



**Universidad Autónoma de San Luis Potosí**  
**Facultad de Ingeniería**  
**Centro de Investigación y Estudios de Posgrado**

**Influencia de la deformación plástica severa en la  
microestructura de hierro nodular durante la austenitización  
y austemperizado.**

**T E S I S**

Que para obtener el grado de:  
Maestro en Metalurgia e Ingeniería de Materiales

Presenta:  
Ing. Carlos David López Díaz

Asesor:  
Dr. José Luis Hernández Rivera

Coasesor:  
Dr. Jorge García Rocha

San Luis Potosí, S. L. P.

Febrero de 2019



## **Dedicatoria.**

Este trabajo se lo dedico a mis padres, Socorro Díaz López y Francisco López López, como muestra de agradecimiento por todo el apoyo emocional y económico que me han brindado durante todos mis años de estudiante.

## **Agradecimientos.**

Le agradezco al Dr. José Luis Hernández Rivera por la oportunidad de realizar este trabajo bajo su dirección y al Dr. Jorge García Rocha como coasesor, por sus regaños, paciencia y ayuda para entender algunos tópicos. Y al Dr. José de Jesús Cruz Rivera por su ayuda durante algunas pruebas y la aportación de ideas para el desarrollo experimental y redacción de la presente tesis.

Agradezco a los siguientes técnicos y amigos de los diferentes laboratorios y talleres por ayudarme a realizar algunas pruebas y por hacer o reparar el herramental que se utilizó para esta tesis:

- M. M. I. M. Rosa Lina Tovar Tovar.
- L. Q. Claudia Hernández Galván.
- Francisco Núñez Ruiz.
- José de Jesús Flores Valdez.
- Alfredo Ruiz Prado.
- Edgar David Palma Elvira.

## INDICE.

	Paginas
Índice de figuras	iii
Resumen	vi
Abstract	vii
Introducción	vii
Capitulo 1. Efectos de la deformación plástica y los tratamientos intercríticos en las fundiciones de hierro.	1
1.1. Hierro nodular.....	2
1.1.1. Aplicaciones de los hierros nodulares.....	2
1.2. Tratamientos térmicos de hierros nodulares.....	3
1.2.1. Austemperizado.....	3
1.2.2. Austemperizado intercrítico.....	6
1.3. Microestructura de los hierros nodulares austemperizados.....	6
1.3.1. Bainita superior.....	7
1.3.2. Bainita inferior.....	7
1.4. Estabilización mecánica de la austenita y bainita.....	8
1.5. Extrusión en canal angular constante (ECAP).....	12
1.6. Deformación plástica de hierros nodulares.....	13
1.7. Efecto de la deformación plástica en la microestructura de aceros previa a la austenitización intercrítica.....	16
Capitulo 2. Procesamiento y caracterización de la microestructura del hierro nodular en distintas etapas	20
2.1. Caracterización de materia prima.....	21
2.2. Proceso de extrusión en canal angular constante para el hierro nodular.....	22
2.3. Determinación de la región intercrítica del hierro nodular.....	23
2.4. Preparación metalográfica para el hierro nodular.....	24
2.5. Tratamiento de austemperizado.....	25
2.6. Caracterización de muestras austemperizadas mediante difracción de rayos X.....	25
2.7. Caracterización de hierro nodular deformado por ECAP, con recocido intercrítico y austemperizado.....	27
2.8. Evaluación de la microdureza de hierro nodular.....	28
Capitulo 3. Discusión de los efectos de la deformación severa sobre los tratamientos de austenitización intercrítica y austemperizado.....	29

3.1. Análisis de materia prima.....	30
3.2. Deformación de hierro nodular mediante extrusión en canal angular constante.....	32
3.2.1. Deformación con 1 paso por ECAP.....	33
3.2.2. Deformación con 3 pasos por ECAP. ....	37
3.2.3. Endurecimiento provocado por la deformación severa. ....	40
3.3. Recocido intercrítico de hierro nodular. ....	41
3.4. Tratamiento de austemperizado en las muestras sin deformación, con 1 y 3 pasos por ECAP. .....	50
3.4.1. Austemperizado a 3 minutos.....	50
3.4.2. Austemperizado a 15 minutos.....	51
3.4.3. Austemperizado a 45 minutos.....	53
3.5. Cuantificación de austenita retenida por medio de DRX. ....	54
3.6. Microdurezas de las muestras austemperizadas. ....	57
Conclusiones. ....	59
Referencias.....	60
Anexo I. Cuantificación del tamaño de subgranos de muestras con 1P y con 3P por ECAP. ....	64
Anexo II. Cuantificación de fracción volumétrica de austenita y ferrita en el recocido intercrítico de las muestras SD, con 1P y con 3P por ECAP.....	65
Anexo III. Cuantificación de fracción volumétrica de nódulos. ....	67

## Índice de figuras.

Fig. 1.1. a) Esquema del diagrama Fe-C-2.5%Si [6] y b) ciclo térmico de austemperizado [7].	4
Fig. 1.2. Microestructura de hierro nodular austenitizada a 900 °C por 90 min. y austemperizada a 360 °C por 90 min. [8].	4
Fig. 1.3. Microestructura de hierro nodular austemperizado con matriz doble. Áustenitizada a 815 °C por 20 min. y austemperizada por 120 min. [8].	6
Fig. 1.4. Ilustración esquemática de la morfología de los racimos de bainita ( $\alpha_{\text{acicular}}$ ) [11].	7
Fig. 1.5. Mecanismo de formación de la bainita superior e inferior [11].	8
Fig. 1.6- Grafica de temperatura contra tiempo de muestras laminadas en caliente que experimentan transformación bainítica durante el enfriamiento.	9
Fig. 1.7. El efecto de la austenita deformada en la cinética de la reacción de bainítica en una aleación de Fe-0.59C-2.01Si-1.02Mn% en peso.	10
Fig. 1.8. Microestructura de un acero bainítico con ausforming en la cual se observa una alineación de los racimos de bainita en los granos de austenita [13].	10
Fig. 1.9. Dilatación radial durante la transformación isotérmica de bainita en función del tiempo y la deformación previa (deformación de la austenita antes de la transformación); los valores de la deformación previa se indican junto a las curvas.	12
Fig. 1.10. a) Esquema del proceso ECAP [14], b) plano de corte dentro del dado [15] y c) diferentes ángulos entre canales del proceso ECAP [15].	14
Fig. 1.11. Rutas de ECAP [14].	14
Fig. 1.12. Proceso de deformación plástica severa desarrollado por Zhao et al. [18]: a) esquema del proceso compresión de cilindro cubierto y b) modelo de deformación del grafito en el proceso CCC visto desde la dirección de compresión.	15
Fig. 1.13. Imágenes de hierro gris comprimido con el proceso CCC; a) sin deformación, b) con 45%, c) 60 y 80% de deformación [19].	16
Fig. 1.14. Dureza Vickers vs tiempo de recocido para una microestructura ferrita-martensita deformada hasta 80% y recocida a 740, 770 y 800 °C [23].	17
Fig. 1.15. Esquema del proceso corrugado de ranura restringida.	18
Fig. 1.16. Relación entre la transformación de fase y la recristalización al recocer en la región intercrítica a altas velocidades de calentamiento [25].	19
Fig. 2.1. Diagrama de flujo de la metodología experimental seguida durante el presente trabajo.	21
Fig. 2.2. Barras de hierro nodular usadas para esta investigación.	21
Fig. 2.3. Microscopio OLYMPUS con analizador de imagen Stream Essentials.	22
Fig. 2.4. Herramental utilizado para ECAP. A) esquema del dado de ECAP, b) dado para ECAP, c) resistencia, d) resistencia cubierta con lana refractaria y e) punzón.	22
Fig. 2.5. Probetas maquinadas para ECAP.	23
Fig. 2.6. Probetas extruidas con IP por ECAP a diferentes temperaturas.	23
Fig. 2.7. Diagrama de fases calculado por el software Thermo-Calc donde $A_1$ y $A_2$ representan elementos puros (Fe) con estructura cubica FCC y BCC respectivamente, según la nomenclatura cristalográfica de Strukturbëricht [26].	24
Fig. 2.8. Zona donde se tomaron muestras para analizar por microscopia óptica, electrónica y difracción de rayos X.	25
Fig. 2.9. Equipo utilizado para el tratamiento de austemperizado.	25

Fig. 2.10. Difractómetro de rayos X RIGAKU.....	26
Fig. 2.11. Microscopio electrónico de barrido JEOL.....	28
Fig. 2.12. Microdurómetro SHIMADZU.....	28
Fig. 3.1. Microestructura de la materia prima; a) microestructura de hierro nodular 100% ferrítico y b) ejemplo de la determinación del tamaño de grano por el método de intercepción circular.....	30
Fig. 3.2. Ejemplo de uno de los campos que se tomó para el procesamiento de imágenes realizado con el software Stream Essentials para determinar la fracción volumétrica de nódulos. ....	31
Fig. 3.3. Carburos presentes en el HN utilizado en este trabajo a) micrografía en la que se observa la presencia de carburos (puntos blancos) y b) espectrograma realizado en el carburo indicado en a). ....	31
Fig. 3.4. Efecto de la deformación por ECAP en los granos de ferrita y nodulos; a) sin deformación, b) con 1P y c) con 3P. ....	33
Fig. 3.5. Micrografía tomada con MEB de la muestra con 1 paso por ECAP. ....	34
Fig. 3.6. Presencia de subgranos de ferrita en la muestra con 1P de ECAP. ....	34
Fig. 3.7. Formación de subgranos a partir de dislocaciones o poligonización: a) Disposición aleatoria de exceso de dislocaciones paralelas de borde, b) alineación en paredes de dislocación. ....	35
Fig. 3.8. Muestras deformadas con 1P de ECAP: a) microestructura con morfología de tipo corte de obsidiana y b) bandas de deformación. ....	37
Fig. 3.9. Micrografía obtenida con MEB de la muestra con 3 pasos por ECAP.....	38
Fig. 3.10. Microestructura de la muestra con 3 pasos por ECAP: a) ausencia de bandas de deformación en el interior de los granos de ferrita y b) la presencia de subgranos de ferrita. ....	39
Fig. 3.11. Diferencias entre la cantidad de subgranos formados entre las muestras con 1P de ECAP y 3P de ECAP: a) y b) muestras con 1P de ECAP y c) y d) muestras con 3P de ECAP. ....	40
Fig. 3.12. Microdurezas de muestras con 0, 1 y 3 pasos por ECAP sin recocido intercrítico. ....	41
Fig. 3.13. Diagrama de fases para la estimación de la temperatura de recocido intercrítico para obtener 65% de austenita, a) diagrama de fases Fe-C-Si y b) diagrama de propiedades.....	42
Fig. 3.14. Ejemplo de uno de los campos que se tomaron para la cuantificación de fases de muestra SD: a) microestructura obtenida en el recocido intercrítico a 805 °C por 1 hora, templada en agua a temperatura ambiente y atacada con nital al 2% y b) imagen procesada con el analizador de imagen del software Stream Essentials para la cuantificación de fases.....	43
Fig. 3.15. Microestructuras de muestras deformadas, recocidas a 805 °C y templadas en agua a temperatura ambiente junto con sus respectivas imágenes, procesadas con el analizador de imagen Stream Essentials para la cuantificación de fases; a), b) con 1P de ECAP y c) y d) con 3P de ECAP. ....	45
Fig. 3.16. Micrografías en las que se observa el inicio del crecimiento de austenita en el límite de grano de ferrita durante el recocido intercrítico a un tiempo corto (805 °C por 5 minutos); a) SD, b) con 1P de ECAP y c) con 3P de ECAP.....	47
Fig. 3.17. Microestructuras de muestras con 1 paso por ECAP y con 1 hora de recocido intercrítico en las que se observan zonas de crecimiento heterogéneo de martensita (austenita). ....	48
Fig. 3.18. Microestructuras de muestras con 3 pasos por ECAP y con recocido intercrítico en las que se observan intercaras ortogonales y rectas.....	49
Fig. 3.19. Microestructuras de muestras austemperizadas 3 min. a) SD, b) con 1P y c) 3P por ECAP. ....	51
Fig. 3.20. Microestructuras de muestras austemperizadas 15 min. a) SD, b) con 1P y c) con 3P por ECAP.....	52

Fig. 3.21. Microestructuras de muestras austemperizadas 45 min. a) SD, b) con 1P y c) con 3P por ECAP.....	54
Fig. 3.22. Porcentaje de austenita retenida en las diferentes condiciones del tratamiento de austemperizado determinada mediante el método de comparación directa. ....	55
Fig. 3.23. Difractograma de muestras austemperizadas sin deformación.....	56
Fig. 3.24. Difractograma de muestras austemperizadas con 1P por ECAP. ....	56
Fig. 3.25. Difractograma de muestras austemperizadas con 3P por ECAP. ....	57
Fig. 3.26. Microdurezas de muestras austemperizadas a diferentes tiempos SD, con 1P y 3P por ECAP.....	58



## RESUMEN.

En este trabajo se deformó severamente un hierro nodular con matriz ferrítica por extrusión en canal angular constante (ECAP, por sus siglas en el idioma inglés, *Equal Channel Angular Pressing*) con un ángulo entre canales de  $120^\circ$  y a una temperatura de  $500^\circ\text{C}$ , con 0, 1 y 3 pasos mediante la ruta C, para posteriormente aplicarle un tratamiento térmico de recocido intercrítico y austemperizado. Se evaluó el endurecimiento provocado por la deformación en los granos de ferrita y su influencia en el recocido intercrítico (a  $805^\circ\text{C}$  por 1h) por medio de microscopía electrónica de barrido. Se obtuvo un tamaño de grano de  $17.2\ \mu\text{m}$ ,  $1.91 \pm 1.2\ \mu\text{m}$  y  $1.52 \pm 0.59\ \mu\text{m}$  para las muestras con 0, 1 y 3 pasos de ECAP respectivamente. La etapa de austemperizado se realizó a  $300^\circ\text{C}$  por diferentes tiempos (3, 15 y 45 min.) y se cuantificó la cantidad de austenita retenida para las muestras con 0, 1 y 3 pasos de ECAP por medio de difracción de rayos X. En las 3 condiciones de austemperizado, se observó que la fracción volumétrica de austenita retenida aumenta con el incremento del tiempo de austemperizado, pero la fracción volumétrica de austenita retenida en la muestra con 1 paso por ECAP fue menor que la muestra de 0 pasos, esto se atribuyó a que el efecto de la deformación, estabiliza mecánicamente a la austenita retenida, evitando que transforme a ausferrita. Lo anterior no fue evidente en la muestra con 3 pasos debido a que el austemperizado se inició con una mayor cantidad de austenita formada durante el recocido intercrítico.

## ABSTRACT.

In this work, a nodular iron with a ferritic matrix was severely deformed by constant angular channel pressing (ECAP), with an angle between channels of  $120^\circ$ , the process was carried out at  $500^\circ\text{C}$ , with 0, 1 and 3 passes, after the deformation it was applied an intercritical austenitizing heat treatment. The hardening suffered by the ferrite grains ought to the plastic deformation and its influence on the intercritical annealing (at  $805^\circ\text{C}$  for 1 h) was evaluated by means of electron scanning microscopy. It was obtained an average grain size of  $17.2\ \mu\text{m}$ ,  $1.91 \pm 1.2\ \mu\text{m}$  and  $1.52 \pm 0.59\ \mu\text{m}$  for the samples with 0, 1 and 3 steps of ECAP respectively. The austempering process was carried out at  $300^\circ\text{C}$  for different times (3, 15 and 45 min.) and the amount of retained austenite was quantified for the samples with 0, 1 and 3 steps of ECAP by means of X-ray diffraction. In the 3 austempering conditions, it was observed that the volume fraction of retained austenite increases with the increase of austempering time, but the volume fraction of retained austenite in the sample with 1 pass of ECAP was lower than the sample of 0 passes, this effect was attributed to the deformation effect that mechanically stabilizes the retained austenite preventing it from transforming to ausferrite. The above was not evident in the sample with 3 passes because the austempering began with a greater amount of austenite formed during the intercritical annealing.

## INTRODUCCIÓN.

Los hierros nodulares (*HN*) o dúctiles fueron desarrollados al final de la década de los 40's y desde entonces han sido utilizados en una gran variedad de aplicaciones, debido a su alta resistencia a la fricción, propiedad que es otorgada por la presencia de nódulos de grafito además de una densidad 10% menor que la del acero.

Con el paso de los años se han desarrollado tratamientos térmicos para mejorar las propiedades mecánicas de los hierros nodulares. Uno de esos tratamientos es el *austemperizado de hierro nodular*, que consta de dos etapas: en la primera se hace un tratamiento de austenitizado y en la segunda un tratamiento de austemperizado, el cual aumenta la resistencia a la tensión y el límite elástico entre 700 -1600 MPa y 360 -1400 MPa respectivamente, sin embargo, el % de elongación disminuye de 18% a 3%, para matrices 100% ferrítica y 100 % ausferrítica, respectivamente. Esto último depende de las condiciones del tratamiento térmico y de la composición química.

Para aumentar la elongación y la tenacidad se ha propuesto el tratamiento térmico de *austemperizado intercrítico*, en el cual la etapa de austenitizado, se realiza en la región intercrítica del hierro nodular, con lo cual la matriz está compuesta por ferrita y austenita. Esta última transformará a ausferrita en la etapa de austemperizado y la ferrita se mantendrá sin transformar lo que le dará al hierro nodular un mayor % de elongación y tenacidad. A los HN con este tratamiento se les conoce como *hierros nodulares austemperizados con matriz doble* y son ampliamente utilizados en la industria automotriz en partes de la suspensión que requieren una buena combinación de resistencia y ductilidad, en engranes de la transmisión y en tambores de frenos.

Para darles la forma final a los HN comúnmente se llevan a cabo procesos de maquinado, ya que por su alta resistencia y limitada ductilidad no pueden ser sometidos a procesos de conformado mecánico (como laminación, extrusión, embutido, etc.) y se tendrían que utilizar prensas de gran tonelaje, lo que aumentaría el costo de producción. Existen escasas investigaciones en las cuales se ha deformado plásticamente un HN por compresión severa pero no por extrusión en canal angular constante, *ECAP*, lo que resulta en un tópico interesante de estudio para conocer los cambios microestructurales durante este proceso, así como su efecto en el tratamiento térmico de austemperizado posterior.

### Objetivo.

El objetivo principal de este trabajo es deformar severamente un HN con matriz ferrítica por el proceso ECAP y evaluar su efecto en los cambios microestructurales durante el austemperizado intercítico. Para esto, es necesario establecer las condiciones a las cuales se puede deformar el HN por extrusión en canal angular constante, ya que este proceso de deformación severa no se ha aplicado nunca en fundiciones de hierro. Posterior a ello, será necesario determinar la región intercítica del HN utilizando el software THERMOCALC, que es un software de simulación termodinámica. Por último, se establecerán las condiciones del tratamiento térmico de austemperizado intercítico basado en las condiciones y resultados que obtuvieron otros investigadores en trabajos similares (sin incluir deformación de HN). La Fig. I muestra el ciclo térmico que se llevó a cabo para este trabajo.

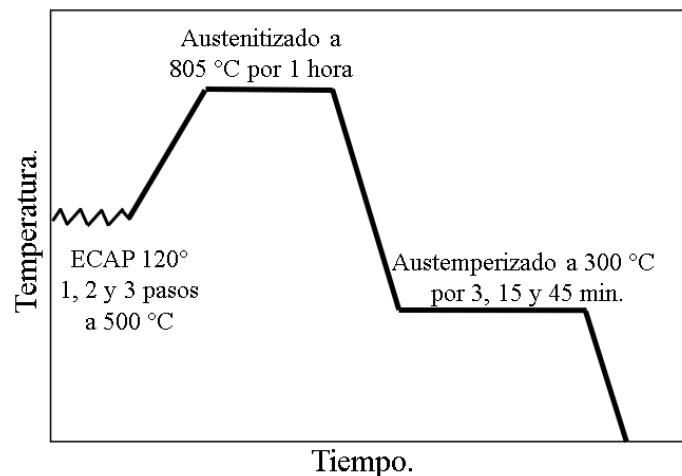


Fig. I. Ciclo térmico llevado a cabo para este trabajo.

### Hipótesis.

Al deformar un HN por extrusión en canal angular constante, se crearán defectos cristalinos, los cuales durante el recocido intercítico servirán como sitios preferenciales de nucleación y crecimiento de granos más finos de austenita, en comparación con los granos de ferrita iniciales (antes de la deformación). Estos granos de austenita, al ser más finos (menores a  $2\mu\text{m}$ ), transformaran a ausferrita fina durante el tratamiento de austemperizado, propiciando que las propiedades mecánicas aumenten.

### Justificación.

Típicamente los HN no han sido sometidos a procesos de deformación plástica convencionales ni tampoco de tipo deformación severa debido a su ductilidad limitada, sin embargo la aplicación de éstos últimos en los que predominan las condiciones hidrostáticas de esfuerzos, como lo es la extrusión en canal angular constante, además de la ventaja de preservar intacta la geometría de la pieza deformada, incentivan la investigación en el tratamiento térmico de austemperizado con la finalidad de refinar la microestructura resultante debido a la alta cantidad de defectos introducidos durante la deformación.

**Capitulo 1. Efectos de la  
deformación plástica y los  
tratamientos intercríticos en las  
fundiciones de hierro.**

## 1.1. Hierro nodular.

El *hierro nodular* (HN, también llamado hierro dúctil) fue desarrollado en Inglaterra por H. Morrogh en 1947 y en Estados Unidos por A. P. Gagnebin en 1948. Desde entonces, ha sido utilizado ampliamente en la industria reemplazando a las fundiciones de hierro de alto grado con resistencia a la tensión cercana a 300 MPa y a fundiciones de acero [1].

Un número importante de aplicaciones del HN han sido desarrollados debido a su buena ductilidad, pero su ventaja de diseño más importante ha sido su alto módulo elástico y su alta resistencia. Su límite elástico puede variar de 276 a 690 MPa (40,000 a 100,000 psi) y su ductilidad puede ser aumentada más de 18% cuando se recoce. La mayoría de las aplicaciones del hierro nodular han sido diseñadas para aprovechar sus excelentes propiedades mecánicas, fundibilidad, maquinabilidad y resistencia a la corrosión [1].

La norma ASTM (por sus siglas en el idioma inglés, *American Society for Testing Materials*) A 536 clasifica a los hierros nodulares en cinco grados, Tabla 1.1, los cuales difieren principalmente en las fases de la matriz que contiene el grafito esferoidal. Dichas diferencias son el resultado de la diversidad en composición química, velocidad de enfriamiento y/o de algún tratamiento térmico [2].

Tabla 1.1. Grados de hierro nodular según la ASTM A 536 [2].

Grado	Resistencia mínima a la tensión, MPa (psi)	Límite elástico mínimo, MPa (psi)	Porcentaje de elongación	Dureza Brinell *	Microestructura de la matriz *
60-40-18 (1)	414 (60,000)	276 (40,000)	18	149-187	Ferrítica
65-45-12 (2)	448 (65,000)	310 (45,000)	12	170-207	Ferrítica-perlítica
80-55-06 (2)	552 (80,000)	379 (55,000)	6	187-255	Perlítica-ferrítica
100-70-03 (3)	689 (100,000)	483 (70,000)	3	217-269	Perlítica
120-90-02 (4)	828 (120,000)	621 (90,000)	2	240-300	Martensita revenida

\* no especificado en la ASTM A 536

(1) puede ser recocido después de la fundición.

(2) generalmente se obtiene como fundición.

(3) se puede obtener por tratamiento térmico de normalizado.

(4) templado en aceite y revenido.

### 1.1.1. Aplicaciones de los hierros nodulares.

Algunas aplicaciones típicas de los HN son [3]:

- Industria automotriz: Cigüeñales, cabezas de motores de automóviles, pistones y cabezas de cilindros para automóviles, colectores para motores de combustión interna y motores diésel.
- En acerías: rodillos de trabajo, puertas para hornos, rodetes de mesa y cojinetes.

- Herramientas: llaves para tuercas, palancas, manivelas, marcos de sujeción y chucks.
- Diversos troqueles para formado de acero, aluminio, bronce, latón y titanio.

## 1.2. Tratamientos térmicos de hierros nodulares.

A pesar de las buenas propiedades mecánicas alcanzadas por los distintos grados de HN mostradas en la Tabla 1, éstas se han intentado mejorar por medio de tratamientos térmicos como el austemperizado y sus variantes como el austemperizado convencional y el austemperizado intercrítico para aplicaciones en los que los requerimientos de resistencia, tenacidad y ductilidad son mayores. A continuación, se describen cada uno de dichos tratamientos

### 1.2.1. Austemperizado.

El tratamiento térmico de austemperizado (también llamado austemperizado convencional) consiste en dos etapas: austenitizado y austemperizado. En la etapa de austenitizado el HN se calienta en la región donde coexisten la austenita y el grafito ( $\gamma + \text{Gr}$ , ver Fig. 1.1a), hasta crear una matriz completamente austenítica [4]. Posteriormente, se temple hasta la temperatura de austemperizado, comprendida entre 260 y 380°C dependiendo de la composición química del HN y de las propiedades microestructurales y mecánicas que se deseen obtener. Durante el austemperizado ocurren las siguientes reacciones (ver Fig. 1.1b.) [5].



En la primera reacción la *austenita* ( $\gamma$ ) se descompone en *ferrita acicular* ( $\alpha_{\text{acicular}}$ ) y *austenita con alto carbono* ( $\gamma_{\text{AC}}$ ), dicha microestructura es conocida como *ausferrita*. En la segunda reacción la  $\gamma_{\text{AC}}$  se descompone en  $\alpha_{\text{acicular}}$  y carburos [5], esta segunda reacción es indeseable, ya que la formación de carburos perjudica las propiedades mecánicas. Por esta razón, las mejores propiedades mecánicas se obtienen al final de la primera reacción y antes del inicio de la segunda reacción, a este período de tiempo se le conoce como *ventana de proceso* y se puede expandir con la adición de elementos gamagenos como Mo, Cu y Ni [4]. Para determinar las propiedades mecánicas finales de los *hierros nodulares austemperizados* (HNA) se debe controlar la fracción volumétrica de ausferrita, ajustando la temperatura y tiempo de austemperizado [4].

