probetas con paño 1, 2 y 3, utilizándose alúmina de 1 µm, 0,1 µm y 0,05 µm. El reactivo de ataque utilizado fue Nital al 2% y el tiempo de ataque fue de 12 seg.

La deformación en frío se realizó en un laminador de rodillos. El porcentaje de reducción fue de alrededor de un 2% por paso, hasta completar un 26% de deformación. En cada paso de laminación, las probetas fueron sometidas a difracción de rayos X, microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido para determinar la ocurrencia de la transformación martensítica por deformación.

La determinación cuantitativa de fases fue mediante difracción de rayos X. El equipo utilizado fue un difractómetro marca SIEMENS D500 con radiación característica de cobre y monocromador de grafito, 40 kV y 30 mA, el rango de barrido en 2 theta fue entre 40 y 110 ° con un paso de barrido de 0,02° y el tiempo de detección por paso de 10 s.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las figuras 1 a) y 1 b) muestran la evolución de DRX de los planos principales de las fases austenita y ferrita de dos probetas deformadas de fundiciones ADI, provenientes de la aleación A1 del bloque Y de 2 pulg. y de la aleación A2 del bloque Y de 0,5 pulg. respectivamente. Los números que se encuentran sobre cada perfil de difracción corresponden a los índices de Miller del plano correspondiente. Se observa en ambas figuras que a medida que las probetas fueron deformadas, los máximos de intensidad de la fase austenita van disminuyendo progresivamente, y los de ferrita aumentan su ancho medio, además en el valle que se forma entre las dos líneas de difracción de austenita y ferrita, comienza a aumentar su intensidad, indicando que bajo esta zona comienza la aparición de un nuevo máximos de intensidad que pertenece a la fase martensita inducida por deformación.

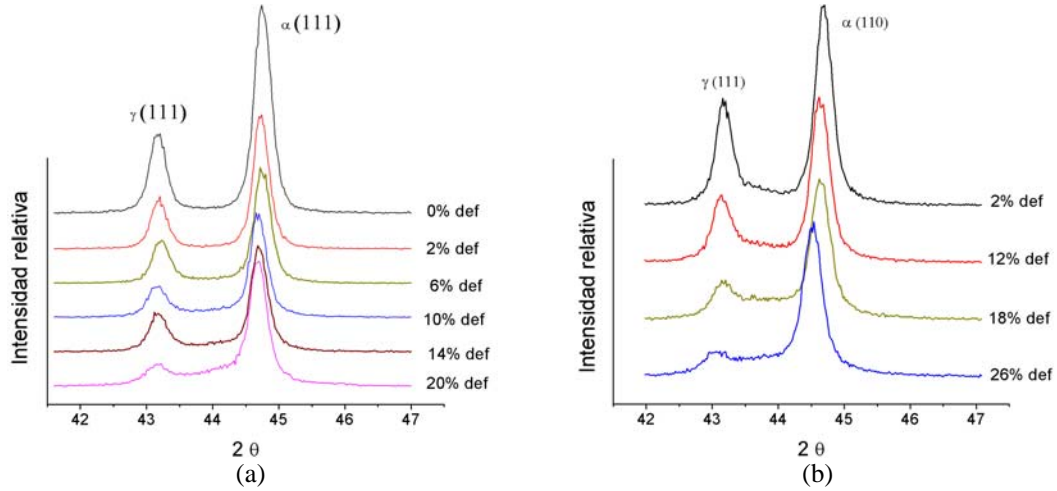


Figura 1. Cambio en los perfiles de DRX en función del porcentaje de deformación (a) Aleación ADI A1 bloque Y de 2 pulg. (b) Aleación ADI A2 bloque Y de 0,5 pulg.

La figura 2 muestra la fracción de martensita transformada en función del porcentaje de deformación de las probetas en estudio. La transformación martensítica inducida por deformación se incrementa desde 0 % a aproximadamente 25 % en volumen, cuando la deformación alcanza un 26%; sobre este porcentaje de deformación comienzan a aparecer grietas macroscópicas y se produce el quiebre de algunas probetas, especialmente las probetas con elementos de aleación. Es conocido que la adición de níquel aumenta la resistencia pero disminuye la ductilidad de las fundiciones ADI. Para las probetas provenientes de la aleación A<sub>1</sub>, con 6% de deformación, ya hay presencia de martensita detectada por difracción, y en las probetas provenientes de la aleación A<sub>2</sub>, para porcentajes de 4%.