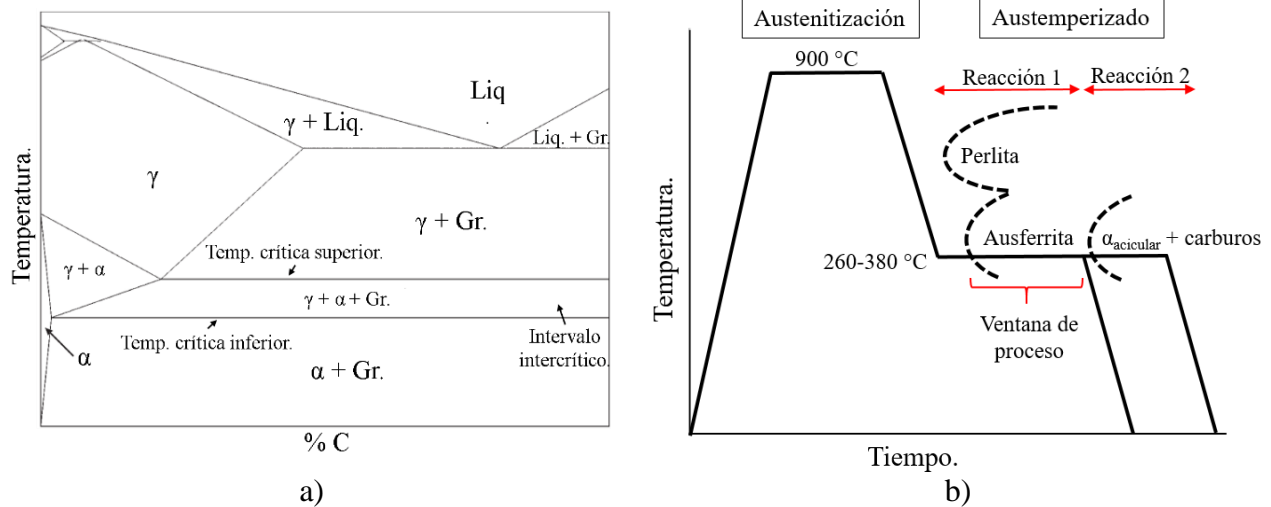


Fig. 1.1. a) Esquema del diagrama Fe-C-2.5%Si [6] y b) ciclo térmico de austemperizado [7].

Con este tratamiento se obtienen microestructuras como la mostrada en la Fig. 1.2a, en la cual se pueden apreciar  $\alpha_{\text{acicular}}$  (zonas grises) +  $\gamma_{\text{AC}}$  (zonas blancas) y martensita ( $\alpha'$ ). En ocasiones, debido a que el tiempo de austemperizado no es el adecuado, es decir, el temple hasta la temperatura ambiente se lleva a cabo mucho antes del término de la reacción I, la austenita no alcanza un enriquecimiento de carbono adecuado (entre 1.7 y 2.2% C) provocando que sea inestable térmica y mecánicamente, transformándose a martensita durante el temple o mediante una deformación.

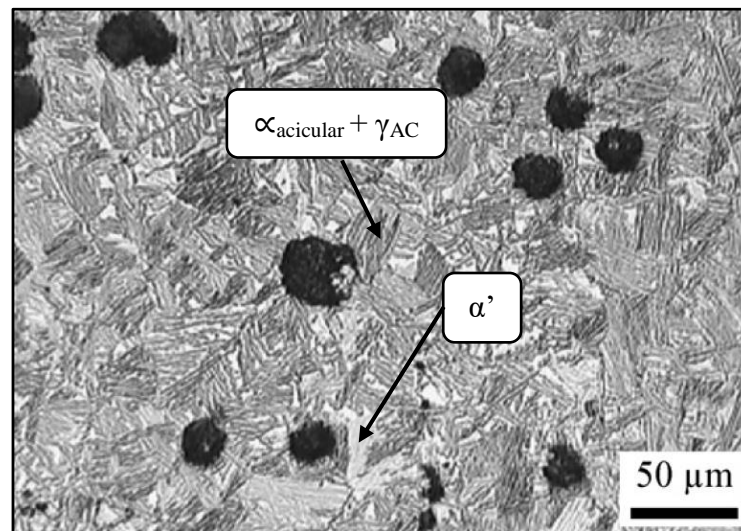


Fig. 1.2. Microestructura de hierro nodular austenitizada a 900 °C por 90 min. y austemperizada a 360 °C por 90 min. [8].

La Tabla 1.2 enlista los 5 grados de HNA según la ASTM.

Tabla 1.2. Grados de HNA según el estándar ASTM (A897M-90) [3].

Grado	Resistencia a la tensión, MPa	Limite elástico, MPa	Elongación, %*	Energía de impacto, J	Dureza, BHN
850-550-10	850	550	10	100	269-321
1050-700-07	1050	700	7	80	302-363
1200-850-04	1200	850	4	60	341-444
1400-1100-01	1400	1100	1	35	388-477
1600-1300-00	1600	1300	-	-	444-555

\* valores mínimos.

### ***1.2.1.1. Aplicaciones de los hierros dúctiles austemperizados.***

Antes de hablar de algunas aplicaciones de los HDA recordaremos algunas características físicas que, combinadas con sus propiedades mecánicas, abren el mercado de este material para diferentes industrias, pero especialmente la automotriz [6].

1. Buena capacidad de fundición y de producción de piezas de fundición.
2. Es 10% menos denso que el acero.
3. Absorben de 2 a 5 veces más energía de impacto que el acero, reduciendo el nivel del ruido alrededor de 8-10 decibeles en cajas de engranes.

La combinación de esas características con las resultantes del proceso de austemperizado crea una familia de HDA que pueden competir con aceros forjados e incluso con partes de aluminio, no solo en el rendimiento mecánico sino también en el costo de producción. Ejemplos de algunas aplicaciones son [6]:

- Industria automotriz: cigüeñales, árboles de levas, engranajes para motores de diésel, partes de engranajes, etc.
- Camiones pesados: muelles de suspensión, placas de perno en "U", pasadores de pivote, placas de clip, bielas de conexión, soportes de motor, engranajes, etc.
- Vías férreas: tapas superiores y laterales, soportes de la nariz del motor, brazos pick-up, abrazaderas de riel, componentes de suspensión, etc.
- Minería: piñones, cadenas, guías de cadena, tendencias de riel, placas de desgaste, etc.
- Bombas y compresores: impulsores, cuerpos de válvulas, carcasas de compresores, engranajes, cabezales de perforación, etc.
- Equipamiento de construcción: guías de riel, cilindros hidráulicos, protectores contra rocas, cubiertas de pasadores, dientes de retroexcavadora, engranajes de transmisión circular, tapas de cojinetes, brazos de soporte, etc.



### 1.2.2. Austemperizado intercrítico.

Los HN que son sometidos a este tratamiento se les conoce como *hierros nodulares austemperizados con matriz doble* (HNAMD). Con este tratamiento se puede obtener una microestructura compuesta de ausferrita ( $\gamma_{AC} + \alpha_{\text{acicular}}$ ) y *ferrita primaria* ( $\alpha_P$ , ver Fig. 1.3), de ahí el nombre de matriz doble. Para producir estos hierros, la etapa de austenitizado se realiza en la región intercrítica del diagrama de fases (ver Fig. 1.1a), es decir, donde coexisten la ferrita, la austenita y el grafito ( $\alpha_P$ ,  $\gamma$  y Gr). La fracción volumétrica obtenida de ferrita primaria y austenita dependerá de la temperatura de austenitizado. Si se desea obtener una fracción volumétrica mayor de ferrita primaria se debe austenitizar a temperaturas ligeramente superiores a la *temperatura crítica inferior* ( $T_{CI}$ , ver Fig. 1.1a), y si se desea obtener una mayor fracción volumétrica de austenita se debe de austenitizar a temperaturas cercanas a la *temperatura crítica superior* ( $T_{CS}$ , ver Fig. 1.1a). La austenita obtenida en la etapa de austenitizado transformara a ausferrita en el tratamiento de austemperizado de la misma manera que en los tratamientos anteriores. Con este tratamiento, en comparación con el tratamiento de austemperizado convencional, se puede aumentar la elongación hasta 28% pero la resistencia a la tensión y el límite elástico pueden disminuir hasta 440.5 y 306.3 MPa respectivamente [7].

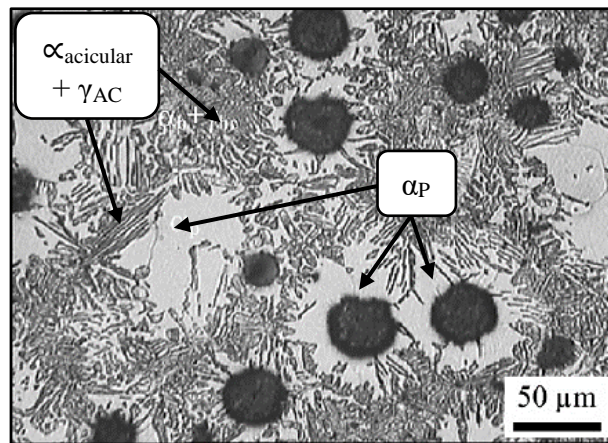


Fig. 1.3. Microestructura de hierro nodular austemperizado con matriz doble. Áustenitizada a 815 °C por 20 min. y austemperizada por 120 min. [8].

### 1.3. Microestructura de los hierros nodulares austemperizados.

La microestructura que optimiza la ductilidad de los hierros dúctiles austemperizados es una mezcla de ferrita acicular y austenita (ausferrita) con alto carbono, como se mencionó en el apartado 1.2.1. Además, se pueden tener otros constituyentes que reducen la ductilidad como la martensita, perlita y carburos (principalmente la cementita,  $\text{Fe}_3\text{C}$ ) [6].

La  $\alpha_{\text{acicular}}$  es muy similar a la bainita ya que, la transformación de la  $\alpha_{\text{acicular}}$  ocurre por debajo de la temperatura  $B_s$  (*inicio de la bainita* por su traducción del idioma inglés de *Bainite start*), la transformación exhibe un fenómeno de reacción incompleta, el crecimiento de la  $\alpha_{\text{acicular}}$  provoca una deformación de forma que se caracteriza como un plano invariante de deformación con una componente de corte, lo que lleva a una energía almacenada de aproximadamente  $400 \text{ J mol}^{-1}$ , que es similar a la de la bainita. Al igual que la bainita, la  $\alpha_{\text{acicular}}$  siempre tiene una relación de orientación

cristalográfica bien definida con el grano austenítico en el que crece, y de hecho, está restringida para crecer en ese grano, porque el movimiento coordinado de los átomos no puede pasar a través de un límite de grano. No hay partición de elementos de aleación sustitucionales. Por lo tanto, se espera que la transformación a  $\alpha_{\text{acicular}}$ , como la de la bainita, pueda verse afectada por el esfuerzo elástico y por la deformación plástica de la austenita. Por estas razones, en las siguientes secciones se explicaran las características de la bainita por su similitud con la  $\alpha_{\text{acicular}}$  para una mayor comprensión de su formación [8].

### 1.3.1. *Bainita superior.*

La bainita superior consiste en placas finas de ferrita las cuales tienen un espesor de  $2\mu\text{m}$  y una longitud de  $10\mu\text{m}$ . La bainita nuclea y crece preferentemente en los límites de grano de la austenita, y lo hace en agrupamientos de placas delgadas con morfología lenticular a las cuales se les conoce como racimos, y a las placas dentro de los racimos se les conoce como sub-unidades (Fig. 1.4, en el caso de la ausferrita los racimos y las sub-unidades sería la  $\alpha_{\text{acicular}}$ ). Cada sub-unidad es paralela a la otra con orientaciones cristalográficas idénticas y con un plano hábito cristalográfico bien definido [6]. Entre cada sub-unidad precipita la cementita ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) en las interfaces de  $\alpha_{\text{acicular}}/\gamma$  [9]. Lo anterior es en el caso de aceros, pero en HNA o en aceros al alto silicio la cementita es remplazada por la  $\gamma_{\text{AC}}$  con o sin la presencia de carburos metaesables como el “ $\epsilon$ ” ( $\text{Fe}_{2.4}\text{C}$ , hexagonal) o “Hägg” ( $\text{Fe}_5\text{C}_2$ , monoclínico) dependiendo de la composición química y del tratamiento térmico.

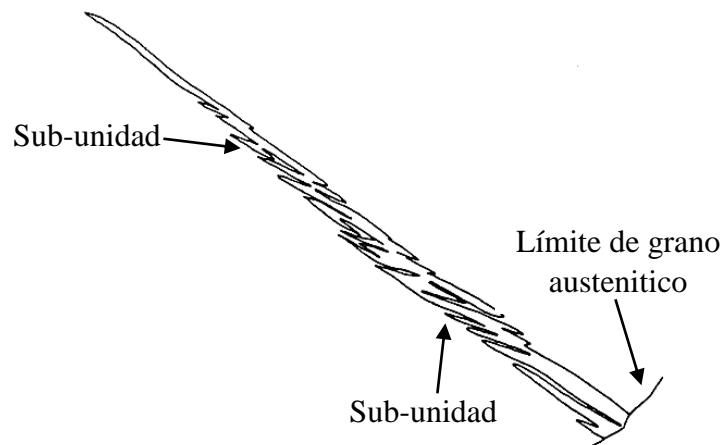


Fig. 1.4. Ilustración esquemática de la morfología de los racimos de bainita ( $\alpha_{\text{acicular}}$ ) [11].

La relación de orientación de la ferrita con la austenita en la bainita superior es cercana a la relación Kurdjumov-Sachs (K-S):

$$(111)_{\gamma} // (110)_{\alpha}; [110]_{\gamma} // [111]_{\alpha}$$

### 1.3.2. *Bainita inferior.*

La bainita inferior tiene características microestructurales y cristalográficas similares a la bainita superior. La mayor diferencia entre estas es que la bainita inferior transforma a temperaturas por debajo de  $310\text{ }^{\circ}\text{C}$  y que los carburos pueden precipitar dentro de las placas de ferrita. Hay dos tipos de carburos que pueden precipitar: los que crecen a partir de la  $\gamma_{\text{AC}}$  y los que precipitan dentro de las placas de  $\alpha_{\text{supersaturada}}$ . En los HNA esos carburos son “ $\epsilon$ ” o carburos de transición [6]. La Fig. 1.5

muestra el mecanismo de formación de la bainita superior e inferior, en donde los carburos serían remplazados por  $\gamma_{AC}$  para el caso de HN.

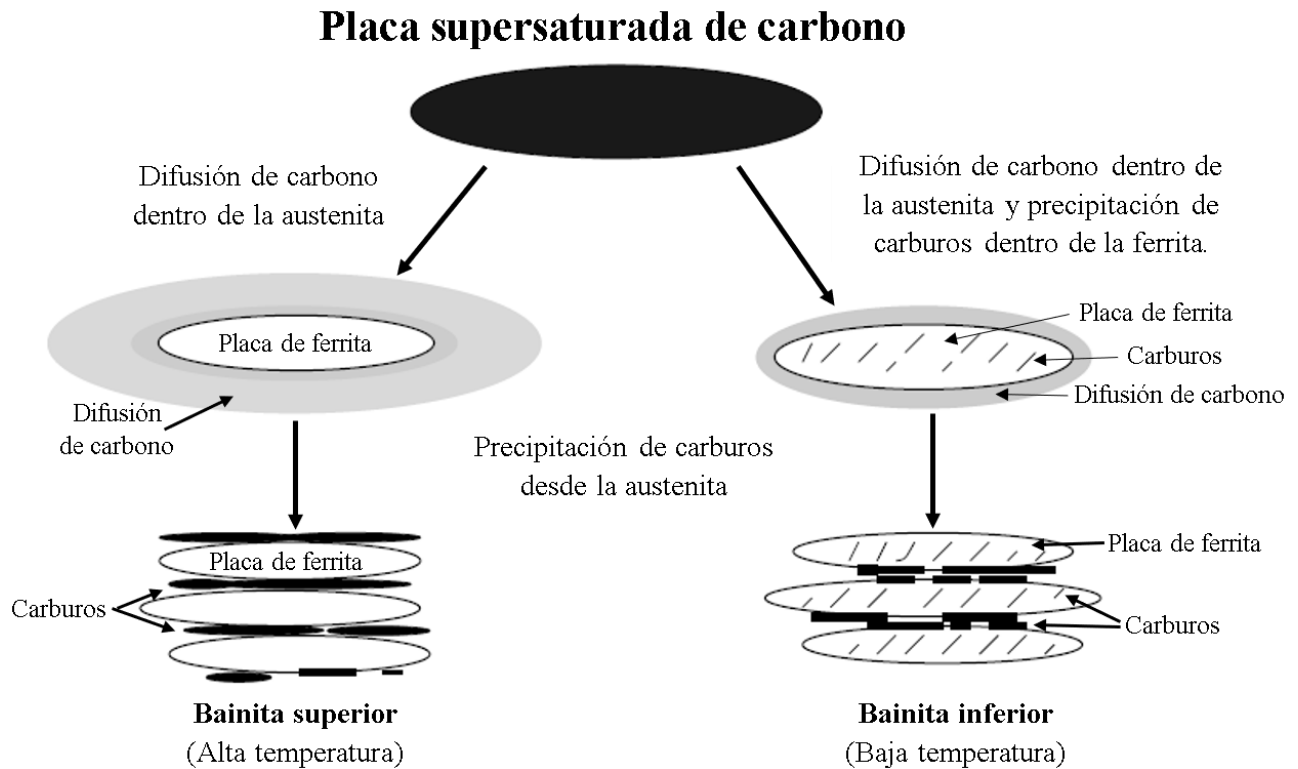


Fig. 1.5. Mecanismo de formación de la bainita superior e inferior [11].

#### 1.4. Estabilización mecánica de la austenita y bainita.

Las transformaciones displasivas implican el movimiento coordinado de los átomos. Tales movimientos no pueden sostenerse contra grandes defectos tales como los límites de grano. Por esta razón, los defectos más pequeños, como las dislocaciones aisladas, también dificultan el progreso de las transformaciones displasivas. Sin embargo, está bien establecido que cuando la deformación en la austenita se vuelve lo suficientemente grande, el movimiento de las interfaces móviles se vuelve imposible, lo que hace que la transformación se detenga [10].

Esto se aplica a todos los casos que involucren el movimiento de interfaces móviles, ya sea que su movimiento lleve a una transformación de fase, o simplemente a una reorientación de la red como en el maclado mecánico. Este fenómeno se conoce como *estabilización mecánica* y es una forma de distinguir los mecanismos de las transformaciones displasivas y reconstructivas en estado sólido [10].

En trabajos de laminación en caliente realizados anteriormente [11] se concluyó que la transformación bainítica es retardada por efecto de la deformación en la austenita, como lo ilustra la Fig. 1.6, en donde la desviación de la linealidad indica el inicio de la transformación. En la austenita severamente deformada la transformación se retarda indicando una estabilización mecánica. Al llevar a cabo un proceso de laminación en caliente los granos de austenita pueden recrystalizar, Mesplont *et al.* [12] encontraron que el crecimiento de la bainita se retrasa en los granos de austenita deformados en comparación con los granos de austenita recrystalizados, en donde tiene un crecimiento preferencial.

Lo anterior tiene consecuencias en la transformación, ya que la austenita recristalizada es diferente a la deformada.

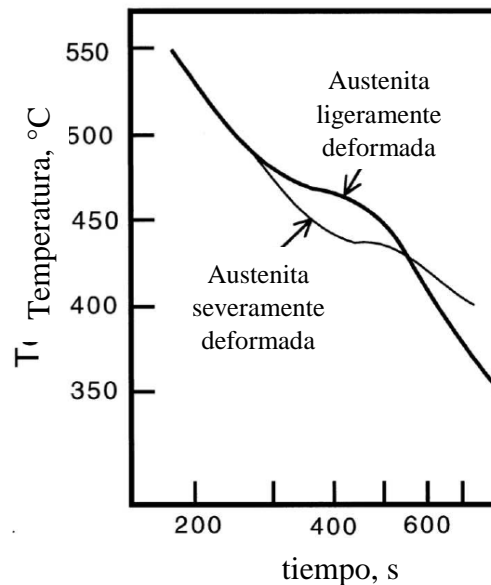


Fig. 1.6- Grafica de temperatura contra tiempo de muestras laminadas en caliente que experimentan transformación bainítica durante el enfriamiento.

Tsuzaki *et al.* [11,13], encontraron que, aunque la austenita deformada se transformaba más rápido, la fracción en volumen de bainita disminuyó en comparación con la austenita no deformada, Fig. 1.7. La austenita deformada se transformó en una cantidad más pequeña de bainita en comparación con las muestras no deformadas, aunque inicialmente la austenita se descompone a una velocidad mayor. Este efecto no se produjo a temperaturas más altas, probablemente debido a que la cantidad de bainita que puede formarse se reduce. Por lo tanto, la estabilización solo se manifiesta cuando las regiones "fáciles" para el crecimiento de la bainita se agotan, es decir, aquellas regiones que no se ven afectadas por la deformación, que es heterogénea. La estabilización heterogénea se refleja en la microestructura. La bainita tiende a alinearse a lo largo de direcciones específicas dentro de los granos individuales de austenita, Fig. 1.8 [11,13].

Maki *et al.* [14] encontró que el *ausforming* (combinación de la deformación mecánica de un material con un tratamiento térmico de austemperizado) incrementa la velocidad de transformación de la bainita superior, al igual que lo encontrado por Freiwillig [15], pero la velocidad de transformación en la bainita inferior se retrasa, las placas de bainita al crecer a partir de la austenita deformada crecen más delgadas y con una mayor densidad de dislocaciones. Maki concluyó que la bainita hereda los defectos cristalinos de la austenita deformada.

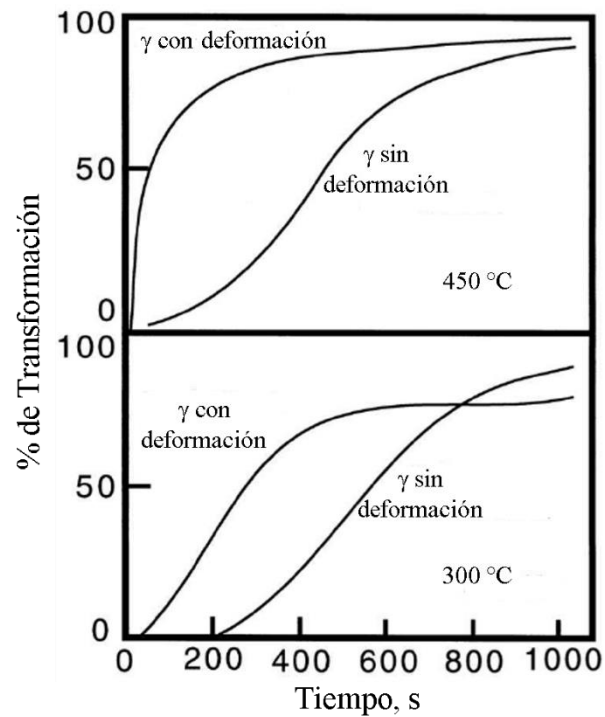


Fig. 1.7. El efecto de la austenita deformada en la cinética de la reacción de bainítica en una aleación de Fe-0.59C-2.01Si-1.02Mn% en peso.

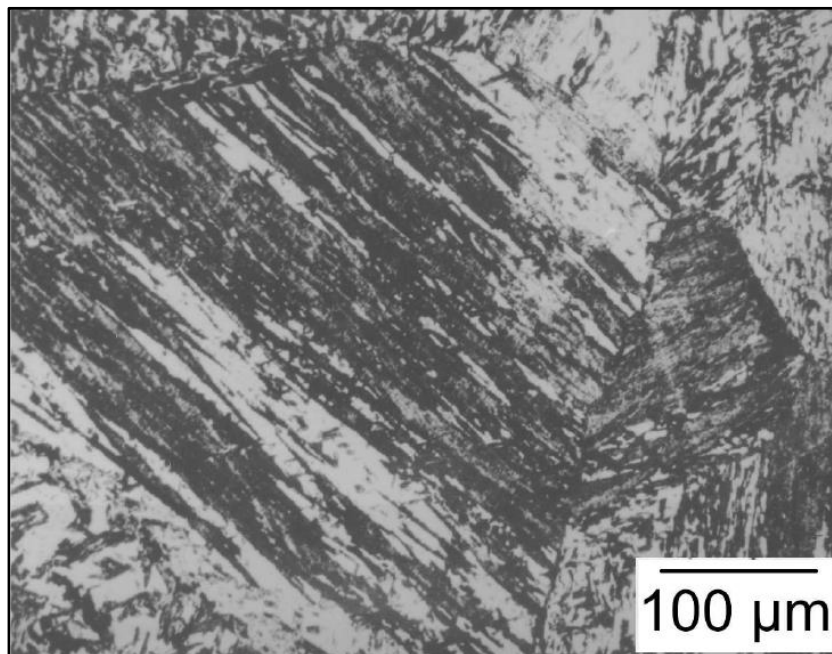


Fig. 1.8. Microestructura de un acero bainítico con ausforming en la cual se observa una alineación de los racimos de bainita en los granos de austenita [13].

La estabilización mecánica se puede evidenciar con métodos cuantitativos como lo es la dilatometría. Hay dos características ilustradas en la Fig. 1.10 similares a las de la Fig. 1.7, la primera es que la transformación de austenita deformada lleva a una fracción volumétrica de bainita más pequeña. La segunda característica, es que la velocidad de transformación se acelera al inicio debido a la

deformación, pero al final se retrasa. Esta aceleración inicial se explica por el incremento de la densidad de núcleos, entonces, no es posible alcanzar una fracción volumétrica más pequeña dado que cada núcleo transforma a un volumen fijo de austenita. Por otro lado, sí se supone que la limitante más pequeña se debe a la reducción en el volumen transformado por núcleos, no es posible explicar la aceleración inicial. Las regiones de austenita deformadas ligeramente se transforman más rápidamente en comparación con la austenita sin deformación debido al aumento en la densidad de dislocaciones. La velocidad de nucleación se acelera en las regiones muy deformadas, pero la velocidad global de transformación se reduce porque cada núcleo se transforma en un volumen menor debido a la estabilización mecánica de la interfaz [11].