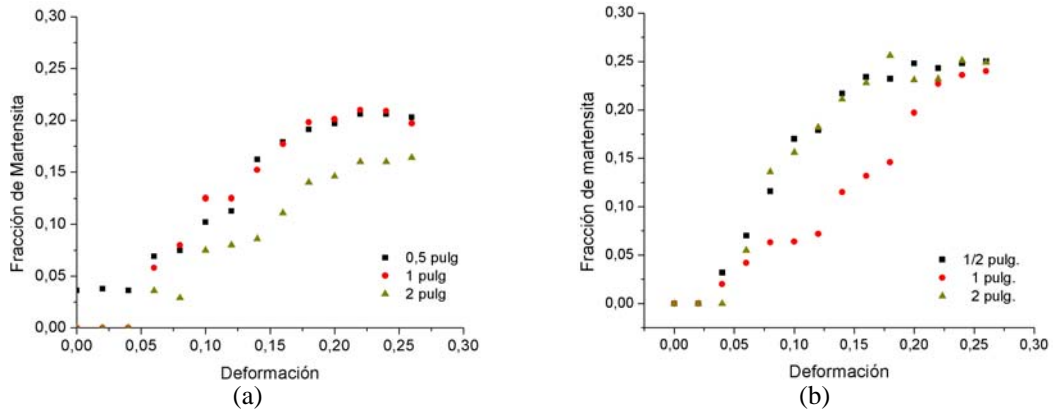


Figura 2. Variación de la fracción martensítica inducida por deformación (a) aleación A<sub>1</sub> (b) aleación A<sub>2</sub>

Mediante el análisis de difracción de rayos X, podemos correlacionar los porcentajes de martensita inducidos por deformación con la variación que experimenta la matriz de sus defectos cristalinos. En el presente trabajo se ha calculado el valor de la energía de falla de apilamiento en función del porcentaje de deformación y los resultados encontrados se muestran en la figura 3.

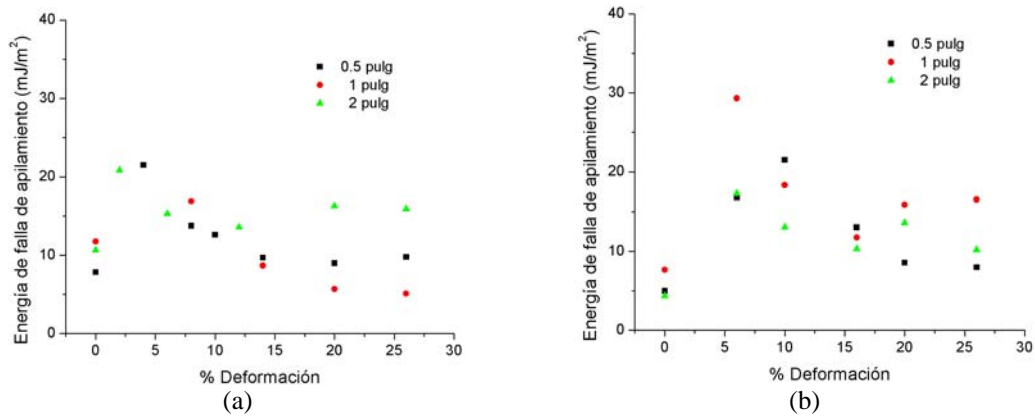


Figura 3.

Energía de falla de apilamiento en función del porcentaje de deformación  
(a) aleación A<sub>1</sub> (b) aleación A<sub>2</sub>

De la figura se observa un aumento inicial del valor de energía de falla de apilamiento, para luego disminuir con el porcentaje de deformación, esto se podría explicar considerando que inicialmente el área fallada en la matriz sin deformación es menor, al aumentar la deformación, aumenta la energía de estos sitios, favoreciendo la formación de bandas de deslizamiento en la fase austenítica, lugares propicios para la nucleación de embriones de martensita por lo tanto, una vez nucleada esta nueva fase, el área fallada entre planos compactos es mayor, lo que origina un descenso del valor de este parámetro al aumentar la deformación y por ende, el porcentaje de martensita.