Se ha demostrado que la transformación bainítica puede ser estabilizada mecánicamente de manera idéntica a la transformación martensítica. El mecanismo aparenta ser retardado por los restos de la deformación en la austenita (dislocaciones). La nucleación heterogénea de bainita se vuelve más frecuente a medida que se introducen defectos, pero su crecimiento por un mecanismo de desplazamiento se frena cuando la interfaz encuentra dislocaciones. Por tanto, la austenita deformada transforma en una cantidad menor de bainita que la austenita sin deformar, y la bainita que se forma es más fina [11].

Para todas las fases ferríticas en forma de placa que tienen los aceros se ha observado estabilización mecánica, entre estas se incluye la ferrita Widmanstätten, bainita y martensita las cuales son transformaciones displasivas, debido a que en las transformaciones displasivas los defectos cristalinos provocados por la deformación son heredados por la fase de crecimiento. Las transformaciones reconstructivas (ferrita y perlita) por el contrario, aceleran su velocidad de transformación si la fase padre es deformada antes de la transformación. Esto se debe al aumento del número de sitios de nucleación, y a medida que crece la nueva fase, se aniquilan los defectos generados por la deformación, similar a lo que ocurre en la recristalización. Bhadeshia en su libro [11] menciona que no hay ningún mecanismo por el cual la deformación plástica pueda retardar la transformación reconstructiva. Asimismo, solo las transformaciones displasivas pueden estabilizarse mecánicamente.

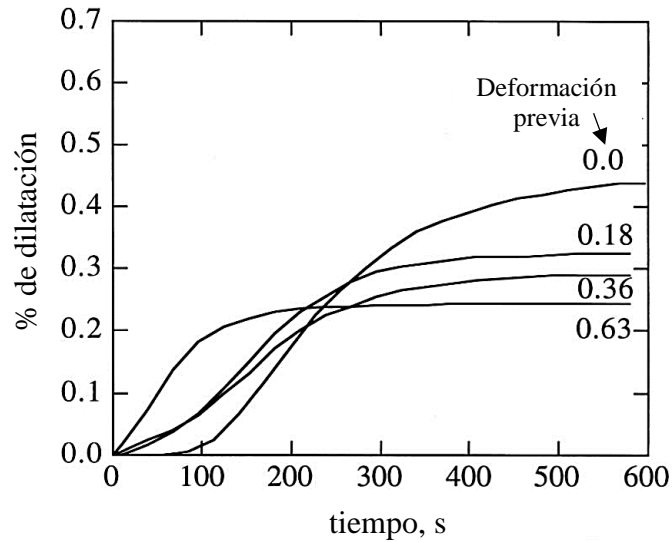


Fig. 1.9. Dilatación radial durante la transformación isotérmica de bainita en función del tiempo y la deformación previa (deformación de la austenita antes de la transformación); los valores de la deformación previa se indican junto a las curvas.

Uno de los objetivos particulares de este trabajo es deformar un HN con matriz ferrítica por un proceso de deformación plástica severa como lo es la extrusión en canal angular constante, por lo que en las siguientes secciones se mencionan algunas investigaciones que se han realizado sobre deformación plástica de HN además de describir el proceso de extrusión en canal angular constante.

### 1.5. Extrusión en canal angular constante (ECAP).

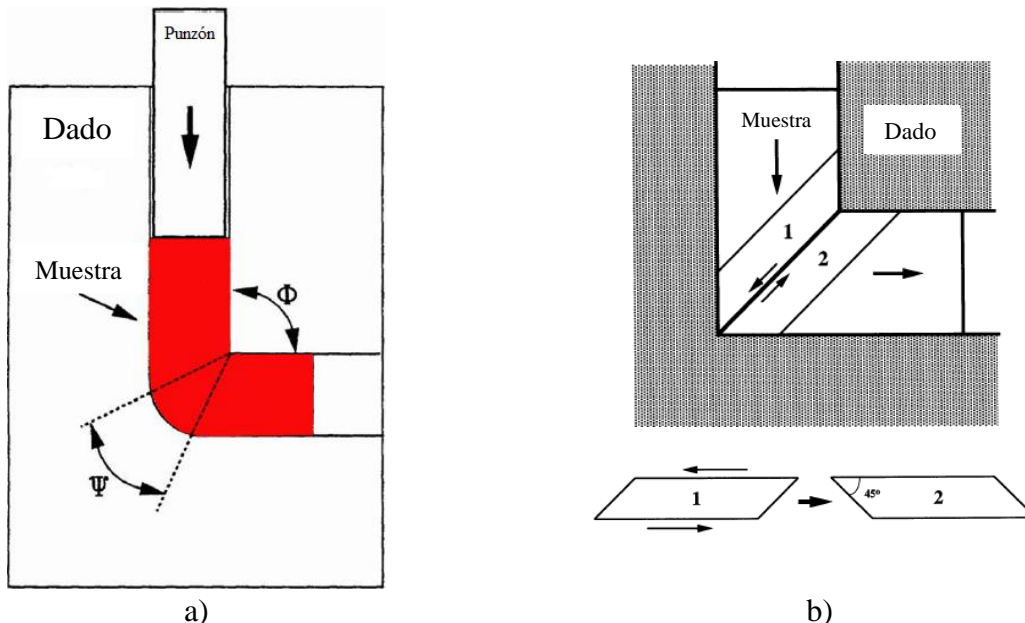
El ECAP es un proceso de deformación plástica severa el cual consiste en hacer pasar, con un punzón, una muestra a través de un dado (Fig. 1.11a) con dos canales de sección transversal cuadrada, rectangular o circular que se interceptan entre sí en diferentes ángulos (Fig. 1.11c), a los cuales se les ha denominado como *ángulo entre canales* ( $\Phi$ ) y *ángulo de curvatura* ( $\Psi$ ), Fig. 1.11a. La deformación en este proceso se lleva a cabo por un esfuerzo de corte que ocurre cuando la muestra pasa por la intercepción de los canales como lo muestra la Fig. 1.11b, el plano de corte teórico se muestra entre los dos elementos adyacentes dentro de la muestra numerada como 1 y 2, los cuales están transpuestos como se muestra en la parte inferior de la Fig. 1.11b. A pesar del esfuerzo que experimenta la muestra a medida que pasa a través del plano de corte, no existe ningún cambio de dimensión en la sección transversal al salir del canal. Esto último es una gran ventaja para este proceso, ya que al salir la muestra de la primera extrusión, se puede volver a introducir en el dado y volver a extruirla para provocar una mayor deformación. Cada que una muestra se extruye se le conoce como *pasos de extrusión*, ( $N$ ), esta operación se puede repetir  $N$  veces según la ductilidad del material. Las rutas en las que se pueden aplicar los pasos de extrusión se muestran en la Fig. 1.12. En la ruta A la muestra no se gira al dar el segundo paso ni en los pasos posteriores; en la ruta B<sub>A</sub>, la probeta se gira 90° grados en el segundo paso a favor o en contra de las manecillas del reloj y en el tercer paso se gira 90° al sentido contrario del paso anterior; en la ruta B<sub>C</sub>, la probeta se gira 90° a favor o en contra de las manecillas del reloj, pero siempre en el mismo sentido en cada paso; y en la ruta C la probeta se gira 180° en cada paso. Cabe señalar, que en cada paso de ECAP y para cualquier dirección, la punta que sale de la probeta vuelve a entrar en el siguiente paso como se observa en la Fig. 1.12. El grado de

deformación real alcanzado con el número de pasos de extrusión y con el ángulo entre canales y de apertura se puede calcular con la siguiente ecuación [16]:

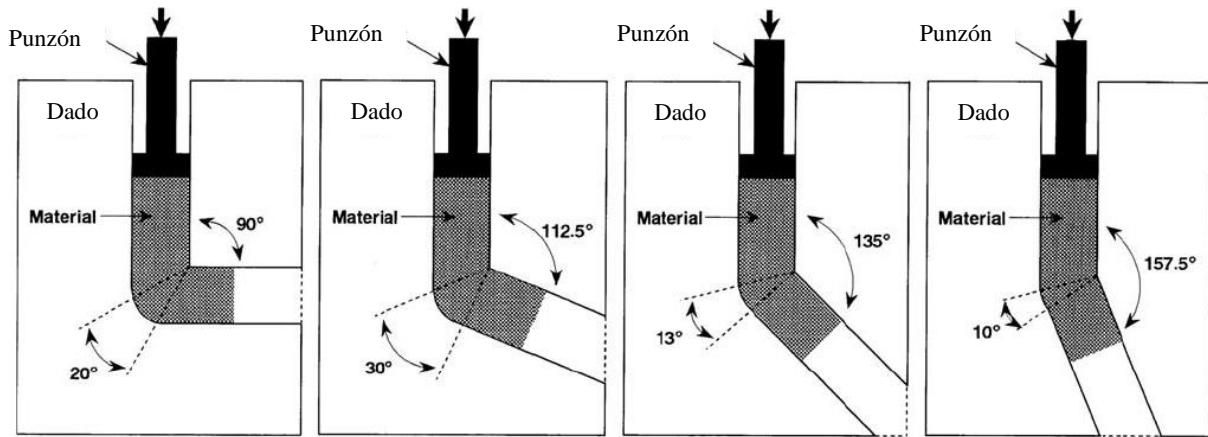
$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[ 2 \cot \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{Cosec} \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad \text{Ec. (1.1)}$$

### 1.6. Deformación plástica de hierros nodulares.

En general, las piezas fabricadas con fundiciones de hierro son vaciadas en moldes con la forma final de determinada geometría para posteriormente darles el acabado final mediante maquinado, es decir, las piezas de fundiciones de hierro son rara vez sometidas a algún tipo de conformado plástico (laminación, extrusión, embutido, etc.). En la literatura son pocas las investigaciones en donde los HN son deformados plásticamente, siendo el único objetivo, estudiar el efecto que tiene la deformación sobre el cambio en morfología que sufre el nódulo de grafito. Por ejemplo, Zhao *et al.* [17] desarrollaron un nuevo proceso de deformación plástica severa que llamaron Compresión de Cilindro Cubierto (CCC, por sus siglas al inglés, *Cylinder Covered Compression*).







c)

Fig. 1.10. a) Esquema del proceso ECAP [14], b) plano de corte dentro del dado [15] y c) diferentes ángulos entre canales del proceso ECAP [15].

La Fig. 1.13a muestra el esquema de este nuevo proceso, en el cual comprimieron un hierro nodular a  $900^{\circ}\text{C}$  alcanzando porcentajes de deformación a lo largo del espesor de 80, 94 y 99.2% con 1, 2 y 3 pasos, respectivamente. El objetivo de dicho estudio fue establecer un modelo de deformación del grafito en HN comprimido en caliente. Zhao *et al.* [18] observaron que conforme aumenta el % de deformación hasta un 30%, el nódulo de grafito va adquiriendo una morfología de platillo y los bordes se extienden a lo largo de la dirección transversal a la fuerza de compresión. A mayores deformaciones (80%) la mayoría de los nódulos de grafito se compactan formando una estructura lamelar de grafito y de la matriz del hierro; con mayores deformaciones (94 y 99.2 %), el grafito se fragmenta.

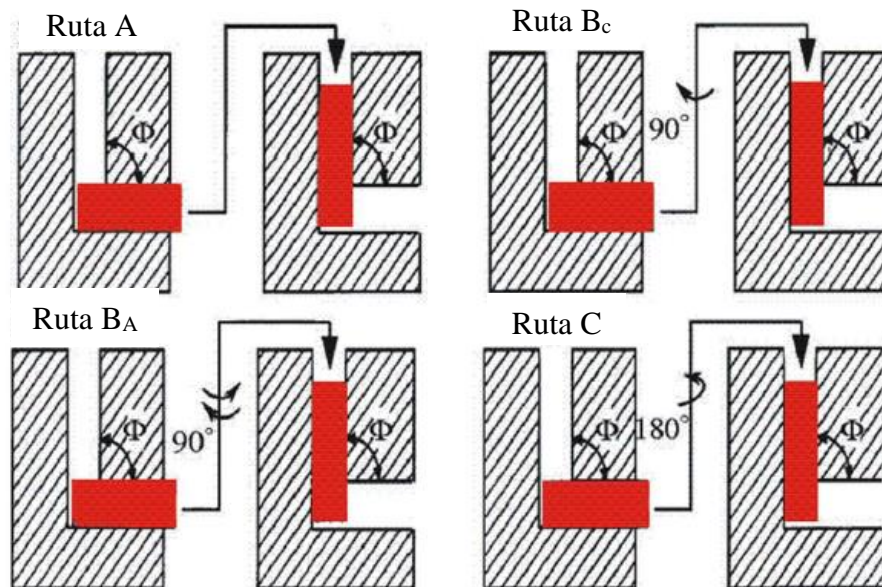


Fig. 1.11. Rutas de ECAP [14].

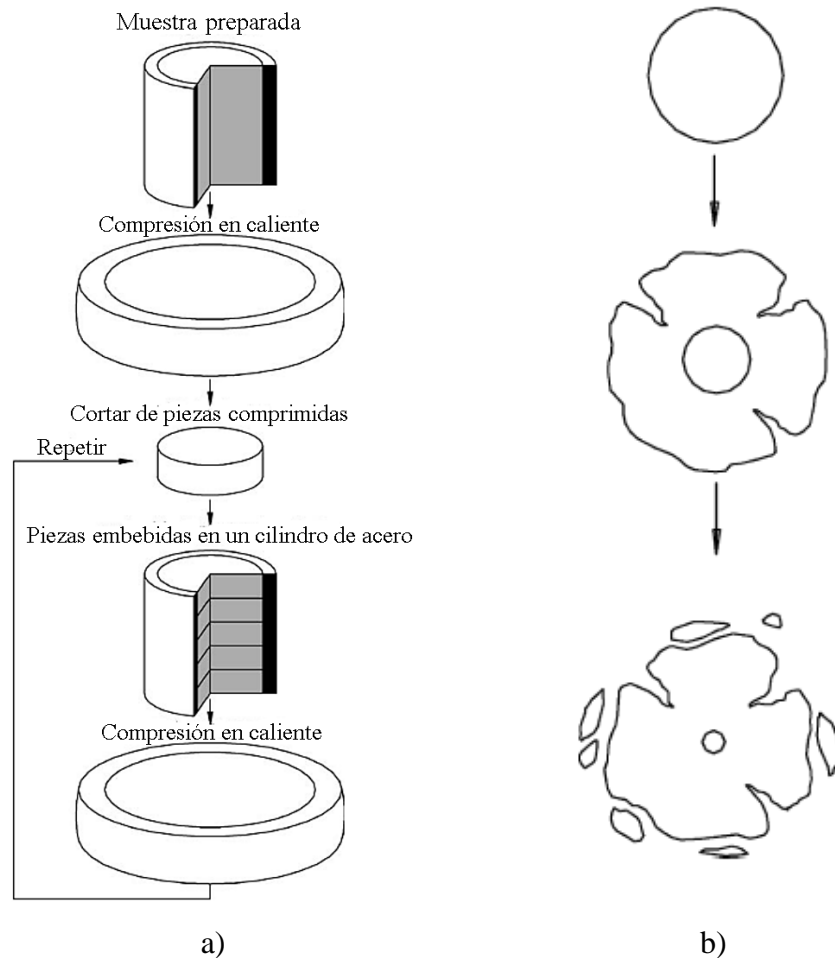


Fig. 1.12. Proceso de deformación plástica severa desarrollado por Zhao *et al.* [18]: a) esquema del proceso compresión de cilindro cubierto y b) modelo de deformación del grafito en el proceso CCC visto desde la dirección de compresión.

Con base en estos resultados, Zhao *et. al* establecieron el modelo de deformación del grafito mostrado en la Fig. 1.13b, el cual establece que el nódulo de grafito, después de una moderada deformación, adquiere una morfología de platillo. Con el aumento de la deformación el cuerpo del grafito tipo platillo se encoje y el borde se extiende. Al inicio de la deformación se puede producir un agrietamiento del borde. Cuando se alcanza una deformación de 80%, la mayoría de las partículas de grafito están colapsadas y el borde del grafito deformado empieza a fragmentarse.

Zhao *et al.* [19] también usaron el proceso CCC para comprimir hierro gris a 900 °C y determinar lo que sucedía con las hojuelas de grafito. Observaron que conforme aumenta el porcentaje de deformación, las hojuelas de grafito se van acomodando paralelamente unas con otras, como se observa en la Fig. 1.14, además el espesor de las hojuelas va disminuyendo. Respecto a las propiedades mecánicas, la resistencia a la tensión, ductilidad y microdureza aumentaron con el aumento de la deformación.

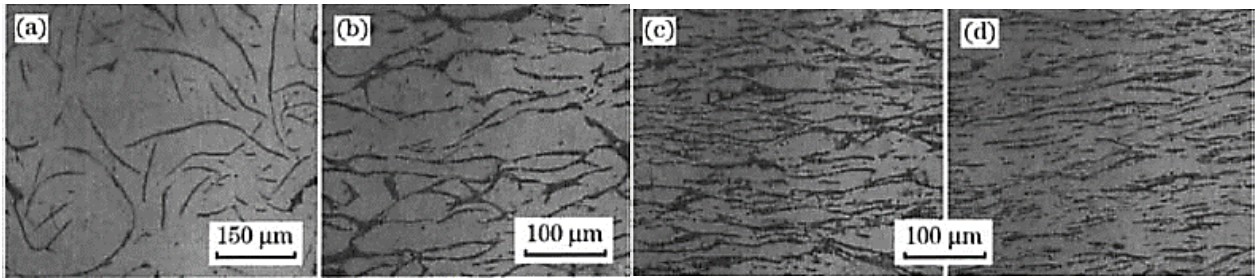


Fig. 1.13. Imágenes de hierro gris comprimido con el proceso CCC; a) sin deformación, b) con 45%, c) 60 y 80% de deformación [19].

En otro estudio Nofal *et al.* [20] laminaron HN durante el tratamiento de austemperizado con la siguiente secuencia: austenitizar a 900 °C por 1 hora, templado a la temperatura de austemperizado (375 °C) en baño de sales y mantener por 1 minuto, laminar a reducciones de 12.5% y 25% en espesor en uno o dos pasos y después austemperizar en el mismo baño de sales por diferentes tiempos (0.03-120 minutos) y finalmente, templar en agua hasta la temperatura ambiente. Encontraron que la reducción en espesor refina la microestructura de la ausferrita, esto se atribuye a un incremento de la velocidad de nucleación de la ferrita provocada por el aumento de los defectos estructurales ocasionados por el laminado, tales como dislocaciones.

Balos *et al.* [21] compararon superficies de fractura de hierros nodulares sometidos a pruebas de tensión y compresión con diferentes fracciones volumétricas de ferrita (30 y 90%). Encontraron que el nódulo de grafito no sufre ningún tipo de deformación en pruebas de tensión, solamente hay una descohesión de la matriz con el nódulo, pero bajo pruebas de compresión se observó un comportamiento similar al reportado por Zhao *et al.* [19] Además, el grado de deformación de los nódulos comparado con el de la matriz es diferente, siendo mayor la de los nódulos bajo compresión.

### **1.7. Efecto de la deformación plástica en la microestructura de aceros previa a la austenitización intercrítica.**

Cuando se deforma plásticamente un metal se crean defectos cristalinos, los cuales durante el recocido sirven como sitios de nucleación y crecimiento de nuevos granos (proceso conocido como recristalización) o de alguna nueva fase dependiendo de la temperatura. Si el recocido se realiza dentro de la región intercrítica, según Christian [22] la fuerza motriz que se requiere para los procesos de recuperación y recristalización es más pequeña que la que necesitan la mayoría de las transformaciones de fase, es decir, que durante el recocido intercrítico de un material previamente deformado plásticamente en frío, primero se llevaran a cabo los procesos de recuperación y recristalización, y en seguida nucleará y crecerá una segunda fase. Conforme mayor sea el grado de deformación impuesta al material, éste recristalizará en granos más pequeños durante el recocido intercrítico que los de la microestructura inicial (antes de ser deformada). Al recristalizar en granos más pequeños aumenta el área de los límites de grano en la microestructura, los cuales aumentan la cinética de crecimiento de la segunda fase.

En la literatura revisada hasta ahora, no se han encontrado referencias del efecto que la deformación severa tiene en la austenitización intercrítica de fundiciones nodulares, pero si se han encontrado referencias de este efecto en aceros. Por esta razón, en esta sección se utilizaron como referencia investigaciones de aceros con bajo contenido de carbono y con microestructura ferrítica (que es la microestructura inicial del material utilizado en esta investigación) que fueron recocidas intercríticamente después de haber sido deformadas plásticamente.

Por ejemplo, Etesami *et al.* [23] investigaron la cinética de formación de la austenita para establecer una correlación entre la evolución microestructural y las propiedades mecánicas en el recocido intercrítico de un acero de fase doble (DP, por sus siglas en inglés de *dual phase*). Etesami *et al.* deformaron por laminación en frío hasta 80% un acero DP, seguido de un recocido intercrítico a diferentes temperaturas (740, 770 y 800 °C). Bajo estas condiciones encontraron que al recocer el acero DP en la región intercrítica, se inicia el proceso de recrystalización de la ferrita deformada, y al aumentar el tiempo de recocido a 60 segundos, se inicia el proceso de nucleación y crecimiento de la austenita. Los granos de austenita crecen generalmente en los bordes de los límites de grano de la ferrita recrystalizada.

En cuanto a las propiedades mecánicas, la dureza inicial de ~370 HV disminuye con el aumento de la temperatura y tiempo de recocido hasta un intervalo de ~180 a 195 HV, después de un tiempo de entre 60 a 160s (dependiendo de la temperatura de recocido) la dureza vuelve a aumentar, lo cual se atribuye a la nucleación y crecimiento de la austenita que, en el temple posterior, se transforma a martensita (ver Fig. 1.15). En cuanto a la resistencia a la cedencia y la resistencia a la tensión, éstas aumentan al incrementar el tiempo de recocido intercrítico.

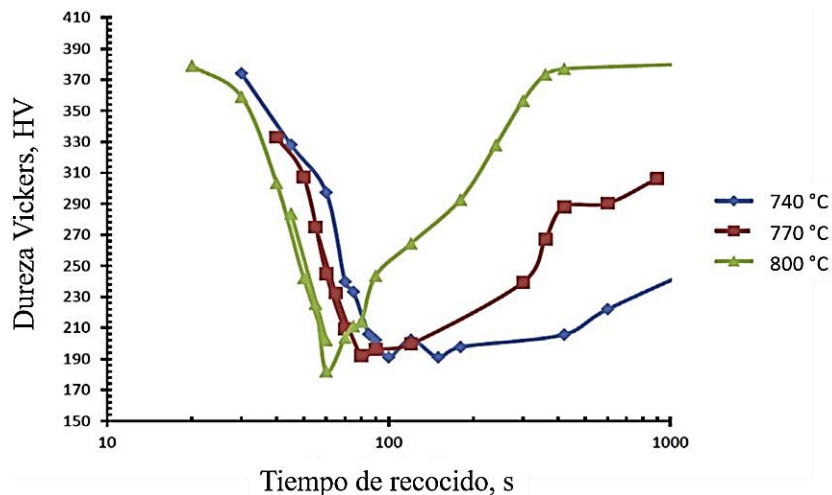


Fig. 1.14. Dureza Vickers vs tiempo de recocido para una microestructura ferrita-martensita deformada hasta 80% y recocida a 740, 770 y 800 °C [23].

Peranio *et al.* [24] estudiaron la competencia entre la recuperación, la recrystalización y la transformación de fase durante el recocido intercrítico de un acero DP con 0.14% C deformado por el proceso corrugado de ranura restringida (CGP por sus siglas en el idioma inglés, *Constrained Grooved Pressing*, ver Fig. 1.16) variando algunos parámetros como la velocidad de calentamiento, temperatura, tiempo de recocido intercrítico y velocidad de enfriamiento. Encontraron que a

temperaturas de recocido, entre 725 y 740 °C, la recrystalización de los granos de ferrita se lleva a cabo dentro de los primeros 50 segundos y la transformación de fase a austenita inicia hasta que el proceso de recrystalización se completa, sin embargo, al aumentar la temperatura de recocido a 770 °C o cercanas a  $A_{c3}$ , la transformación de fase inicia antes de que la recrystalización se complete, ya que al incrementar la temperatura de recocido disminuye el tiempo de incubación de la nueva fase. Respecto a la velocidad de calentamiento, la fracción volumétrica de ferrita recrystalizada disminuye al aumentar la velocidad de calentamiento de 7 K/s a 50 K/s. Peranio *et al.* mencionan que a temperaturas intermedias de recocido intercrítico hay un traslape entre los procesos de recrystalización y transformación de ferrita a austenita y contrario a lo que dice Christian [22], ellos mencionan que la transformación de fase en la ferrita deformada debe ser más rápida que el proceso de recrystalización, ya que la transformación de ferrita a austenita es un proceso controlado por difusión de C, la cual aumenta en materiales deformados debido al incremento de la densidad de dislocaciones y de límites de grano que se crean, por tanto los granos de ferrita deformados, proporcionan un número mayor de sitios de nucleación para la nueva fase.

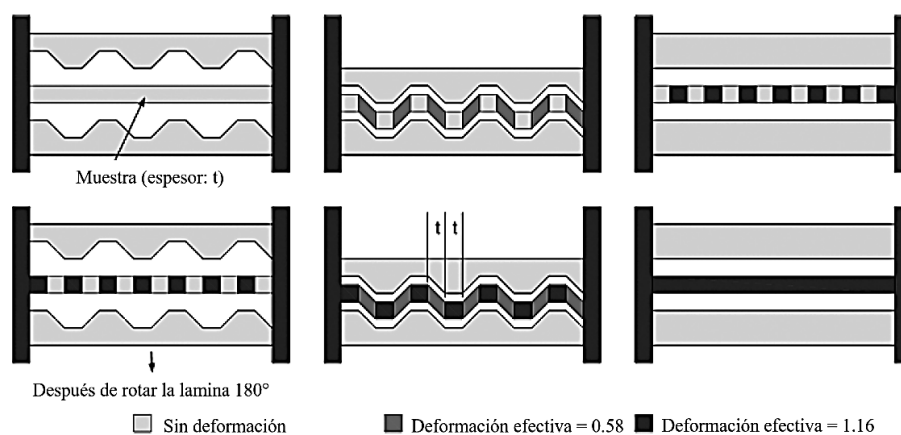


Fig. 1.15. Esquema del proceso corrugado de ranura restringida.

Mostafaei *et al.* [25] estudiaron el efecto de la velocidad de recocido ultra rápido (URA, por sus siglas en inglés, *ultra-rapid annealing*) en la región intercrítica de un acero con 0.05% C deformado por el proceso GCP. Encontraron que a velocidades de calentamiento de 200 °C/s a temperaturas ligeramente encima de la temperatura  $A_{c1}$ , la austenita empieza a crecer cuando la recrystalización de la ferrita no se ha completado y lo hace en el límite de grano de la ferrita recrystalizada y la ferrita que no recrystaliza. Concluyen que la austenita mejora los sitios de nucleación de nuevos granos de la ferrita que aún no han recrystalizado, y ancla los granos de ferrita recrystalizados para evitar su crecimiento, lo que lleva a una microestructura completamente refinada y estable. Por otro lado, también mejora la energía de deformación almacenada, debido a los granos de ferrita que aún no han recrystalizado en el recocido intercrítico. Esta energía almacenada junto con el inicio de la transformación causa una fuerte interacción entre la recrystalización y la transformación a austenita. Esta interacción lleva a una microestructura con granos refinados. En la Fig. 1.17 se resumen los mecanismos antes mencionados durante el recocido intercrítico ultra rápido.

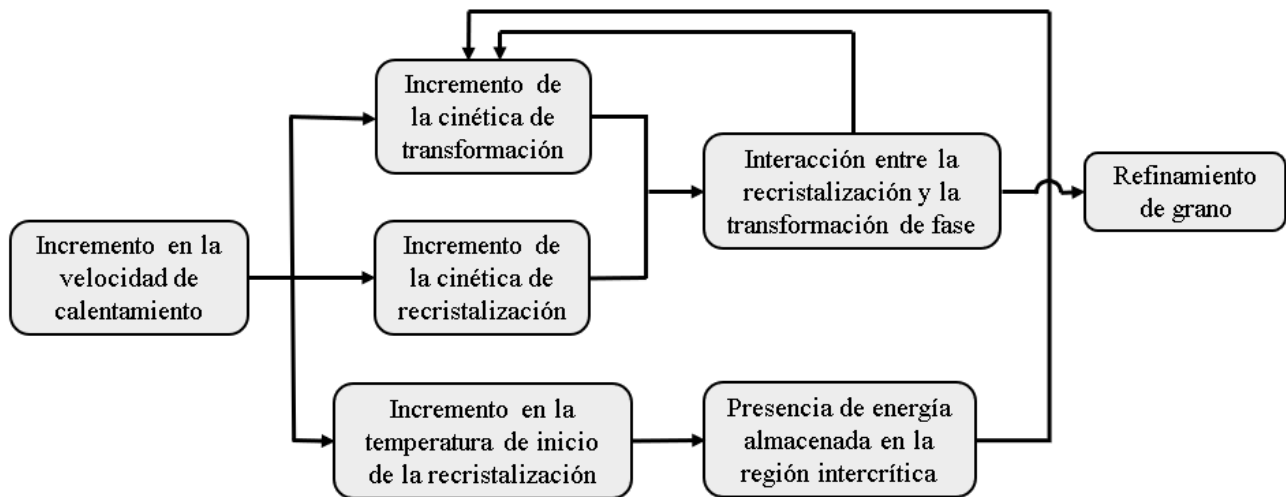


Fig. 1.16. Relación entre la transformación de fase y la recristalización al recocer en la región intercrítica a altas velocidades de calentamiento [25].

El proceso de deformación propuesto para este trabajo es la extrusión en canal angular constante (ECAP, del inglés *Equal Channel Angular Pressing*), el cual se describió en la sección 1.5, con el objetivo de estudiar el efecto que tendrá la deformación causada por este proceso en el crecimiento de austenita durante el recocido intercrítico, y éste a su vez, en el tratamiento de austemperizado posterior. Es importante resaltar que hasta la fecha, no se han encontrado reportes de que el hierro nodular haya sido deformado por ECAP, por lo que se presupone que el estudio propuesto en esta tesis así como los correspondientes resultados, representan una importante contribución científica al campo de estudio de las aleaciones ferrosas y sus transformaciones de fase.

**Capitulo 2. Procesamiento y  
caracterización de la  
microestructura del hierro nodular  
en distintas etapas**

Para realizar este trabajo se llevó a cabo la metodología mostrada en la Fig. 2.1:

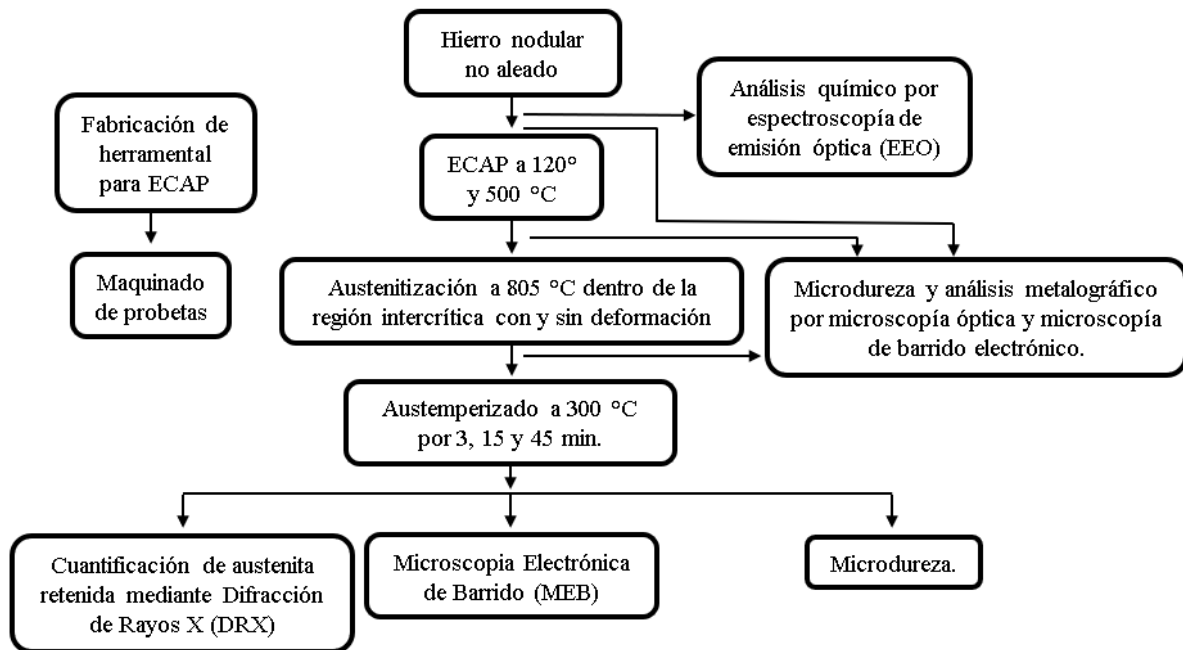


Fig. 2.1. Diagrama de flujo de la metodología experimental seguida durante el presente trabajo.

### 2.1. Caracterización de materia prima.

Para la determinación de las características microestructurales y la composición química del material de partida, Fig. 2.2, se realizaron pruebas metalográficas y un análisis químico global mediante espectroscopía de emisión óptica.

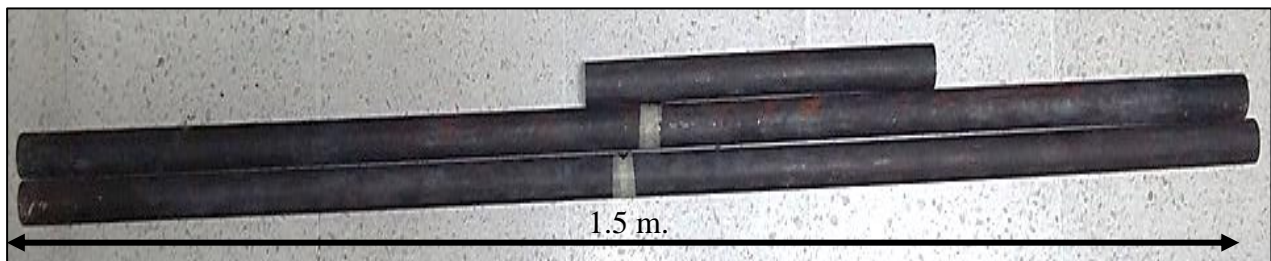


Fig. 2.2. Barras de hierro nodular usadas para esta investigación.

Las muestras preparadas para metalografía fueron observadas en un microscopio óptico marca OLYMPUS GX51 (Fig. 2.3.)



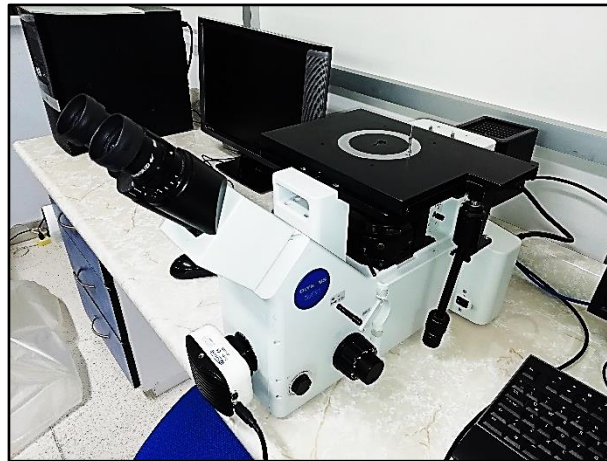


Fig. 2.3. Microscopio OLYMPUS con analizador de imagen *Stream Essentials*.

## 2.2. Proceso de extrusión en canal angular constante para el hierro nodular.

Para la aplicación del ECAP en hierro nodular, se maquinó un dado de acero H13 (Fig. 2.4b) con los siguientes ángulos:  $\Phi = 120^\circ$  y  $\Psi = 20^\circ$  con un diámetro interno de 12.7 mm (Fig. 2.4a), además, se soldó un componente adicional en la parte superior del dado para poder extruir probetas de mayor longitud. El dado fue calentado con una resistencia eléctrica, (Fig. 2.4c) y ésta a su vez fue cubierta con lana refractaria (Fig. 2.4d) para disminuir la pérdida de calor con el ambiente y mantener constante la temperatura de extrusión. El punzón utilizado se maquino de acero H13 y se le aplicó un tratamiento térmico de temple y revenido para aumentar su dureza hasta 50 HRC (Fig. 2.4e). Para disminuir la presión que experimenta el dado durante las pruebas de ECAP, las probetas se maquinaron con un diámetro de 12.7 y 90 mm de longitud (Fig. 2.5).

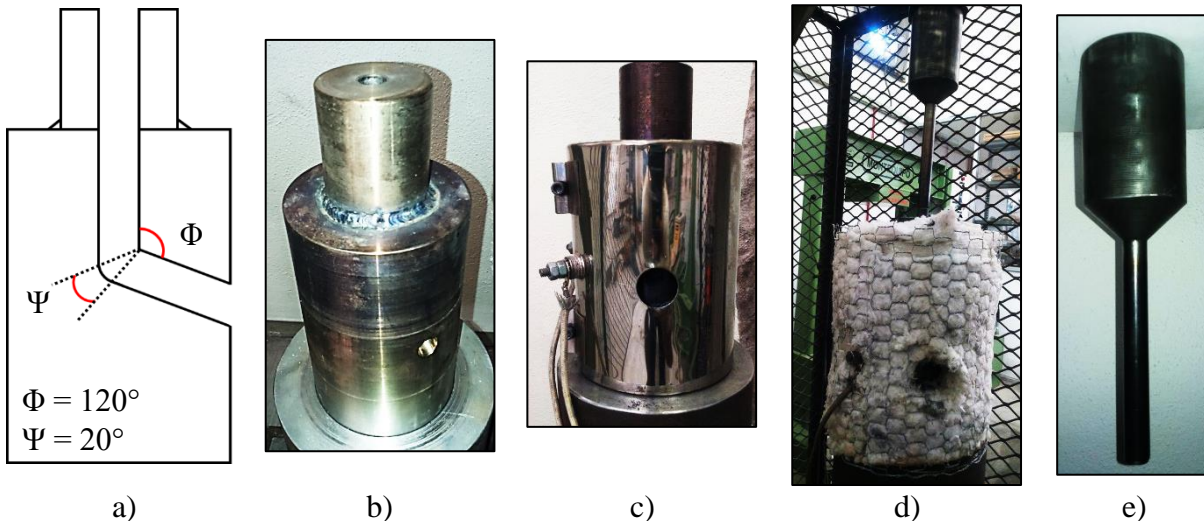


Fig. 2.4. Herramental utilizado para ECAP. A) esquema del dado de ECAP, b) dado para ECAP, c) resistencia, d) resistencia cubierta con lana refractaria y e) punzón.

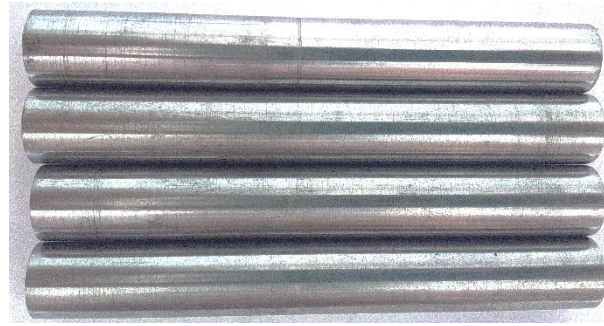


Fig. 2.5. Probetas maquinadas para ECAP.

Para determinar la temperatura de extrusión se realizaron pruebas con 1P (un paso) por ECAP a diferentes temperaturas como se observa en la Fig. 2.6, en donde es evidente que a medida que se aumenta la temperatura de extrusión el flujo plástico de la probeta a través del canal es mejor, evitando que se fracture. La deformación que experimenta la probeta al cruzar por el plano de corte del dado de ECAP (intercepción entre los dos canales) no es homogénea, ya que el nivel de deformación tanto transversal como longitudinalmente es diferente, por esta razón es que a 300 °C las probetas se fracturan y es necesario elevar la temperatura de extrusión para aumentar el flujo plástico (para una mejor comprensión de este comportamiento consultar las Ref. [26,27]. Con esta temperatura fue posible alcanzar 3P (tres pasos) de extrusión por la ruta C con una velocidad de 1cm/min.



Fig. 2.6. Probetas extruidas con 1P por ECAP a diferentes temperaturas.

### **2.3. Determinación de la región intercrítica del hierro nodular.**

El software Thermo-Calc es una base de datos y un paquete de interfaz de programación que se utiliza para realizar cálculos termodinámicos. Puede calcular equilibrios de fase heterogéneos y homogéneos complejos, y luego trazar los resultados como diagramas de propiedades y diagramas de fase.

Se capturó la composición química del HN al software de simulación termodinámica THERMOCALC SUNLL TCFE9 versión 2017 para simular en donde se ubica la región intercrítica en el diagrama de fases, la cual se indica en la Fig. 2.7. Para verificar la precisión de las predicciones hechas por el software se realizaron recocidos intercríticos a diferentes temperaturas seguidos de un temple en agua, se consideró que toda la austenita que se formó durante el recocido se transforma a martensita en el

temple, posteriormente se cuantificó la fracción volumétrica de austenita (martensita) con el analizador digital de imágenes del software *Stream Essentials* empleando la norma ASTM E-1245.

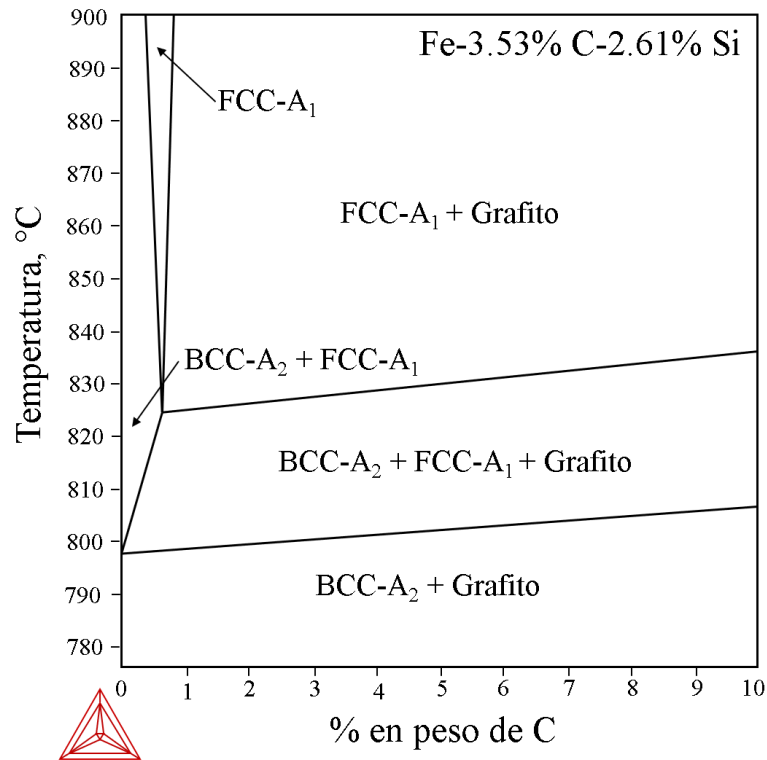


Fig. 2.7. Diagrama de fases calculado por el software Thermo-Calc donde A<sub>1</sub> y A<sub>2</sub> representan elementos puros (Fe) con estructura cubica FCC y BCC respectivamente, según la nomenclatura cristalográfica de Strukturbbericht [26].

#### 2.4. Preparación metalográfica para el hierro nodular.

Las muestras de hierro nodular en la condición inicial (sin deformación), deformadas por ECAP, recocidas y finalmente austemperizadas, se desbastaron con lijas de SiC con número de grano de 120, 220, 320, 400, 600 y 1200, siendo estas últimas (600 y 1200) lubricadas con metanol para evitar la oxidación de la muestra. El pulido se realizó con paños de 0.5 y 3 μm impregnados con pasta de diamante de 0.5 y 3 μm, respectivamente. El enjuague y secado se hizo con metanol grado reactivo. Finalmente, las muestras se atacaron 15 segundos con el reactivo químico nital al 2% de concentración. La Fig. 2.8 muestra la zona de las probetas extruidas de donde se tomaron muestras para su preparación metalográfica, la cual se ubicó a 1.5 cm de la punta y la cola de la probeta, ya que estas zonas presentan menor deformación.

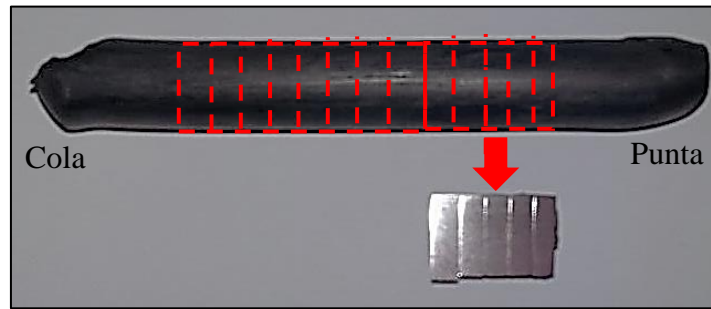


Fig. 2.8. Zona donde se tomaron muestras para analizar por microscopía óptica, electrónica y difracción de rayos X.

### 2.5. Tratamiento de austemperizado.

En este tratamiento las muestras sin deformación y con 1 y 3 pasos por ECAP, se austenitizaron a 805 °C por 1 hora y posteriormente fueron templadas en baño de sal de nitrato de sodio ( $\text{NaNO}_3$ ) a 300°C por 3, 15 y 45 min. La Fig. 2.9 muestra la disposición del equipo utilizado para estos tratamientos.



Fig. 2.9. Equipo utilizado para el tratamiento de austemperizado.

### 2.6. Caracterización de muestras austemperizadas mediante difracción de rayos X.

Las pruebas de difracción de rayos X (*DRX*) se realizaron en un difractómetro de rayos X marca RIGAKU modelo T MAX 2200 (Fig. 2.10), las condiciones de operación se presentan en la Tabla 2. El objetivo de utilizar la técnica de DRX en el presente estudio, fue determinar las fases presentes en el hierro nodular deformado y austemperizado, y cuantificarlas por medio del método comparación directa de acuerdo a la norma ASTM E975 [28].



Fig. 2.10. Difractómetro de rayos X RIGAKU.

Tabla 2.1. Condiciones de operación del difractor Rigaku.

Fuente	Cu K $\alpha$ 0.154059 nm
Voltaje y corriente	40 kV, 36 mA
Ángulo de barrido	40 a 105°
Velocidad de barrido	1°/min
Incremento	0.01°

El método de comparación directa tiene sus fundamentos teóricos en la consideración de que la razón de las intensidades integradas (áreas bajo pico) de 2 fases cristalinas distintas es proporcional a la fracción en volumen de cada una de éstas [29]. Para el caso de un acero que contenga ferrita y austenita, se ha establecido la siguiente ecuación [28, 29]:

$$I_{\alpha}^{hkl} / I_{\gamma}^{hkl} = [(R_{\alpha}^{hkl} / R_{\gamma}^{hkl})(V_{\alpha} / V_{\gamma})] \quad \text{Ec. (2.1)}$$

$I_{\alpha}^{hkl}, I_{\gamma}^{hkl}$  = intensidades integradas (área bajo pico) del plano hkl de la ferrita y de la austenita.

$R_{\alpha}^{hkl}, R_{\gamma}^{hkl}$  = parámetro que se debe calcular en función de la estructura cristalina y de algunos otros factores (multiplicidad, polarización, temperatura, entre otros) dependientes de la naturaleza de la muestra a difractar.

$V_{\alpha}, V_{\gamma}$  = fracciones en volumen de la ferrita y la austenita.

Adicionalmente, considerando que solamente existen ferrita (o martensita) y austenita, se cumple la siguiente relación:

$$V_{\alpha} + V_{\gamma} = 1 \quad \text{Ec. (2.2)}$$

Finalmente, si se combinan las ecuaciones (2.1) y (2.2), se puede estimar la fracción en volumen de ferrita (o martensita) mediante la siguiente expresión (la austenita se obtiene por diferencia).

$$V_{\alpha} = 1[1 + (I_{\gamma}^{hkl} / I_{\alpha}^{hkl})(R_{\gamma}^{hkl} / R_{\alpha}^{hkl})] \quad \text{Ec. (2.3)}$$

Si se utilizan varios picos de ferrita y de austenita, esta relación cambia a:

$$V_{\alpha} = 1 \left[ 1 + \left( \sum I_{\gamma}^{hkl} / \sum I_{\alpha}^{hkl} \right) \left( \sum R_{\gamma}^{hkl} / \sum R_{\alpha}^{hkl} \right) \right] \quad \text{Ec. (2.4)}$$

Los parámetros  $R$  se calcularon para cada uno de los planos de difracción. El cálculo se realizó mediante la siguiente ecuación:

$$R_{\alpha}^{hkl} = (F^2 p L P e^{-2M}) / v^2 \quad \text{Ec. (2.5)}$$

dónde:

$v$  = volumen de celda unitaria.

$p$  = factor de multiplicidad de la reflexión (hkl).

$LP$  = factor de polarización de Lorentz.

$|F|^2$  = factor de estructura por su conjugado complejo.

$e^{-2M}$  = factor de temperatura.

## **2.7. Caracterización de hierro nodular deformado por ECAP, con recocido intercrítico y austemperizado.**

Con el objetivo de hacer una caracterización más detallada de las muestras deformadas por ECAP, con recocido intercrítico y austemperizadas, se prepararon muestras para observarlas con el microscopio electrónico de barrido (MEB). Esta caracterización se realizó en un microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6610 LV, Fig. 2.11, operado a 20 kV equipado con un detector de Espectroscopia por Energía Dispersiva (EDS).



Fig. 2.11. Microscopio electrónico de barrido JEOL.

### **2.8. Evaluación de la microdureza de hierro nodular.**

Para determinar la influencia de los distintos pasos de ECAP sobre la dureza de la microestructura de las muestras sin tratamiento térmico, se realizaron 15 indentaciones en un microdurómetro marca SHIMADZU modelo HMV-G21DT, Fig. 2.12, con una carga de 50 gf por un tiempo de 15 segundos de acuerdo con la norma ASTM E-384. También se hicieron mediciones de microdureza en las muestras austemperizadas, con una carga de 100 gf por 15 segundos para evaluar la evolución que esta propiedad tuvo durante el tratamiento de austemperizado y de esta manera correlacionarla con la cantidad de austenita medida.



Fig. 2.12. Microdurómetro SHIMADZU.

# **Capitulo 3. Discusión de los efectos de la deformación severa sobre los tratamientos de austenitización intercrítica y austemperizado.**



### 3.1. Análisis de materia prima.

Para este trabajo se utilizó un HN grado 60-40-18 (Tabla 1, pag. 1) adquirido con un distribuidor local. La determinación de la composición química se realizó mediante un equipo de espectroscopía de emisión óptica obteniendo los resultados mostrados en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1. Composición química del hierro nodular.

Elemento	% Peso
Fe	balance
C	3.53
Si	2.61
Mn	0.20
Ce	0.012
Mo	0.002
Cu	0.007
Ni	0.011
Cr	0.013

En la Fig. 3.1a. se puede observar que la matriz del hierro nodular de utilizado es 100% ferrita. Además, con el analizador de imagen del software *Stream Essentials* y la norma ASTM E-112 se determinó un tamaño de grano de  $8.12 \pm 0.34$  ASTM ( $17.2 \mu\text{m}$ ) por el método de intercepción circular (Fig. 3.1b), una fracción volumétrica de nódulos de  $9.1 \pm 2$  (Fig. 3.2) y con la carta de comparación AFS 12-E se determinó una nodularidad de 85%.