La figura 4 presenta los cambios de la densidad de dislocaciones en función del porcentaje de deformación. En la grafica se observa que, para ambas aleaciones, los valores de  $\rho$  se encuentran entre  $10^{15}$  y  $10^{16}$  m/m<sup>3</sup>. Estos valores están de acuerdo con los expuestos en otros trabajos con estructuras FCC deformadas [15] y dan cuenta de la gran cantidad de deformación plástica que se origina en la fase austenítica cuando son sometidas a laminación en frío. Los valores de  $\rho$  muestran un comportamiento creciente con el aumento de la deformación, esto sugiere que no se ha alcanzado un estado de saturación de defectos cristalinos, y probablemente en este tipo de material no se logre ya que las probetas comienzan a agrietarse y no se puede seguir laminando.

También existe una fuerte relación entre el porcentaje de martensita transformada y el aumento de la densidad de dislocaciones en las probetas estudiadas, si comparamos los resultados de la figura 2 y 4, podemos notar que el aumento de la densidad de dislocaciones en la fase austenita, aumenta el porcentaje de martensita transformada.

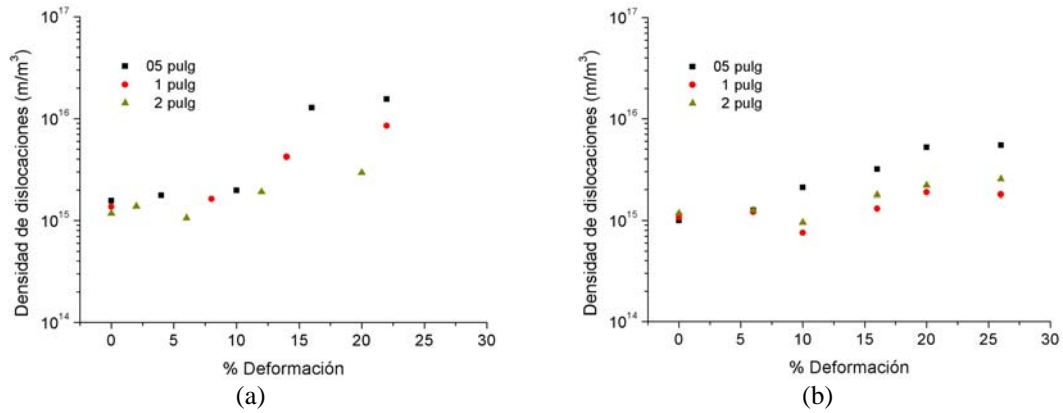


Figura 4.  
Densidad de dislocaciones en función del porcentaje de deformación  
(a) Probetas aleación A1 (b) Probetas aleación A2

Los valores de microdeformación calculados para las aleaciones en estudio, se muestran en figura 5.

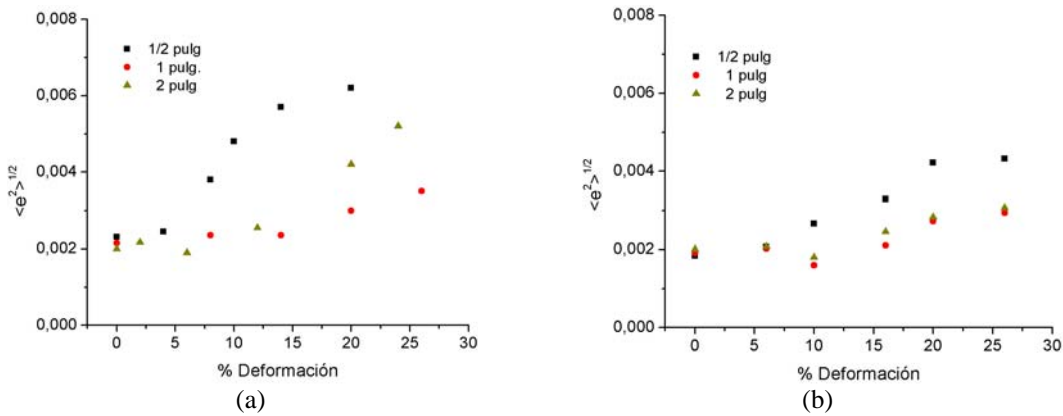


Figura 5.  
Microdeformación de probetas ADI en función del porcentaje de deformación  
(a) Probetas aleación A<sub>1</sub> (b) Probetas aleación A<sub>2</sub>

En ambas graficas, se observa que a medida que se incrementa el porcentaje de deformación de las probetas ADI, los valores de microdeformación aumentan, debido a que este término es función de la energía externa que se agrega al sistema durante la deformación. Los valores de la microdeformación se encuentran en el rango de valores de estructuras FCC fuertemente deformadas [15].