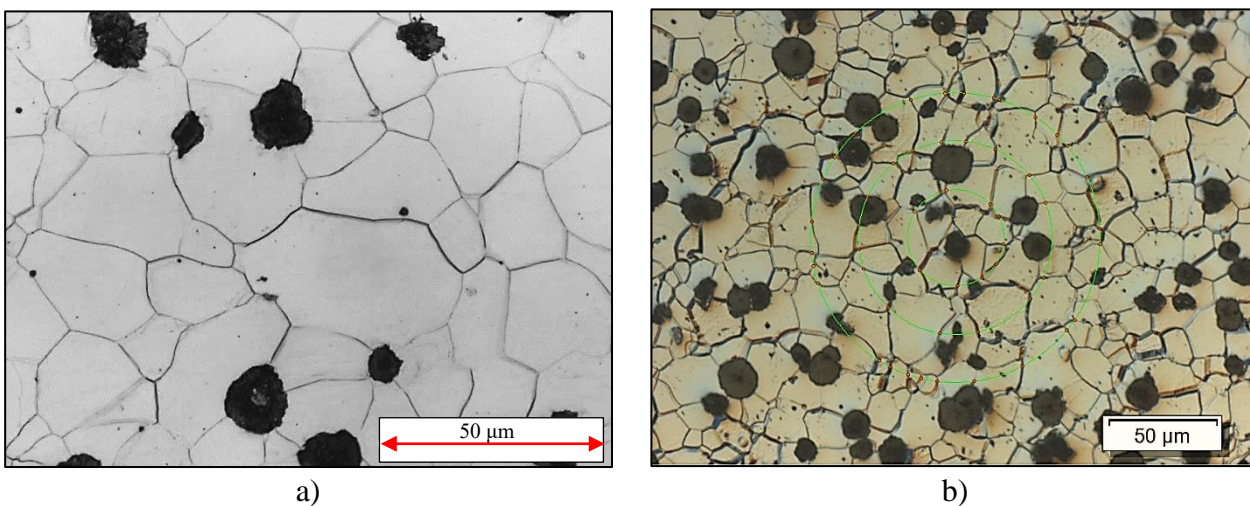


Fig. 3.1. Microestructura de la materia prima; a) microestructura de hierro nodular 100% ferrítico y b) ejemplo de la determinación del tamaño de grano por el método de intercepción circular.

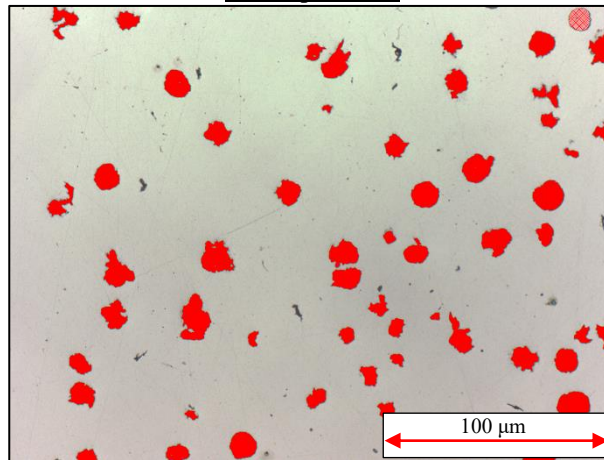


Fig. 3.2. Ejemplo de uno de los campos que se tomó para el procesamiento de imágenes realizado con el software *Stream Essentials* para determinar la fracción volumétrica de nódulos.

Mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) se observó la presencia de carburos conocidos como “carburos de segregación”, los cuales provienen desde la solidificación del hierro y cuya composición química se analizó mediante espectroscopia de dispersión de energía de rayos X, Tabla 3.2. La Fig. 3.3, muestra la morfología de estos carburos, así como su respectivo espectrograma y sus principales elementos. La presencia de Cr y Mn en el análisis permite inferir que dichos carburos fueron formados desde su etapa de solidificación y pueden corresponder a las siguientes estequiometría  $M_{23}C_6$ ,  $M_7C_3$  (para el Cr) [3]. Como se observa en la Fig. 3.3, la fracción volumétrica de carburos es tan pequeños que no se puede cuantificar de manera confiable con las técnicas que se disponen para este trabajo, además de que no es de los propósitos principales de éste.

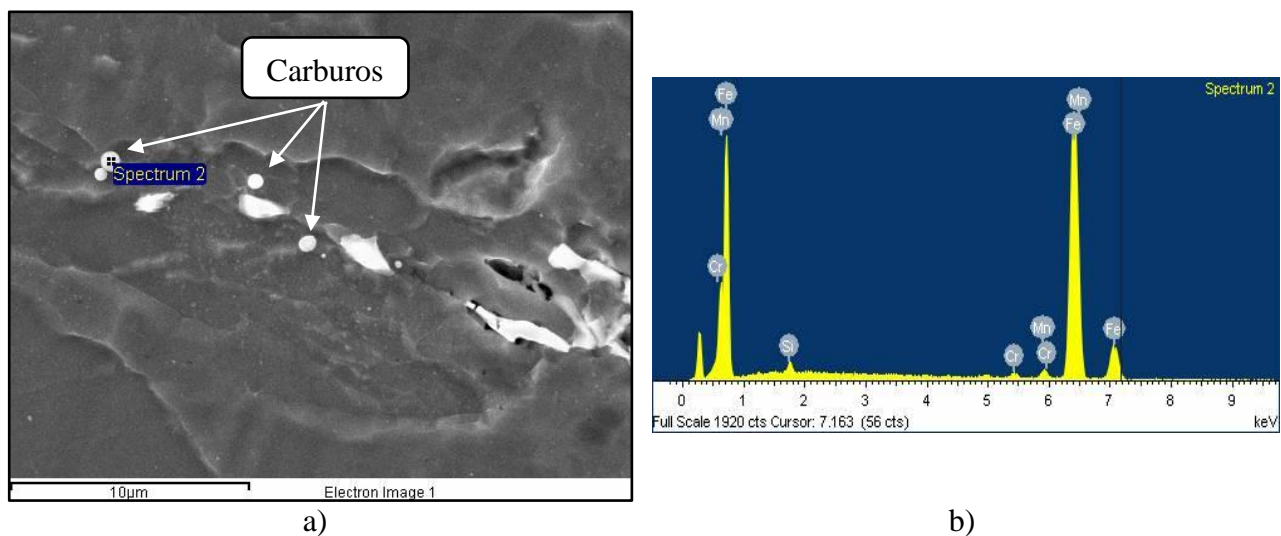


Fig. 3.3. Carburos presentes en el HN utilizado en este trabajo a) micrografía en la que se observa la presencia de carburos (puntos blancos) y b) espectrograma realizado en el carburo indicado en a).

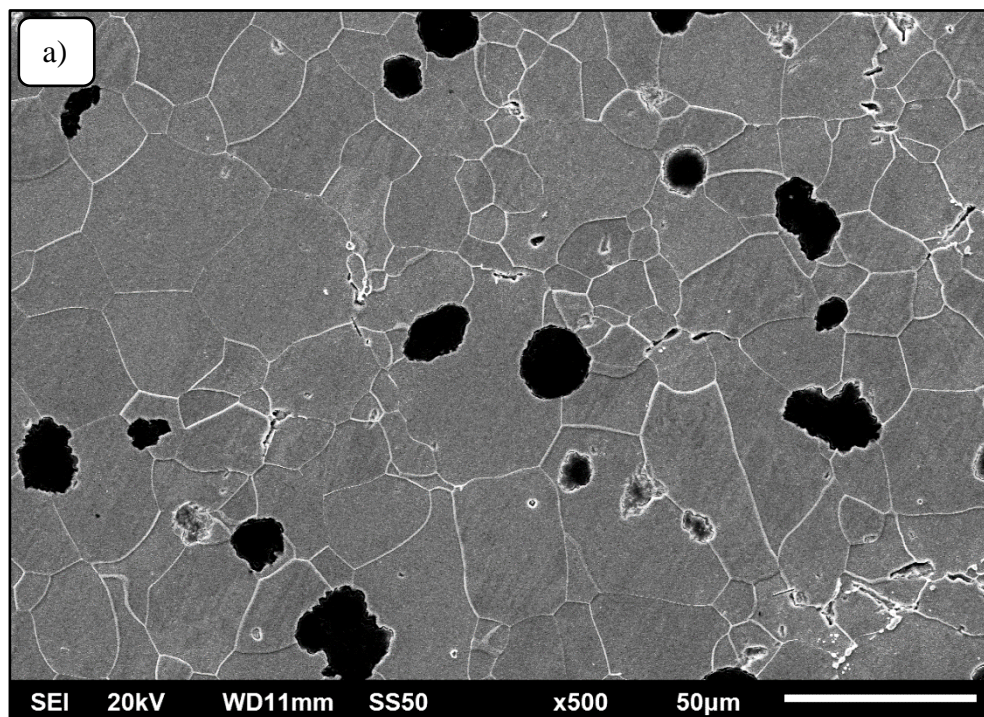
Tabla 3.2. Composición química del carburo indicado en la Fig. 3.3a.

Elemento	% Peso	% Atómico
Si K	1.17	2.30
Cr K	1.0	1.06
Mn K	2.37	2.38
Fe K	95.45	94.26
Total	100	-

### 3.2. Deformación de hierro nodular mediante extrusión en canal angular constante.

Con la temperatura de extrusión definida en 500 °C y de acuerdo con las pruebas preliminares que se realizaron (mostradas en la Fig. 2.6, pag. 21), las cuales aseguraron un flujo plástico adecuado (sin que las probetas se fracturen o agrieten) del hierro, se realizaron extrusiones de 1 y 3 pasos para posteriormente observar la deformación que sufren los granos de ferrita.

La Fig. 3.4 muestra la deformación que sufrieron los granos de ferrita y los nódulos de grafito (la flecha blanca indica la dirección de extrusión) en la cual, la distorsión de los nódulos de la muestra con 3 pasos por ECAP es menor que la muestra con 1 paso, esto se debe a que el nódulo recupera parcialmente su forma esférica con la rotación aplicada en cada paso de ECAP (ruta C). Respecto a los granos de la ferrita, éstos también recuperan parcialmente su forma equiaxiada, esto se analiza con más detalle en los siguientes párrafos.



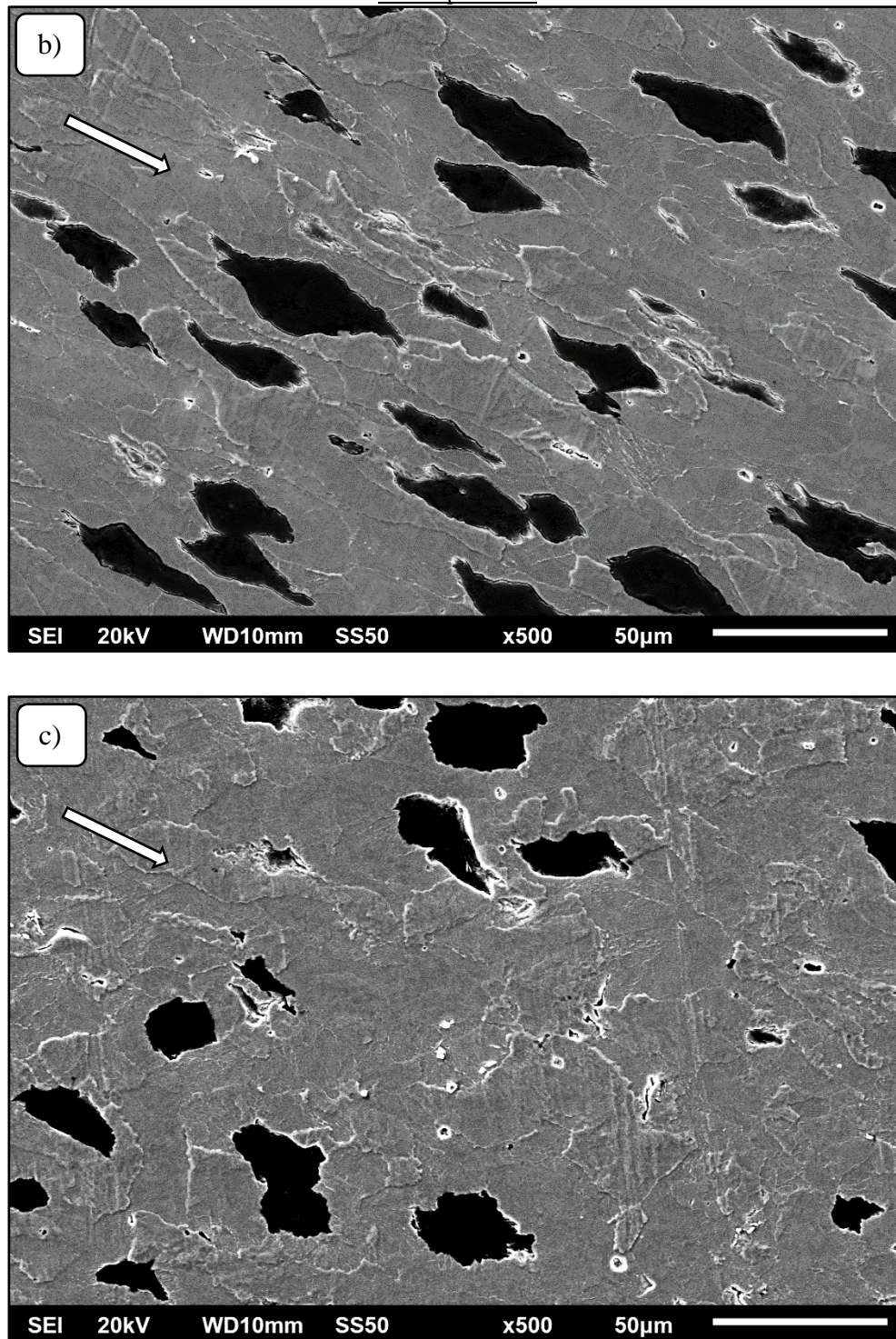


Fig. 3.4. Efecto de la deformación por ECAP en los granos de ferrita y nodulos; a) sin deformación, b) con 1P y c) con 3P.

### **3.2.1. Deformación con 1 paso por ECAP.**

La Fig. 3.5 es una micrografía de la muestra con 1 paso por ECAP, en donde se observa la presencia de algunos carburos provenientes de colada (puntos blancos), así como la deformación de granos de ferrita y los nódulos de grafito en la dirección de extrusión indicada con la flecha blanca.

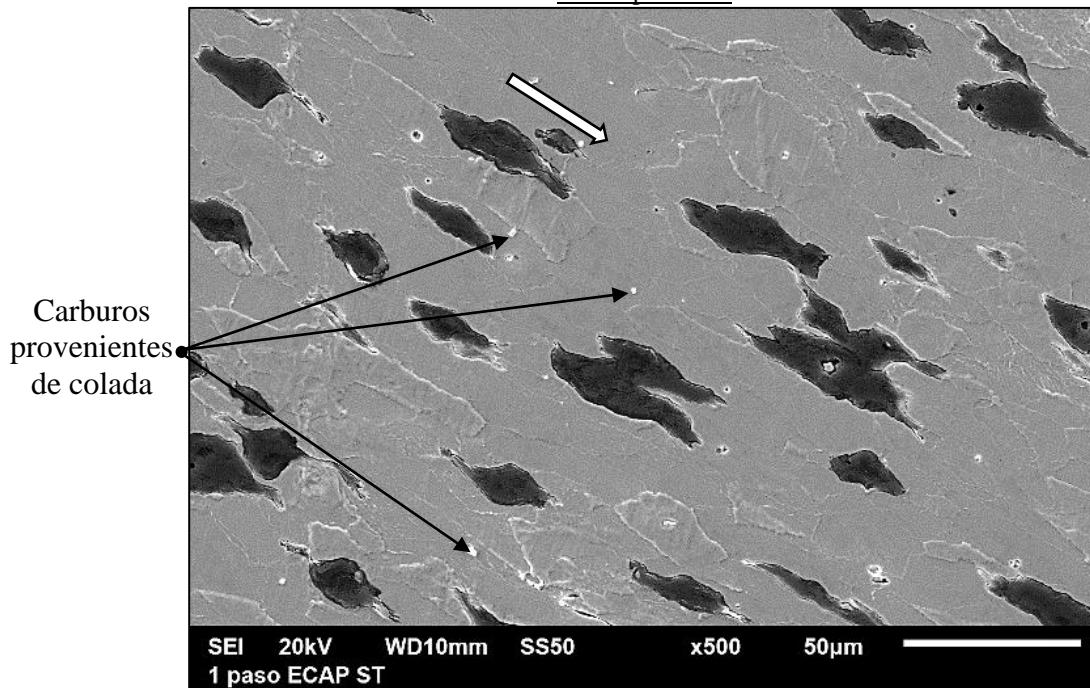


Fig. 3.5. Micrografía tomada con MEB de la muestra con 1 paso por ECAP.

La Fig. 3.6 muestra la deformación que sufrieron los granos de ferrita así como la formación de subgranos de esta fase, Fig. 3.6b. También es posible observar la presencia de carburos más pequeños (puntos blancos) que los mostrados en la Fig. 3.5, aunque debe mencionarse que debido a su tamaño tan pequeño no fue posible caracterizarlos mediante espectroscopia de energía dispersiva ni difracción de rayos X (DRX), pero se especula pueden ser de cementita.

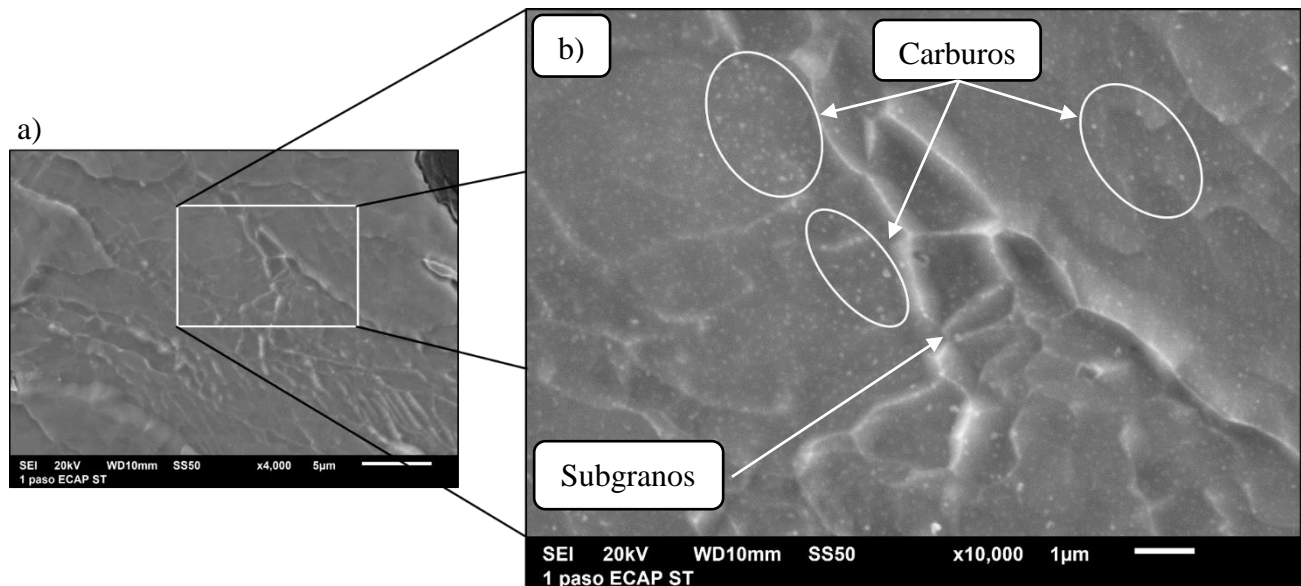


Fig. 3.6. Presencia de subgranos de ferrita en la muestra con 1P de ECAP.

La formación de subgranos de ferrita es consecuencia del proceso de recuperación dinámica que sufre la muestra durante el ECAP a 500 °C. La recuperación dinámica trata de llevar a una disminución de energía de deformación de red mediante el reordenamiento de las dislocaciones en las paredes de

celda. Este proceso también es llamado poligonización y se ilustra en la Fig 3.7. donde las dislocaciones de un signo se alinean en paredes para formar límites de ángulo pequeño o subgrano [30].

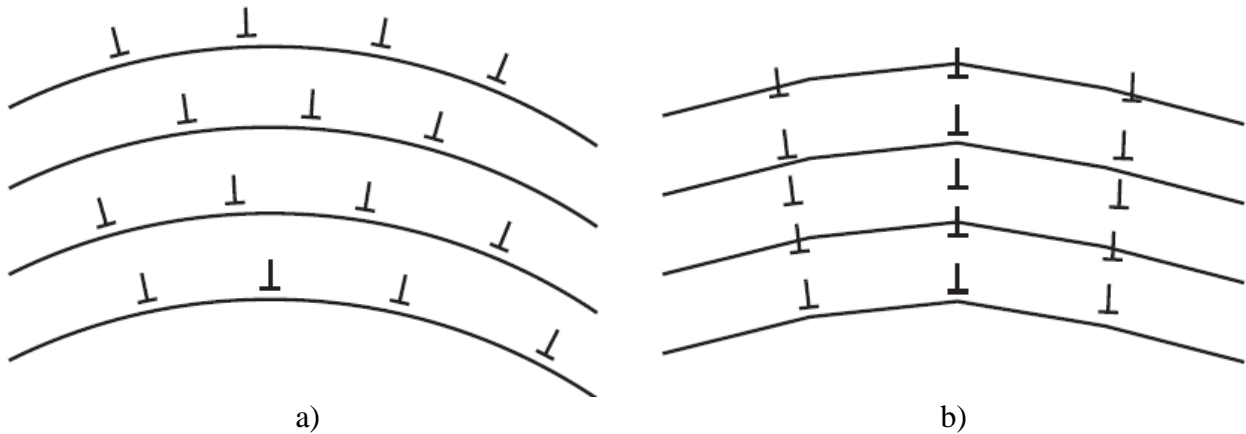


Fig. 3.7. Formación de subgranos a partir de dislocaciones o poligonización: a) Disposición aleatoria de exceso de dislocaciones paralelas de borde, b) alineación en paredes de dislocación.

Durante la deformación por ECAP, una región de la red se curva, Fig. 3.7a, que se atribuye a la formación en exceso de dislocaciones de borde paralelas al eje de flexión. Durante el ECAP a 500 °C las dislocaciones forman un límite secundario mediante un proceso de aniquilación y reorganización. Esto se observa en la Fig. 3.7b, en donde el exceso de dislocaciones de un signo permanece después del proceso de aniquilación dentro de las paredes [30].

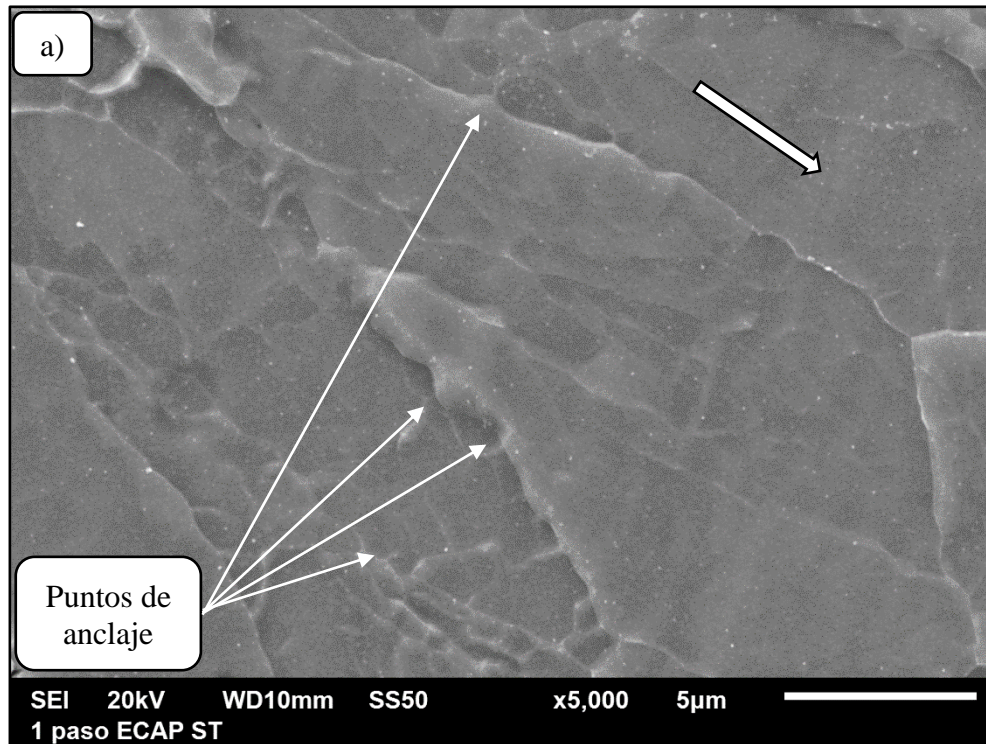
La poligonización es una forma simple de formación de sublímites, y el movimiento básico es el ascenso por el cual las dislocaciones de borde cambian su disposición de una agrupación horizontal a una vertical. Este proceso implica la migración de vacancias hacia o desde el borde de los semiplanos de las dislocaciones. La eliminación de vacancias de la red, junto con la reducida energía de deformación de las dislocaciones que resulta, puede explicar la energía almacenada observada durante esta etapa, mientras que el cambio en la dureza puede atribuirse a la reorganización de las dislocaciones y a la reducción de la densidad de dislocaciones [30].

En la Fig. 3.8 se observa que el flujo plástico de los granos de ferrita, provocado por la deformación, forma una microestructura con morfología aparente de tipo corte de obsidiana, que es una fractura concoidea que es típica de algunos minerales como el sílex ( $\text{SiO}_2$ , también llamado pedernal), la cuarcita (roca con alto contenido de cuarzo > 90%), la obsidiana (70 -75%  $\text{SiO}_2$  +  $\text{MgO}$  y  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) y el jaspe [31]. Esta morfología posiblemente se atribuya a la presencia de carburos (principalmente cementita), los cuales anclan los límites de granos impidiendo que se deslicen libremente entre sí durante la deformación plástica. Este mecanismo es similar al que se genera en las superaleaciones y se conoce como efecto “Anclaje Zener” [32], en donde la presencia de precipitados y átomos de soluto en el límite de grano retardan la velocidad de crecimiento impidiendo la recrystalización, ya que estas aleaciones son utilizadas en aplicaciones de alta temperatura y se requiere prevenir el crecimiento de grano mediante el efecto antes mencionado. En la Fig. 3.8b se observa que los granos de ferrita se elongan en dirección del esfuerzo de corte que predomina y se dividen en bandas de deformación [33], que son paquetes de líneas de deslizamiento que se observan en el interior de los granos de ferrita

Capítulo 3. Discusión de los efectos de la deformación severa sobre los tratamientos de austenitización intercrítica y austemperizado.

deformados, mostrando que la deformación no es homogénea [30]. Según Singh *et. al.* [33], conforme aumenta el grado de deformación mediante ECAP, el espesor de las bandas de deformación va disminuyendo por la aniquilación de dislocaciones, al igual que los límites de grano de bajo ángulo.

Como se sabe, los granos de los materiales policristalinos están orientados en diferentes direcciones y la deformación impuesta por ECAP a un material no es homogénea transversal ni longitudinalmente. Las bandas de deformación se forman debido a la subdivisión de granos en regiones de diferentes orientaciones por esfuerzos heterogéneos (durante el proceso de ECAP) transmitidos por los granos vecinos [33].



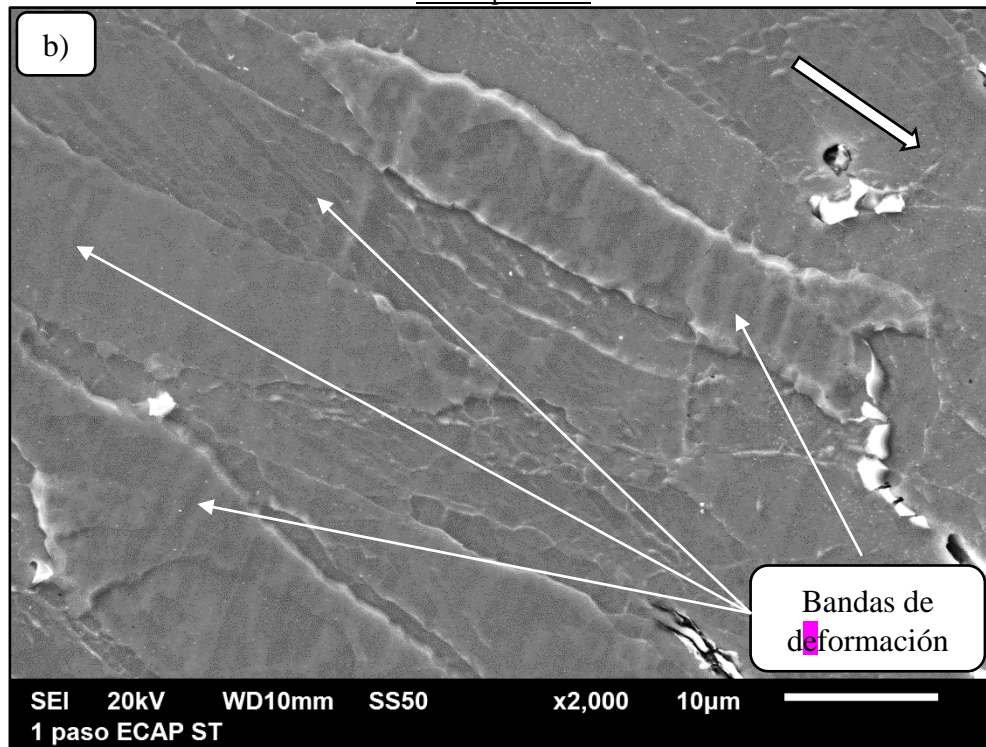


Fig. 3.8. Muestras deformadas con 1P de ECAP: a) microestructura con morfología de tipo corte de obsidiana y b) bandas de deformación.

### **3.2.2. Deformación con 3 pasos por ECAP.**

En la Fig. 3.9, se puede observar como algunos de los nódulos de grafito recuperaron parcialmente su forma esférica en comparación con las muestras deformadas con 1 paso por ECAP, esto se atribuye al giro de 180° que se le dio a la muestra en cada paso. La deformación de los nódulos de grafito no se analizó más a detalle debido a que no es el objetivo de esta investigación.



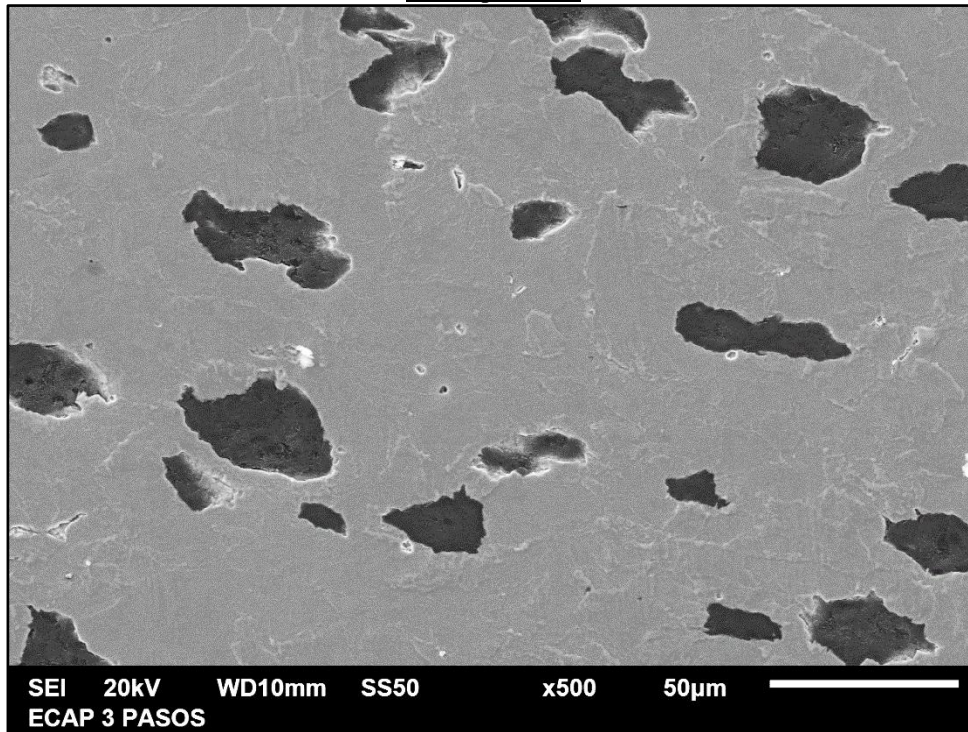


Fig. 3.9. Micrografía obtenida con MEB de la muestra con 3 pasos por ECAP.

Como se observa en la Fig. 3.10a las bandas de deformación ya no están presentes y la cantidad de subgranos aumentó además de que los granos de ferrita iniciales ya no están elongados y exhiben una morfología de carácter equiaxial, Fig. 3.10b. La temperatura de extrusión y el aumento de la densidad de dislocaciones (energía almacenada en el material) provocado por cada paso de ECAP, da lugar a una recuperación dinámica parcial, ya que las dislocaciones dispersas en el interior de las bandas de deformación, se aniquilan entre sí [33], provocando que se reduzca su espesor conforme aumenta la deformación además de contribuir a la formación de subgranos [33], los cuales se encuentran entre 1 y 2 micras. La Tabla 3.3 muestra el tamaño de los subgranos de las muestras con 1P y 3P por ECAP (el Anexo I muestra la cantidad de subgranos que se midieron, así como su longitud para obtener el tamaño de subgrano promedio), en la cual es evidente que, la diferencia entre el tamaño de subgranos de las muestras con 1P y 3P de ECAP es mínimo. La diferencia radica en que la muestra con 3P de ECAP la cantidad de subgranos es mayor, debido al proceso de poligonización explicado en párrafos anteriores, como se puede observar en la Fig. 3.11.

Tabla 3.3. Tamaño de subgranos promedio de muestras con 1P y 3P de ECAP.

Pasos de ECAP	Tamaño de subgrano promedio, $\mu\text{m}$
1P	$1.9 \pm 1.2$
3P	$1.5 \pm 0.5$

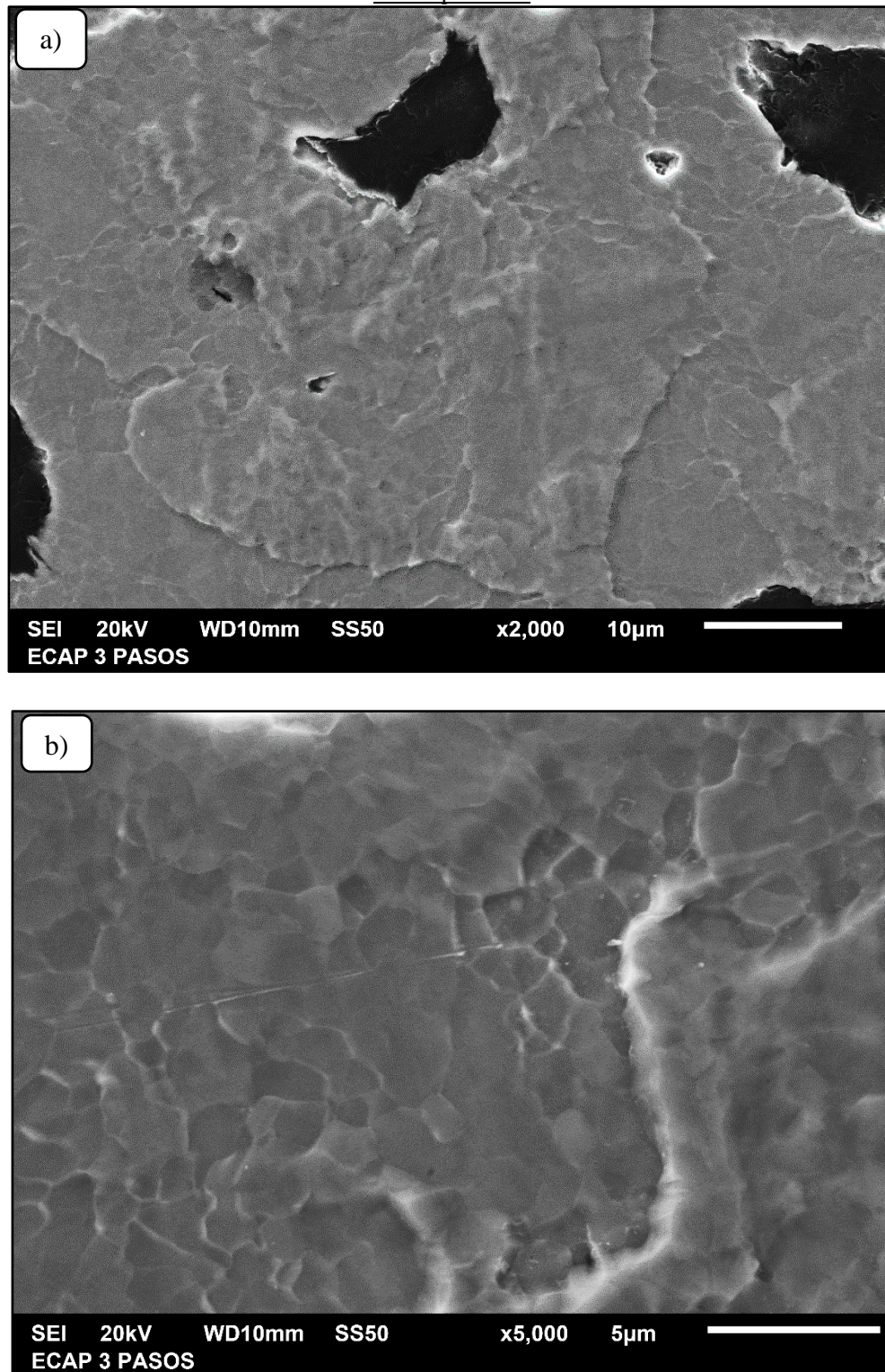


Fig. 3.10. Microestructura de la muestra con 3 pasos por ECAP: a) ausencia de bandas de deformación en el interior de los granos de ferrita y b) la presencia de subgranos de ferrita.

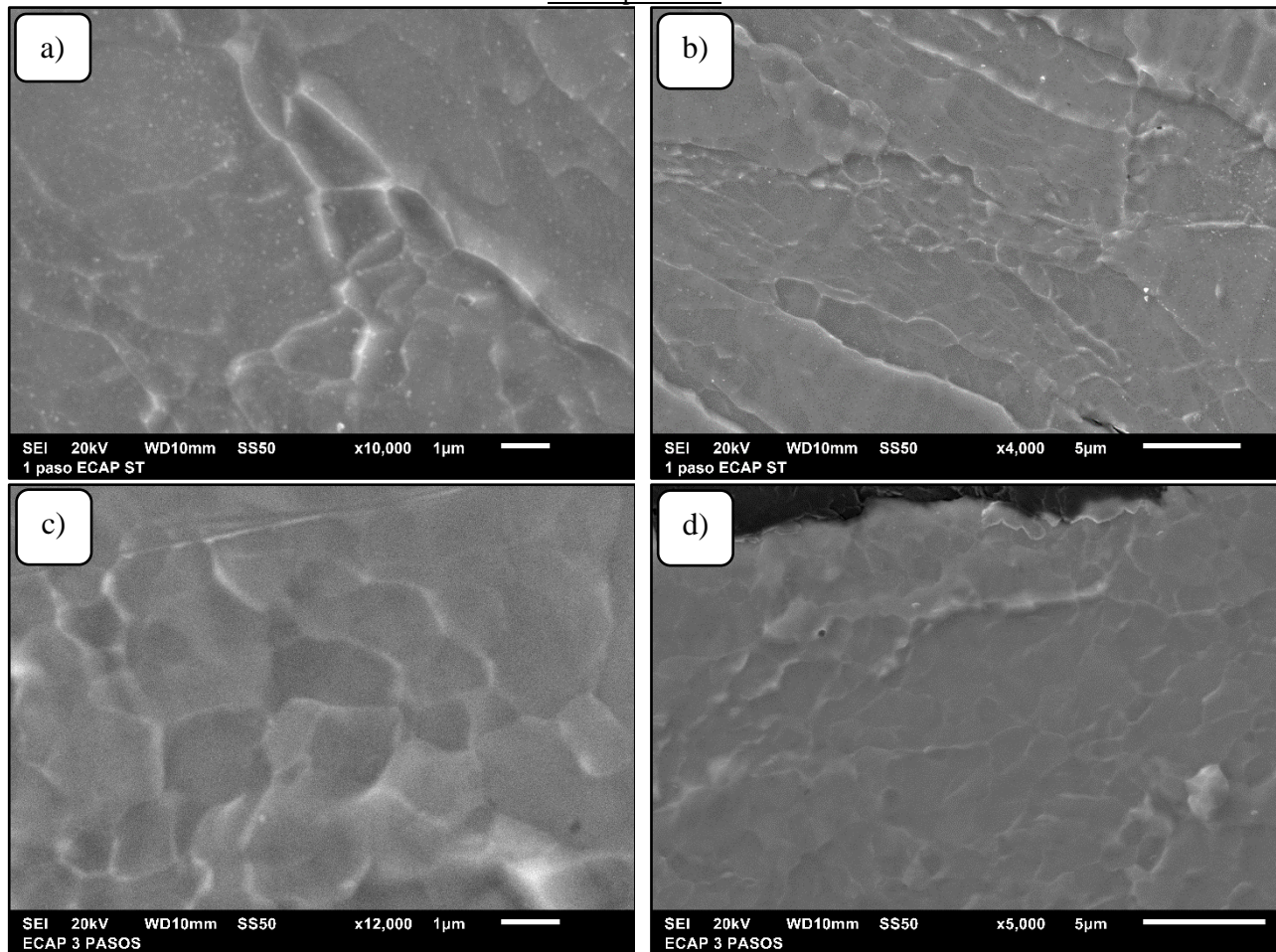


Fig. 3.11. Diferencias entre la cantidad de subgranos formados entre las muestras con 1P de ECAP y 3P de ECAP: a) y b) muestras con 1P de ECAP y c) y d) muestras con 3P de ECAP.

### 3.2.3. *Endurecimiento provocado por la deformación severa.*

La Fig. 3.12. muestra las microdurezas del hierro nodular SD (sin deformación) con 1 y 3 pasos por ECAP. Al deformar plásticamente un material, éste aumenta su dureza debido al incremento de la densidad de dislocaciones. En el hierro nodular utilizado en esta investigación, esta aseveración no es la excepción, ya que como se puede observar en la Fig. 3.12, la dureza se con cada paso de ECAP. Es importante mencionar que el incremento en la dureza de la muestra está asociada al crecimiento de la fracción de límites de grano de ángulo grande, los cuales se forman a partir de la poligonización generada en los primeros pasos de deformación como se observa en las Figs. 3.8 y 3.10. Como se mencionó anteriormente, hay evidencia que se llevó a cabo el proceso de recuperación dinámica parcial de las muestras con 1P y 3P con ECAP debido a la temperatura a la cual se realizó este proceso, lo cual no permite que la dureza se incremente de manera significativa en comparación a si el hierro fuera procesado a temperatura ambiente.

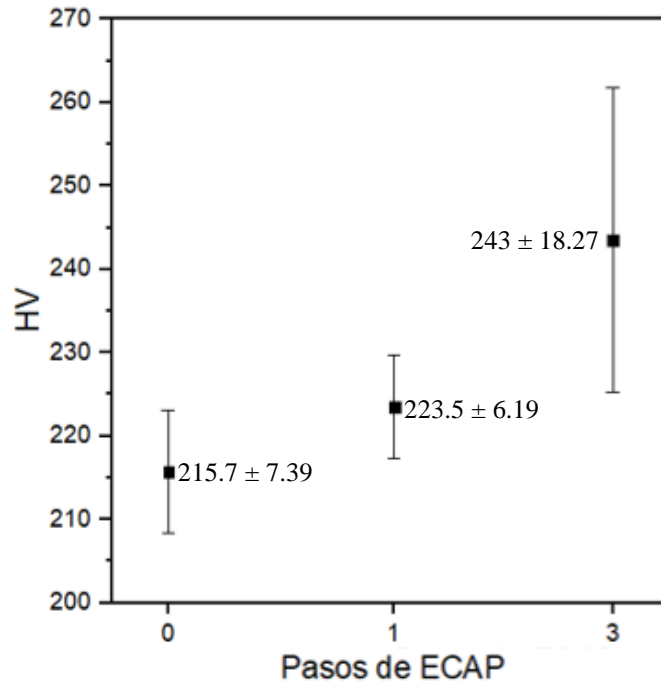


Fig. 3.12. Microdurezas de muestras con 0, 1 y 3 pasos por ECAP sin recocido intercrítico.

*Nota:* la alta dispersión en las mediciones de dureza en la muestra con 3P por ECAP se atribuye a que la deformación en la barra extruida no es homogénea transversal ni longitudinalmente, lo cual causa una alta variación en las mediciones de dureza.

### 3.3. Recocido intercrítico de hierro nodular.

Según el contenido de carbono del HN y el diagrama de fases calculado con el software Thermo-Calc para el HN, las temperaturas críticas superior ( $T_{CS}$ ) e inferior ( $T_{CI}$ ) se encuentran en 828 °C y 799 °C respectivamente, considerando lo anterior, se decidió realizar recocidos intercríticos a una temperatura en la cual la fracción volumétrica de austenita obtenida fuera de aproximadamente 65%, para que durante el tratamiento de austemperizado posterior, se tenga una mayor cantidad de austenita que transforme a ausferrita, la cual se ha demostrado que incrementa las propiedades mecánicas (resistencia a la cedencia, resistencia a la tensión y elongación [34–36]), y poder comparar las propiedades obtenidas con otras investigaciones en las que obtuvo un porcentaje similar de dicha fase.

Se realizó un recocido intercrítico a 805 °C (ver Fig. 3.13a, línea verde) por 1 hora en una muestra sin deformación y se enfrió rápidamente en agua a temperatura ambiente (se asumió que la austenita formada durante el recocido intercrítico transformo a martensita durante el temple y, por lo tanto, a esta martensita se le llamara austenita en las siguientes secciones), obteniendo  $65.4 \pm 4\%$  de fracción volumétrica de austenita, la cual se midió mediante MO. La cuantificación de la fracción volumétrica de cada fase obtenida en el recocido intercrítico de las muestras con y sin ECAP, se realizó con el analizador de imagen del software *Stream Essentials* tomando mediciones en 30 campos de acuerdo con la norma ASTM E-562. El Anexo II muestra la cuantificación de la fracción volumétrica de austenita y ferrita obtenidas en cada campo de las muestras recocidas SD, con 1P de ECAP y con 3P de ECAP.

Capítulo 3. Discusión de los efectos de la deformación severa sobre los tratamientos de austenitización intercrítica y austemperizado.

Según el software Thermo-Calc, el 65% de fracción volumétrica de austenita se debió haber obtenido a 815 °C, como lo indica la línea roja de la Fig 3.13a. Ambos valores tienen una discrepancia ligera, lo cual se puede asociar a la variabilidad de temperatura propia del horno, además de que no se tuvo un control estricto en la velocidad de calentamiento, lo cual también puede modificar las temperaturas de transformación. Con el software Thermo-Calc también se calculó el “*diagrama de propiedades*” (Fig. 3.13b), el cual permite visualizar el porcentaje de cada fase conforme aumenta la temperatura, y de este modo comparar los valores de las fracciones volumétricas obtenidas con los valores experimentales, los cuales en este caso son muy cercanos.

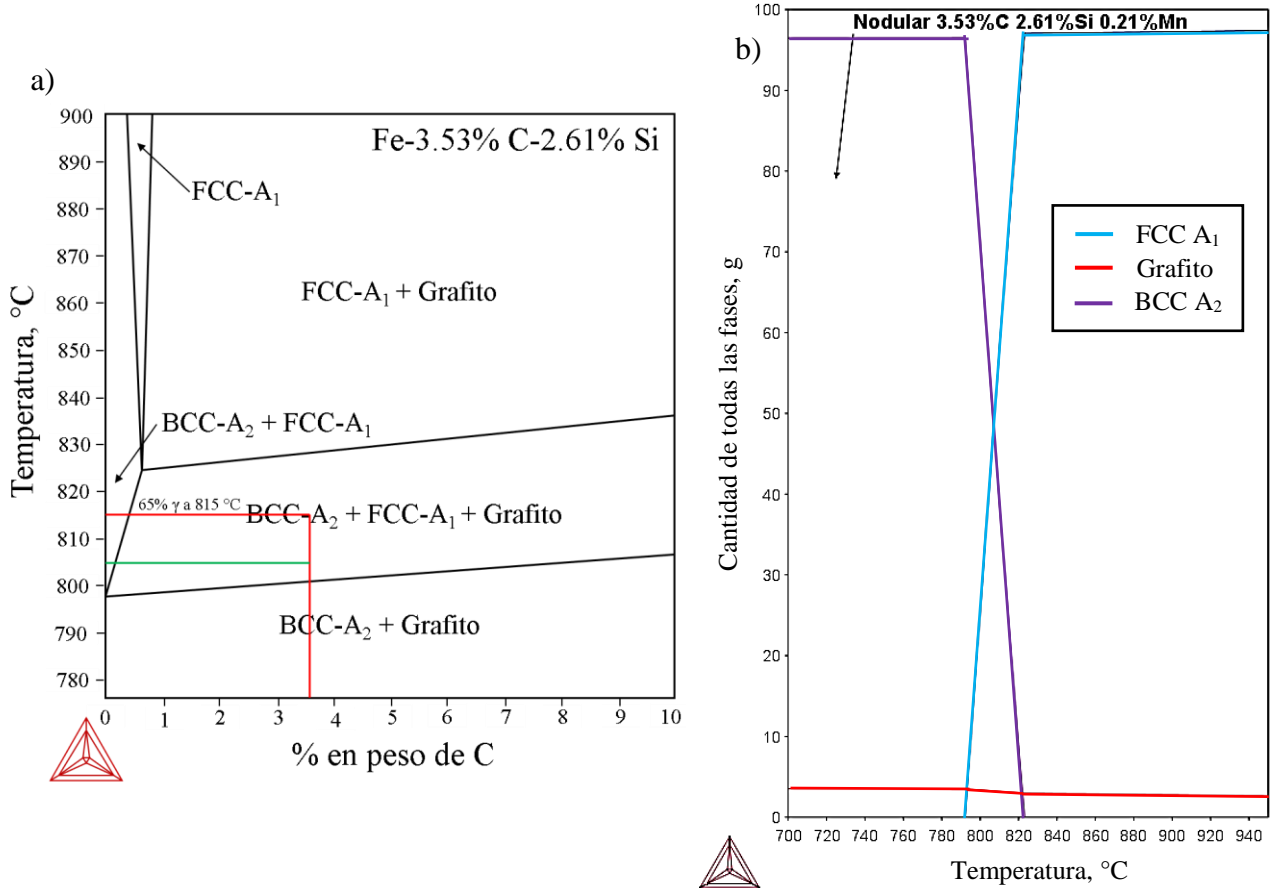


Fig. 3.13. Diagrama de fases para la estimación de la temperatura de recocido intercrítico para obtener 65% de austenita, a) diagrama de fases Fe-C-Si y b) diagrama de propiedades.

La Fig. 3.14, muestra las regiones en donde se midieron las fracciones volumétricas de austenita, ferrita y grafito para una muestra sin deformación. En esta cuantificación, la fracción volumétrica de grafito obtenida ya no se tomó en cuenta, ya que esta fue calculada con anterioridad (el Anexo II muestra la cuantificación de nódulos de grafito en cada campo).