#### 4. CONCLUSIONES

- La transformación martensítica inducida por deformación se verifica en todas las probetas estudiadas. El porcentaje de martensita transformada se incrementa desde 0% a aproximadamente 25% en volumen, cuando la deformación alcanza un 26%.

- La fracción de martensita transformada muestra una estrecha relación con el aumento de la deformación y la disminución de los valores calculados de energía de falla de apilamiento.

- Los valores determinados de densidad de dislocaciones mediante el análisis del patrón de difracción de rayos X, se encuentran entre  $10^{15}$  y  $10^{16}$   $m/m^3$  para las fundiciones nodulares austemperadas en estudio. Estos valores son similares a los encontrados para el cobre deformado plásticamente.

- La microdeformación aumenta en función del porcentaje de deformación para ambas fundiciones en estudio. En los valores encontrados para este parámetro, no se observa una tendencia a un valor límite, debido a que las probetas se agrietan y no es posible seguir laminando. Los valores de la microdeformación se encuentran en el rango de valores reportados para estructuras FCC fuertemente deformadas.

## REFERENCIAS

- [1] J. R Davis, Cast Irons, ASM Specialty Handbook, 1996, ASM
- [2] K. Rundman "Austempered Ductile Iron: Striving for Continuous Improvement" Proceedings of the World Conference on Austempered Ductile Iron, Chicago, 1991
- [3] F. Lacroix y A. Pineau, "Martensitic Transformations Induced by Plastic Deformation in the Fe-Ni-Cr-C System"; Metallurgical Transactions, Vol. 3 (1972), p. 387 – 396.
- [4] H. C. Choi, T. K. Ha, H. C. Shin y Y. W. Chang, "The Formation Kinetics of Deformation Twin and Deformation Induced  $\epsilon$  - Martensite in an Austenitic Fe-C-Mn Steel" Scripta Materialia, Vol. 40 (1999), p. 1171 – 1177.
- [5] G. B. Olson y M. Cohen, "A Mechanism for the Strain-Induced Nucleation of Martensitic Transformations"; Journal of the Less-Common Metals, Vol. 28 (1972), p. 107 – 118.
- [6] V. Tsakiris y D. V. Edmonds, "Martensite and Deformation Twinning in Austenitic Steels", Materials Science and Engineering A, Vol. A 273 – 275 (1999), p. 430 – 436.
- [7] H. N. Han, C. G. Lee, C. Oh, T. Lee, S. Kim, "A Model for Deformation Behavior and Mechanically Induced Martensitic Transformation of Metastable Austenitic Steel", Acta Materialia, Vol. 52 (2004), p. 5203 – 5214.
- [8] B. D. Cullity, Elements of X-ray Diffraction, Addison-Wesley Publishing, 1972.
- [9] G.K. Williamson y W.H. May, Acta Metall. Vol.1 (1953) p. 22.
- [10] R.L. Snyder, J. Fiala y H.J. Bunge, Defect and Microstructure Analysis by Diffraction. IUCr, Oxford University Press Inc., 1999
- [11] R. Adler, H. Otte y C. Wagner, Met Trans. Vol. 1 (1970) p. 2.375-2.382
- [12] G.K. Williamson, W.H. May. "X-Ray Line Broadening From Filled Aluminium and Wolfram"; Acta Metallurgica, Vol. 1 (1953), p. 22
- [13] R. Adler y H. Otte, Materials Science and Engineering, , Vol. 1 (1966), p. 222
- [14] R. Adler, H. Otte y C. Wagner, "Determination of Dislocation Density and Stacking Fault Probability from X-Ray Powder Pattern Peak Profiles"; Metallurgical Transactions A, Vol.1 (1970) p. 2375 - 2382.
- [15] T. Ungar, S. Ott, G. Sanders, A. Borbely y J. R. Weertman, Acta Mater. Vol 46 (1998), p. 3.693 – 3.699.