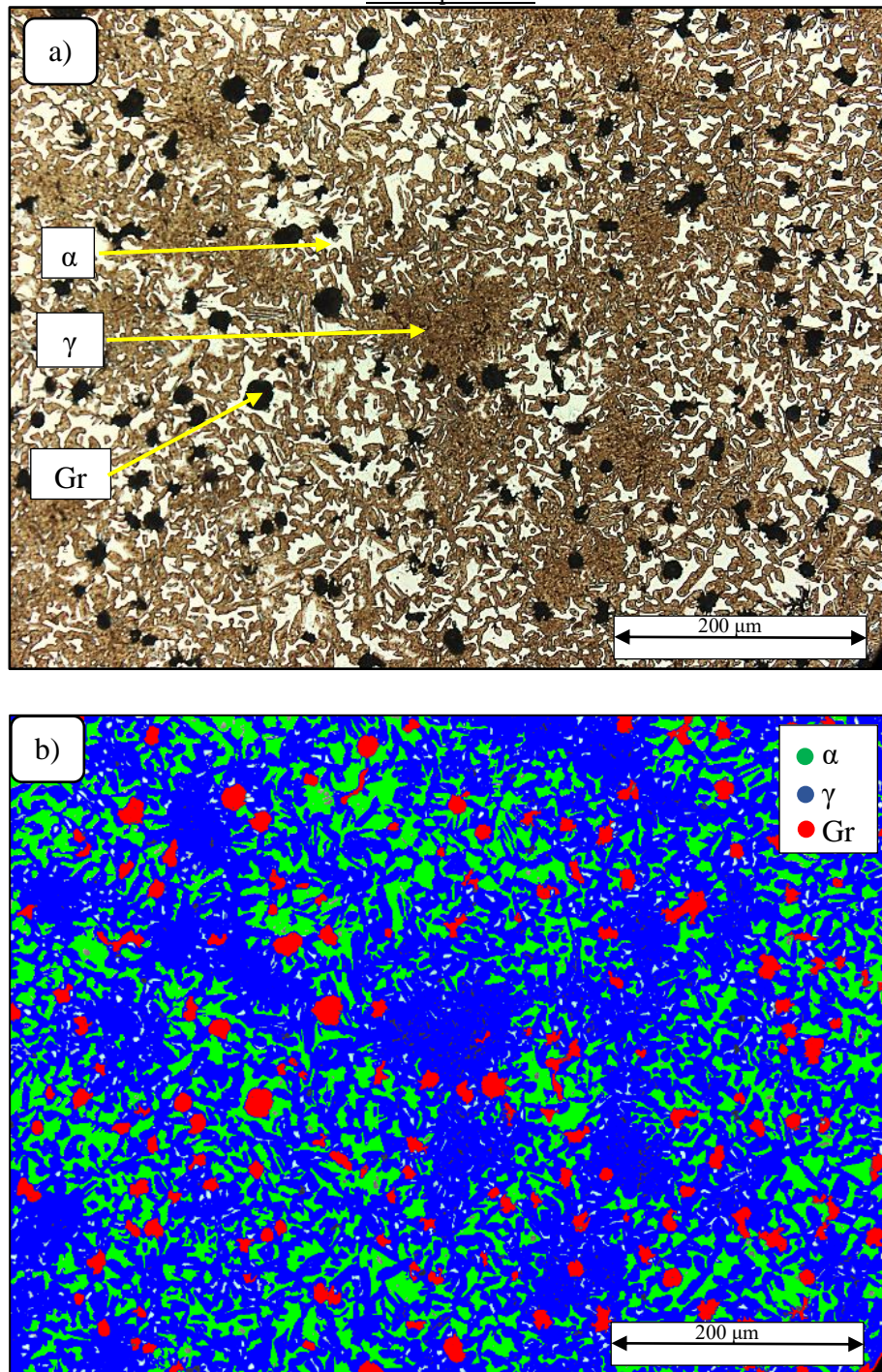
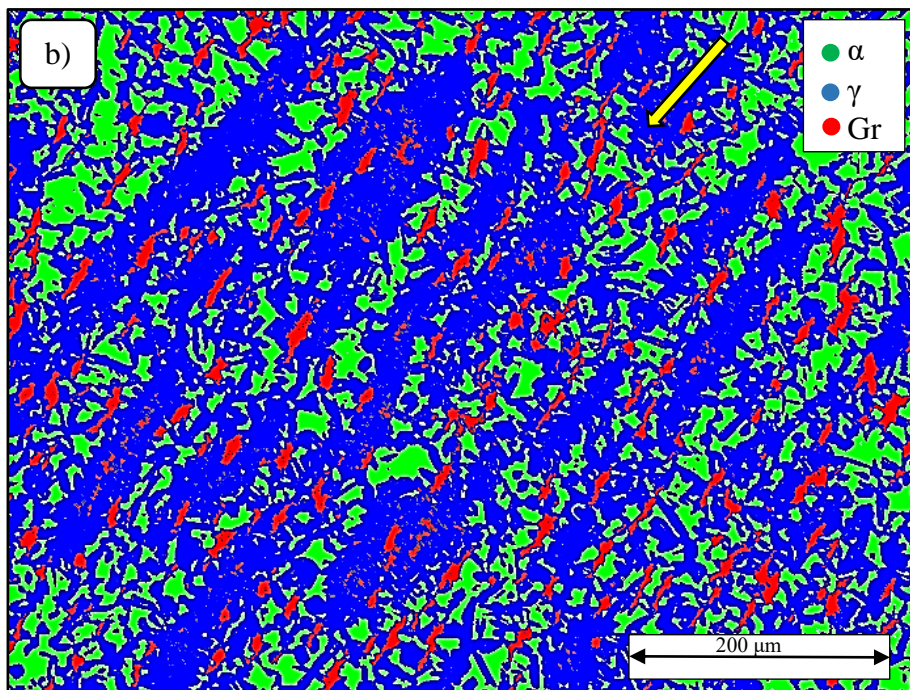
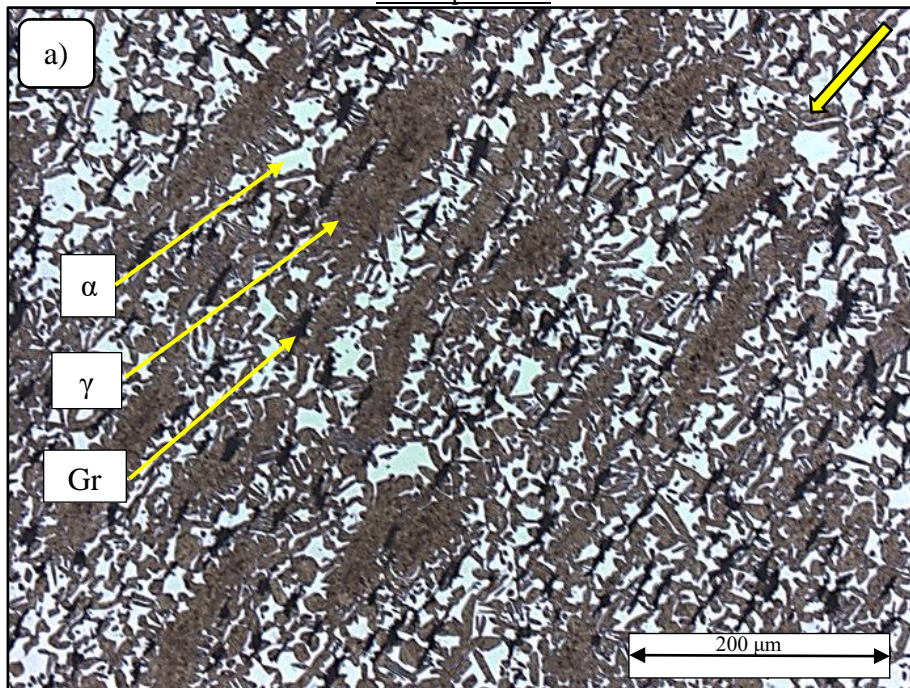


Fig. 3.14. Ejemplo de uno de los campos que se tomaron para la cuantificación de fases de muestra SD: a) microestructura obtenida en el recocido intercrítico a 805 °C por 1 hora, templada en agua a temperatura ambiente y atacada con nital al 2% y b) imagen procesada con el analizador de imagen del software *Stream Essentials* para la cuantificación de fases.

La Fig. 3.15 muestra las microestructuras obtenidas en los recocidos intercríticos de las muestras deformadas con 1 y 3 pasos, y la Tabla 3.4 enlista las fracciones volumétricas de austenita y ferrita obtenidas para todas las muestras.

Capítulo 3. Discusión de los efectos de la deformación severa sobre los tratamientos de austenización intercrítica y austemperizado.



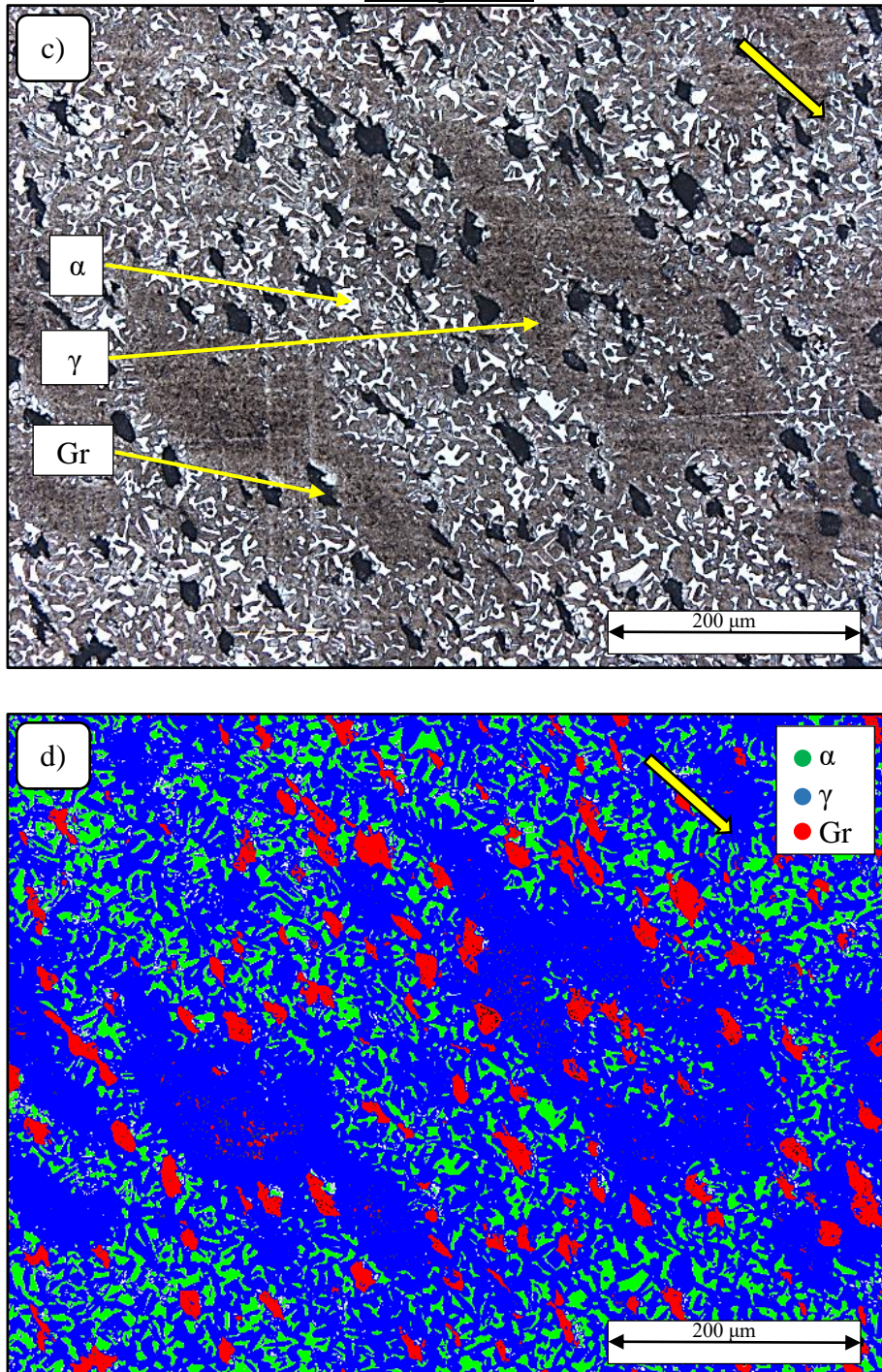


Fig. 3.15. Microestructuras de muestras deformadas, recocidas a 805 °C y templadas en agua a temperatura ambiente junto con sus respectivas imágenes, procesadas con el analizador de imagen *Stream Essentials* para la cuantificación de fases; a), b) con 1P de ECAP y c) y d) con 3P de ECAP.



Tabla 3.4. Fracciones volumétricas de austenita, ferrita y grafito en muestras sin deformación y deformadas por ECAP recocidas a 805 °C por 1 hora.

Pasos de ECAP	Fracción volumétrica, %		
	Austenita	Ferrita	Grafito
0	65.4% ± 4.0	25.2 ± 4.2	9.1 ± 2
1	65.8 ± 6.4	23.2 ± 5.7	9.1 ± 2
3	76.1 ± 4.4	11.9 ± 2.7	9.1 ± 2

Como se puede observar en la Tabla 3.4, no hay mucha variación en las fracciones volumétricas de austenita obtenidas en las probetas sin deformación (*SD*, 65.43% ± 4.0) y con 1 paso por ECAP (65.8% ± 6.4). Sin embargo, para este mismo tratamiento, la fracción volumétrica de austenita con 3 pasos por ECAP aumentó un 10.7%. Esto se puede asociar a que la deformación provocada por ECAP aumenta la densidad de defectos cristalinos, los que pueden servir como sitios preferenciales de nucleación, generando una gran cantidad de núcleos de austenita distribuidos uniformemente [37].

La velocidad de difusión del carbono a lo largo de los límites de grano es más alta que la difusión a través de la matriz [37], en otras palabras, la austenita crece preferencialmente a lo largo de los límites de grano de la ferrita como se puede apreciar en la Fig. 3.16, la cual muestra microestructuras correspondientes al recocido intercrítico a 805 °C por 5 min, de las muestras *SD*, con 1 y 3 pasos de ECAP, para observar el inicio del crecimiento de austenita en la región intercrítica. De acuerdo con Yi *et al.* [38] la velocidad de austenitización isotérmica disminuye bruscamente cuando los granos de ferrita recristalizados están completamente rodeados por austenita

. Dado que el coeficiente de difusión a lo largo y a través del límite de grano es diferente, el crecimiento de la austenita en los límites de grano de la ferrita recristalizados, con el tiempo de tratamiento isotérmico, es más rápido que su crecimiento en la matriz de ferrita. Finalmente, a medida que aumenta la cantidad de austenita, todos los límites de ferrita se cubren con austenita, mientras que la velocidad de crecimiento de austenita en los granos de ferrita permanece esencialmente constante después de un período de recocido inicial de 30-60s.

Cuando los límites de grano de la ferrita en la microestructura de partida están separados completamente por austenita, la velocidad de crecimiento de austenita disminuye si se mantiene isotérmicamente, por tanto, el crecimiento de austenita ahora es controlado por difusión a través de la matriz y no por difusión en el límite de grano [37]. Además, en la Fig. 3.16b y c se puede observar que los granos de ferrita ya recristalizaron completamente para 5 min de recocido en las muestras deformadas, siendo evidente que en la muestra con 3P de ECAP los granos recristalizados son más pequeños que los de las muestras sin deformación y con 1 P de ECAP. Esto se puede deberse a que la muestra con 3P de ECAP tiene mayor densidad de defectos cristalinos que propiciarán que la ferrita recristalice en granos más pequeños y estos a su vez servirán como sitios de nucleación y crecimiento de la austenita.

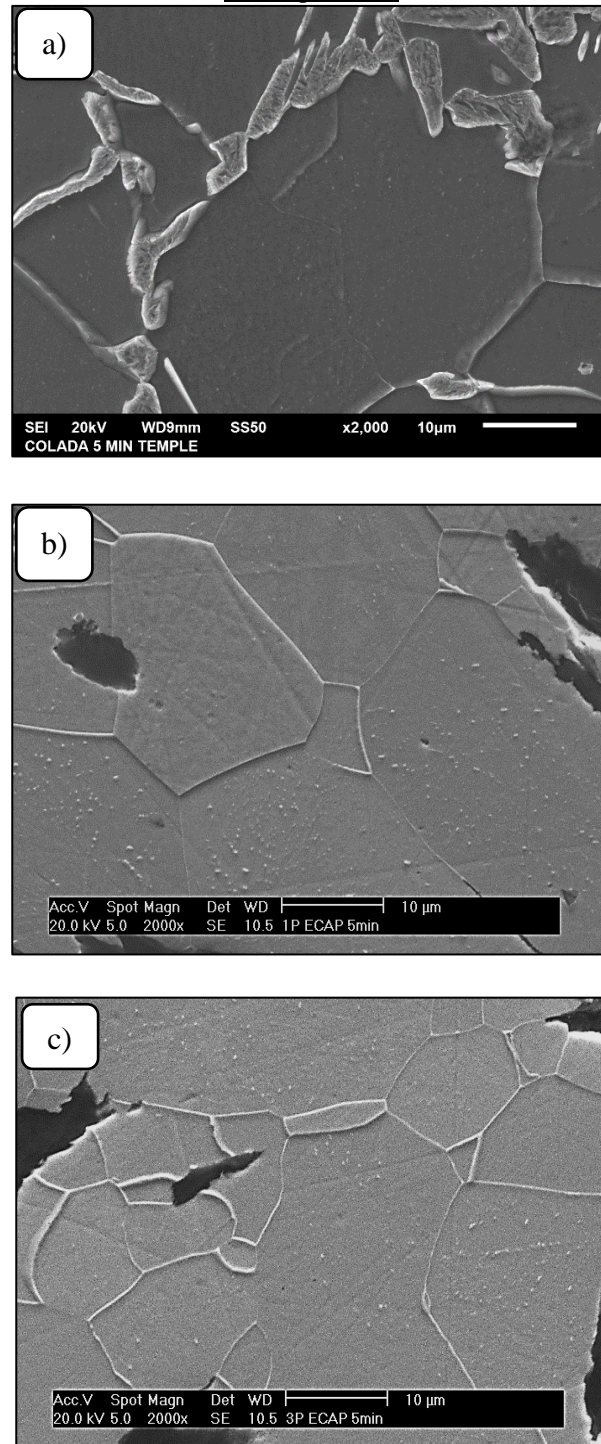


Fig. 3.16. Micrografías en las que se observa el inicio del crecimiento de austenita en el límite de grano de ferrita durante el recocido intercrítico a un tiempo corto (805 °C por 5 minutos); a) SD, b) con 1P de ECAP y c) con 3P de ECAP.

Como se mencionó anteriormente, el tratamiento térmico de recocido intercrítico se realizó a 805 °C por una hora para las muestras con 1 y 3 pasos con ECAP, obteniendo las fracciones volumétricas de cada fase mostradas en la Tabla 3.3 (pag. 36). En la muestra con 1 paso por ECAP y recocida se observaron algunas zonas en donde el crecimiento de la austenita no fue homogéneo en la matriz (Fig.

3.17). Esto se atribuye a que en estas zonas probablemente exista segregación de elementos alifenos ( $\alpha$ ) como el Si, Cr y Mo, los cuales retrasan la nucleación y crecimiento de la austenita. Además, en estas zonas puede haber presencia de carburos de segregación, los cuales pudieran anclar la interfaz de avance de la austenita impidiendo su crecimiento.

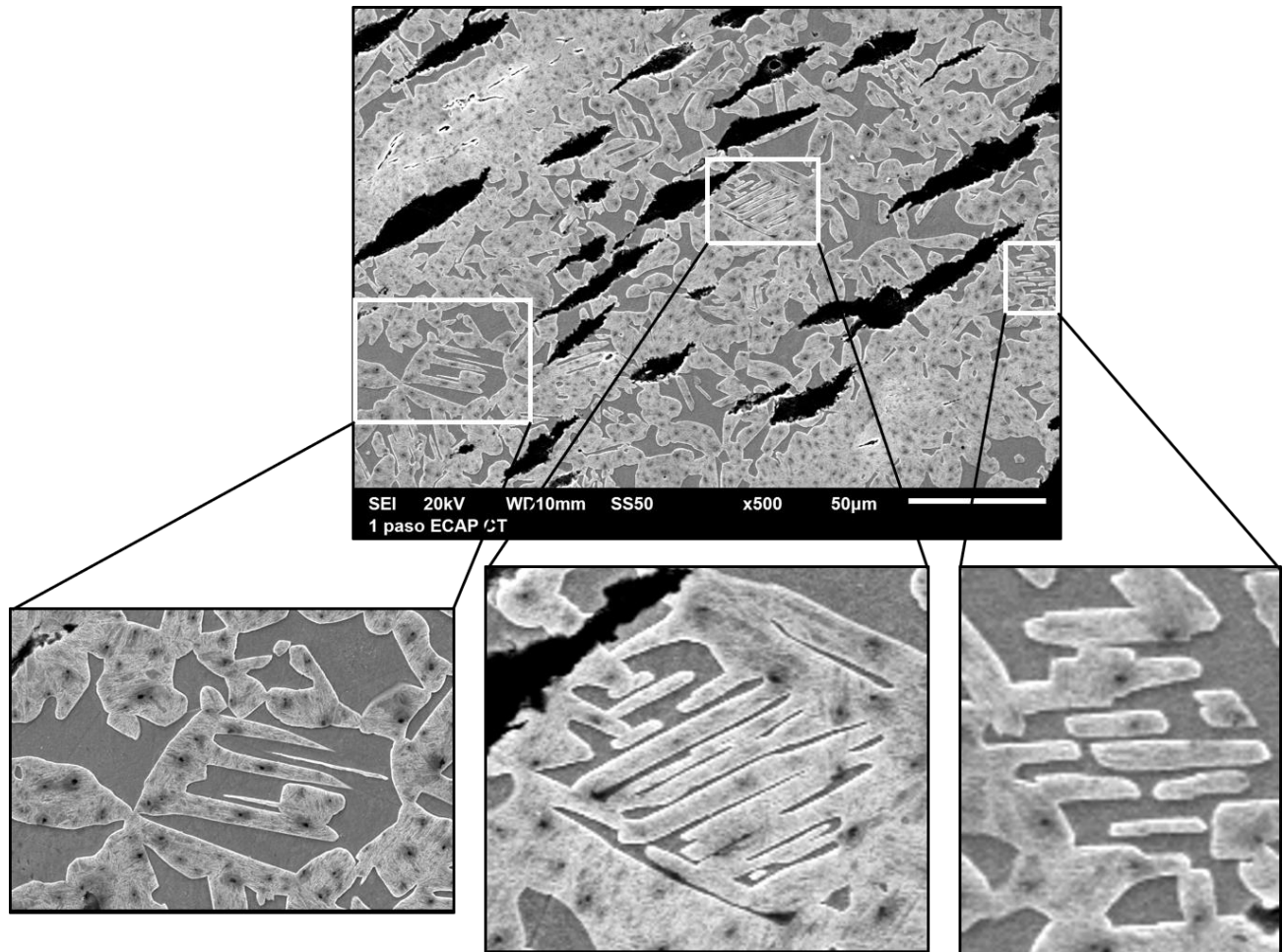


Fig. 3.17. Microestructuras de muestras con 1 paso por ECAP y con 1 hora de recocido intercrítico en las que se observan zonas de crecimiento heterogéneo de martensita (austenita).

La fracción volumétrica de austenita aumentó en la muestra con 3 pasos por ECAP, debido a esto, en la Fig. 3.18 ya no se observan zonas de crecimiento heterogéneo como en la Fig. 3.17, ya que estas zonas quedaron cubiertas por la austenita. Sin embargo, es importante mencionar que en la Fig. 3.18 se observaron intercaras ortogonales (formando ángulos de  $90^\circ$ ) indicadas dentro de rectángulos e intercaras rectas (marcadas con líneas), las cuales son semicoherentes con la interfaz de la ferrita y la ausferrita [39]. Sin embargo, se debe comentar que para este trabajo, la morfología de estas intercaras no es motivo de estudio por lo que no se discuten con mayor detalle.

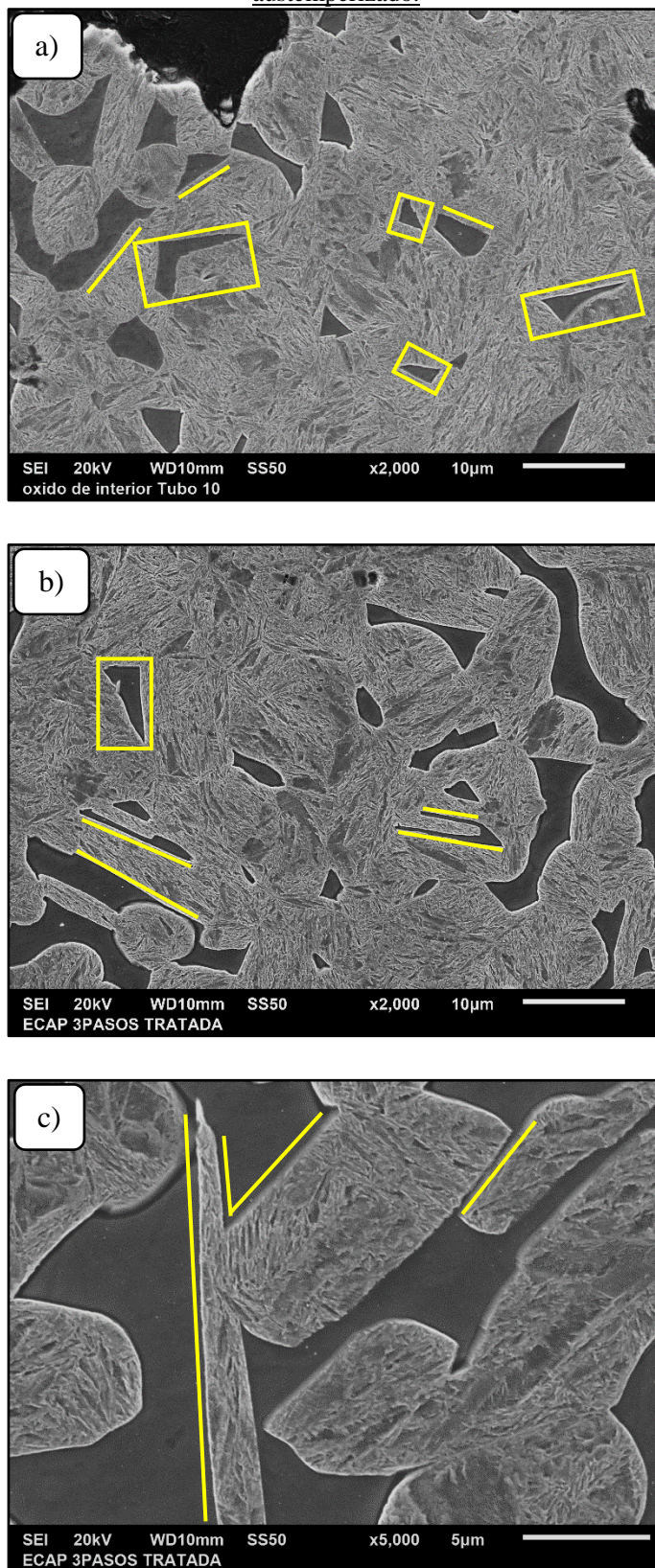


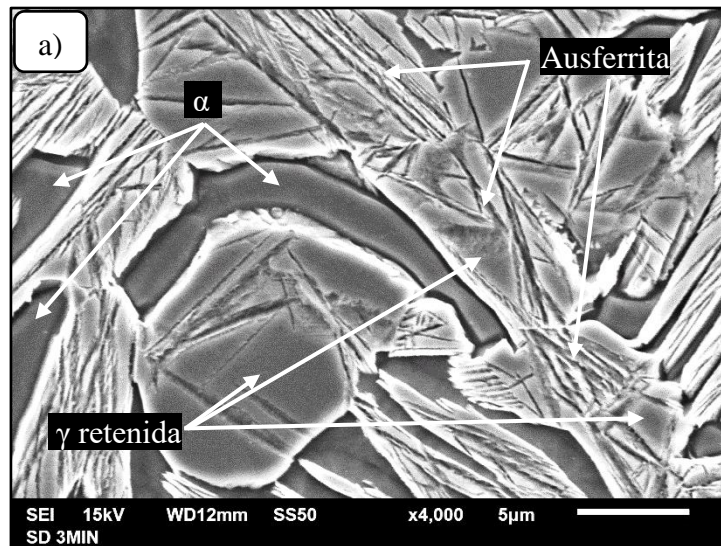
Fig. 3.18. Microestructuras de muestras con 3 pasos por ECAP y con recocido intercrítico en las que se observan intercaras ortogonales y rectas.

### 3.4. Tratamiento de austemperizado en las muestras sin deformación, con 1 y 3 pasos por ECAP.

Con el objetivo de seguir la cinética de crecimiento de la ausferrita y ver como se modifica con la deformación por ECAP y por el recocido intercrítico aplicado, se realizaron tratamientos de austemperizado en muestras con deformación por ECAP y sin deformación (*SD*) bajo las condiciones mencionadas en las secciones anteriores.

#### 3.4.1. Austemperizado a 3 minutos.

Conforme aumenta el tiempo de austemperizado y al ubicarse en la región de ferrita + grafito (en el diagrama de fases), la ferrita que está creciendo va expulsando carbono de su estructura hacia la austenita de sus alrededores, enriqueciéndola y estabilizándola térmicamente. Como se puede observar en la Fig. 3.19, el crecimiento de la ausferrita está en sus inicios en la muestra *SD* (Fig. 3.19.a), con 1P (Fig. 3.19.b) y 3P por ECAP (Fig. 3.19.c). En una primera aproximación, se percibe que no hay diferencia en cuanto a fracción volumétrica de la ausferrita, por lo que se puede inferir que la deformación impuesta por ECAP no tiene una gran influencia sobre la cinética de crecimiento de la ausferrita en sus etapas iniciales. De acuerdo con la Fig. 3.21 (pag. 49), para 3 min. de austemperizado hay mayor % de austenita retenida en la muestra *SD* (10.8%) que en la muestra con 1P por ECAP (5.4%). Este comportamiento se atribuye a la estabilización mecánica de la ausferrita debido a la deformación provocada por ECAP, retardando la descomposición de la austenita como se explicó en la sección 1.4.



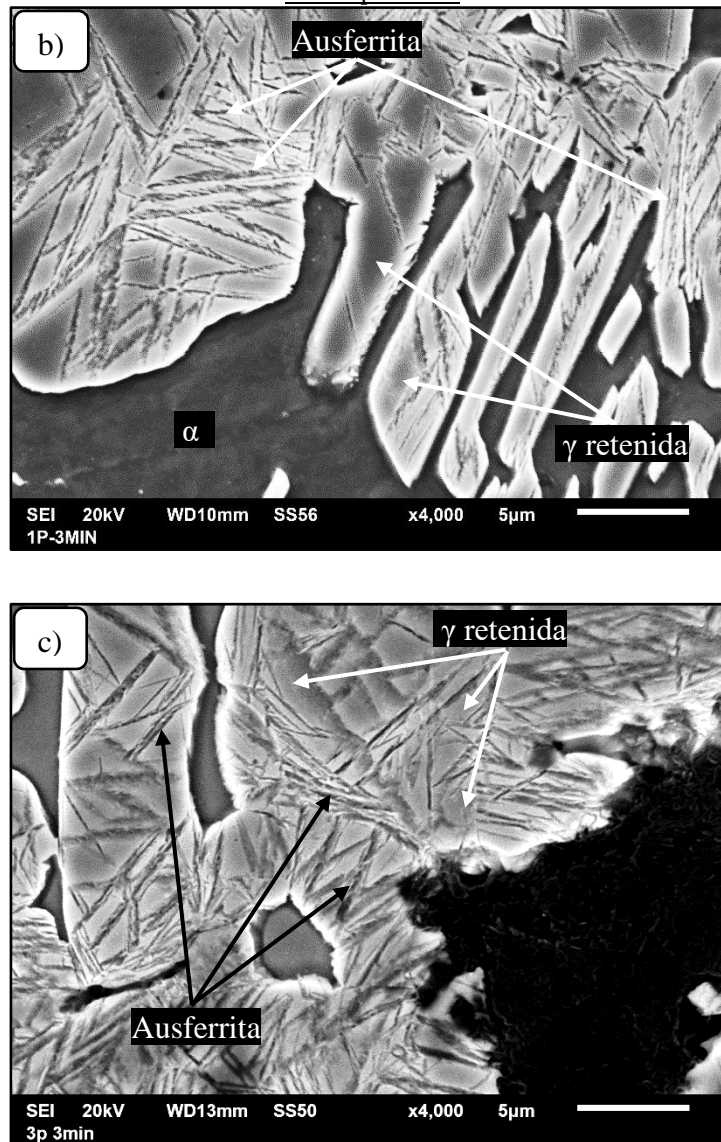


Fig. 3.19. Microestructuras de muestras austemperizadas 3 min. a) SD, b) con 1P y c) 3P por ECAP.

### 3.4.2. Austemperizado a 15 minutos.

En la Fig. 3.20, para 15 min. de austemperizado, el % de ausferrita y austenita retenida aumentó en las tres condiciones. Según la Fig. 3.20, las muestras SD, 1P y 3P por ECAP austemperizadas tienen 13.9, 9 y 16% de austenita retenida respectivamente. Al igual que en el tratamiento de 3 min. de austemperizado, el % de austenita retenida en la muestra con 1P por ECAP es menor que la muestra SD, pero en la muestra con 3P por ECAP el % de austenita retenida aumenta ligeramente respecto a la muestra SD, esto se debe a que durante la etapa de recocido intercrítico, en la muestra con 3P se obtuvo una mayor fracción volumétrica de austenita ( $76.1\% \pm 4.4$ ) que es la que promueve una mayor cantidad de austenita retenida durante el austemperizado.

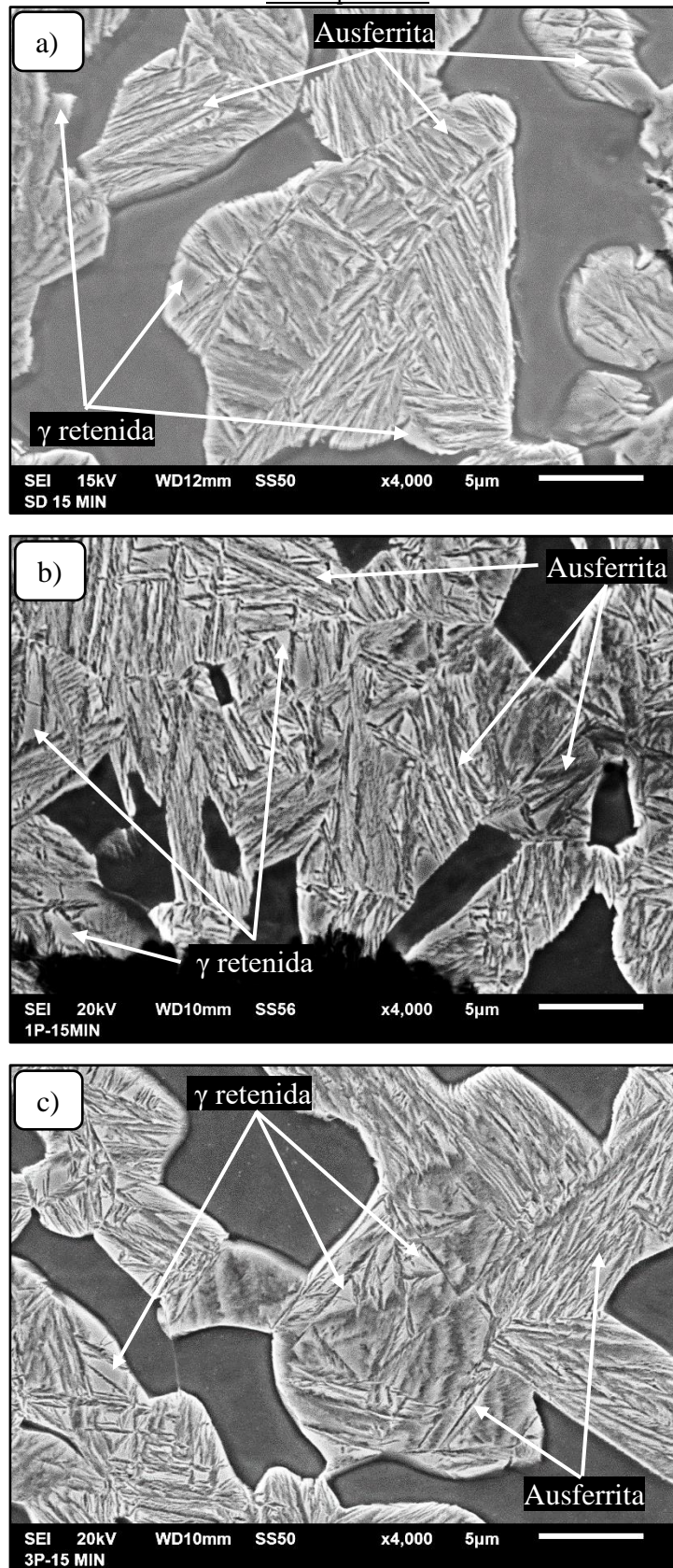
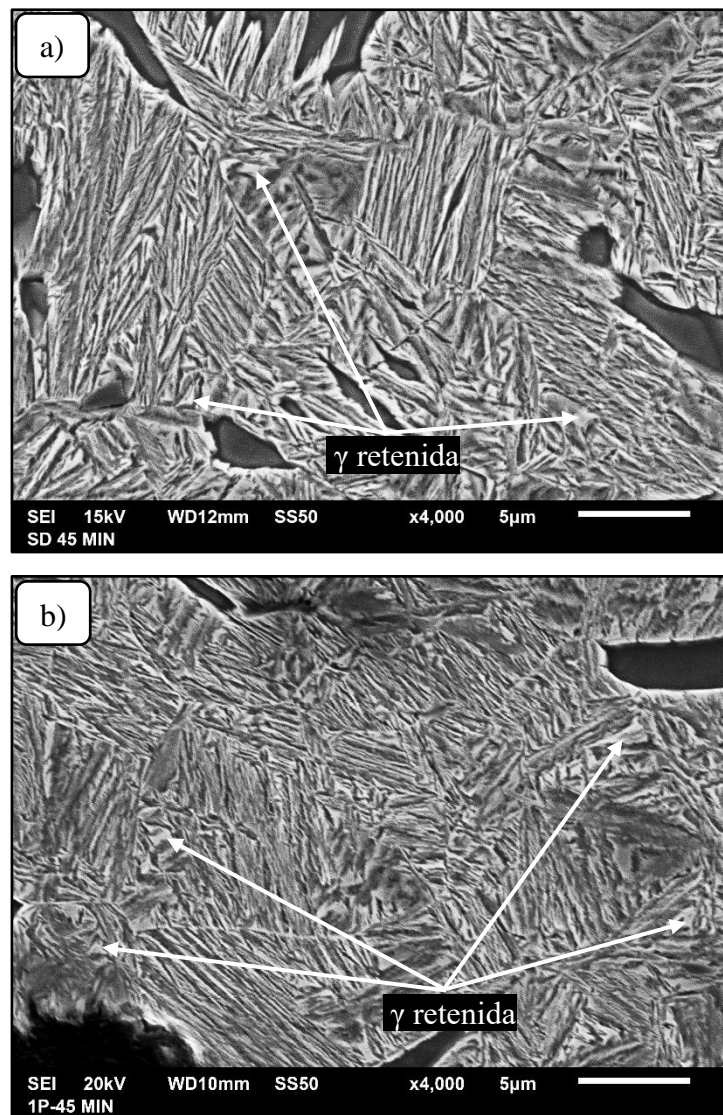


Fig. 3.20. Microestructuras de muestras austemperizadas 15 min. a) SD, b) con 1P y c) con 3P por ECAP.

### 3.4.3. Austemperizado a 45 minutos.

Con 45 min. de tratamiento, la transformación está casi completa pero aún se observan zonas de austenita retenida, estas zonas también son conocidas como bloques de austenita (Fig. 3.21), los cuales están estabilizados térmicamente, puesto que en el enfriamiento posterior al austemperizado no se observó presencia de martensita en el MEB ni en DRX. Como se observa en la Fig. 3.22, la fracción volumétrica de austenita retenida prácticamente se mantiene constante en comparación con el tratamiento de 15 min. De acuerdo con la literatura, existe otra morfología de la austenita que se presenta en este tipo de microestructuras y que no es posible resolverla bajo el microscopio de barrido y es llamada placas de austenita enriquecidas de C, las cuales se encuentran entre la ferrita acicular (ver Fig. 1.5). Esta morfología aumenta a medida que la transformación lo hace y sustituye gradualmente a los bloques de austenita, lo cual se observa en las micrografías de la Fig. 3.21.





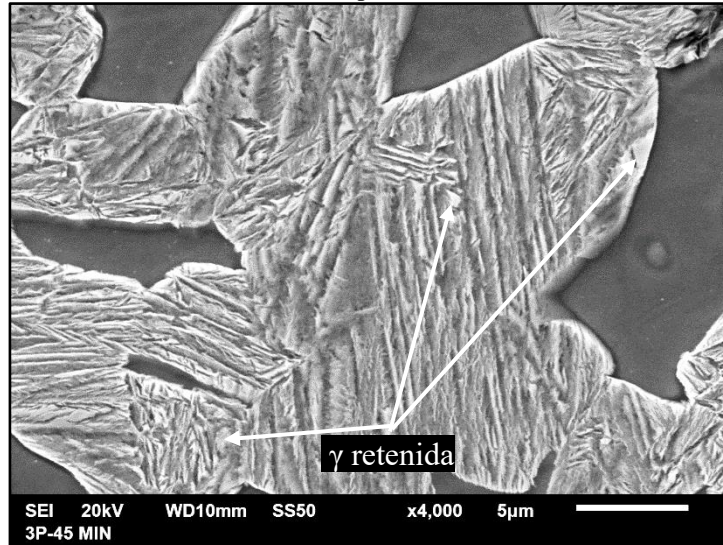


Fig. 3.21. Microestructuras de muestras austemperizadas 45 min. a) SD, b) con 1P y c) con 3P por ECAP.

### 3.5. Cuantificación de austenita retenida por medio de DRX.

Utilizando el método de comparación directa descrito en el apartado 2.6 y bajo las condiciones de operación de la Tabla 2.1, se cuantificó el porcentaje de austenita retenida obtenida en cada tratamiento de austemperizado, los resultados se muestran en la Fig. 3.22. Recordando la Tabla 3.3 (pag. 36), el % de austenita que se obtuvo en el tratamiento de recocido intercrítico fue de  $65.4\% \pm 4$ ,  $65.8\% \pm 6.4$  y  $76.1\% \pm 4.4$  para las muestras SD, con 1P y 3P por ECAP, respectivamente. Como se puede observar en la Fig. 3.22 y en las microestructuras mostradas anteriormente, esos porcentajes disminuyeron para tiempos iniciales en el tratamiento de austemperizado (3 min.) debido a la rápida descomposición de la austenita en ausferrita. Por otra parte, al transcurrir el tiempo de austemperizado el porcentaje de austenita retenida va aumentando, debido a que en el interior de la ferrita acicular van creciendo pequeñas placas de austenita enriquecida del carbono que expulsa la ferrita durante su crecimiento [40], las cuales no es posible resolver vía MEB, lo anterior aunado a pequeños bloques de la misma fase que permanecen en la microestructura.

Es evidente que el % de austenita retenida en la muestra con 1P por ECAP es menor que la muestra SD a cualquier tiempo de austemperizado. Este comportamiento se atribuye al refinamiento de grano de austenita durante el recocido intercrítico de las muestras con 1P y 3P, causando una estabilización térmica, retrasando el inicio de la transformación de la ausferrita y éste a su vez refina la ferrita acicular, la cual al ser más fina expulsa una menor cantidad de carbono hacia la austenita enriqueciéndola menos y retardando su crecimiento en comparación con la muestra SD [40,41]. Sin embargo, en la muestra con 3P de ECAP aumenta la cantidad de austenita retenida en referencia a la muestra SD, esto se debe a que durante el recocido intercrítico se obtuvo una mayor cantidad de austenita que en las muestras SD y con 1P de ECAP como se observa en la Tabla 3.3, por tanto, en el tratamiento de austemperizado de la muestra con 3P es de esperarse que se obtenga una mayor cantidad de ferrita acicular y austenita retenida.

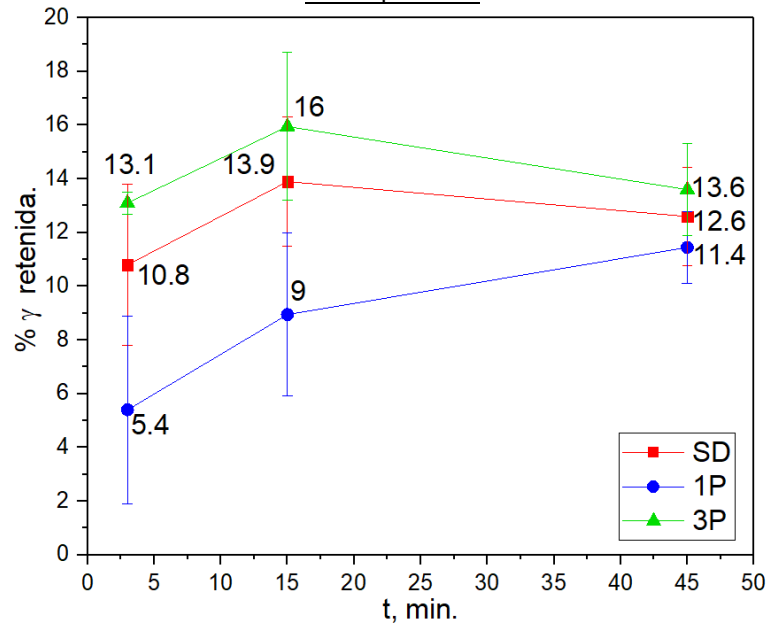


Fig. 3.22. Porcentaje de austenita retenida en las diferentes condiciones del tratamiento de austemperizado determinada mediante el método de comparación directa.

Los difractogramas de las muestras bajo las condiciones del tratamiento de austemperizado se muestran en las Figs. 3.23, 3.24 y 3.25. Las tarjetas JCPDF utilizadas para la indexación de picos de ferrita y austenita fueron las 006-0696 y 052-0512, respectivamente, tomando las áreas bajo los picos de difracción correspondientes a los planos (110), (200), (211) y (220) de ferrita y (111), (200), (220) y (311) de austenita.

Como se puede observar en las Figs. 3.23, 3.234y 3.25, para 3 min. de transformación los picos de austenita correspondientes a los planos (111), (200), (220) y (311) no tienen alta intensidad, lo que justifica el menor % de austenita retenida en comparación con las muestras de 15 min. de austemperizada. Para 15 min. de transformación dichos picos de austenita empiezan a aumentar ligeramente su intensidad para las 3 condiciones y de forma similar para 45 min. de tratamiento. En otras investigaciones el porcentaje de austenita retenida que obtienen en condiciones del tratamiento de austemperizado similares, son menores en comparación con esta investigación, en las cuales obtienen cerca de 22% de austenita retenida [40].

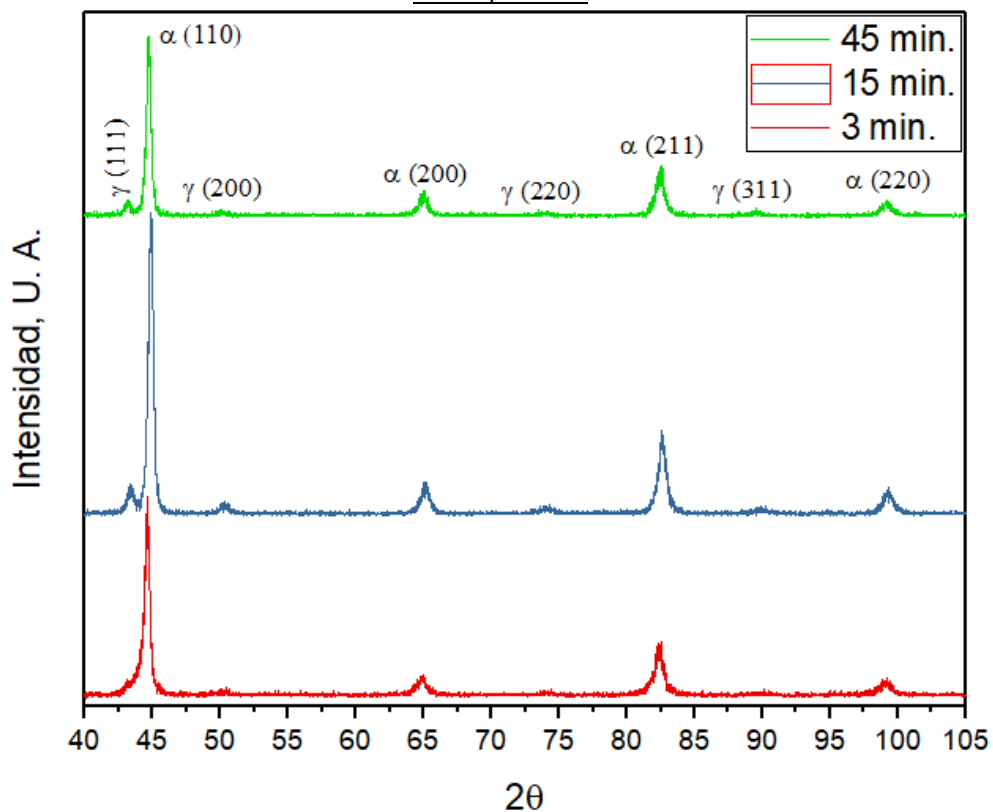


Fig. 3.23. Difractograma de muestras austemperizadas sin deformación.

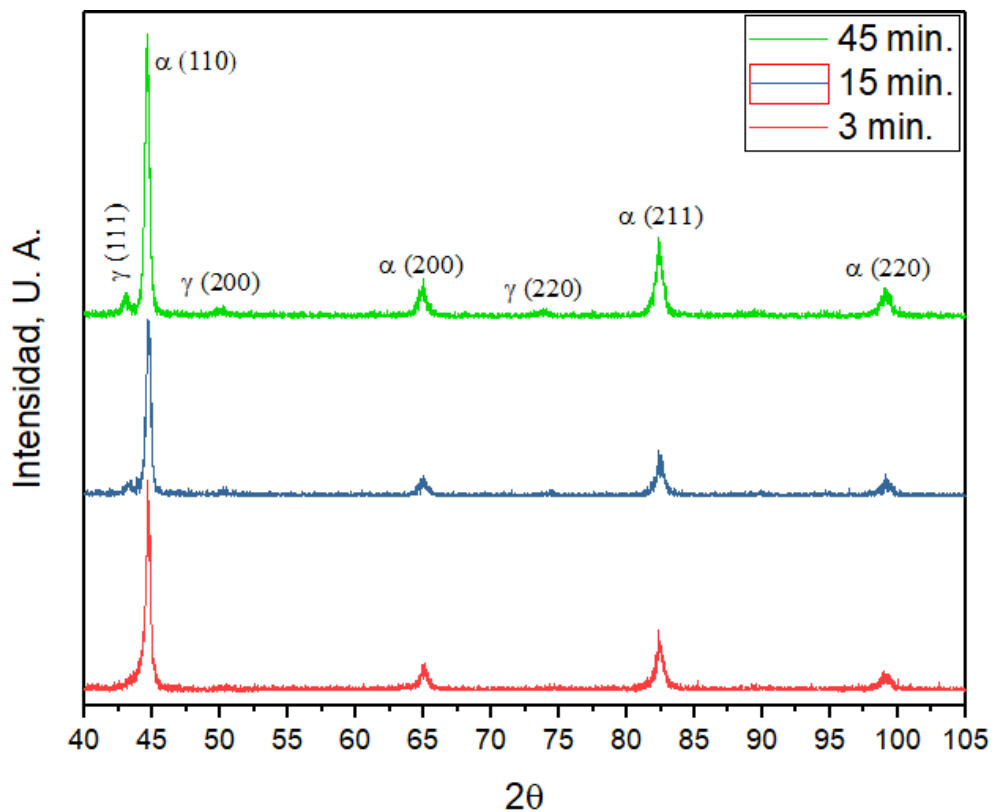


Fig. 3.24. Difractograma de muestras austemperizadas con 1P por ECAP.

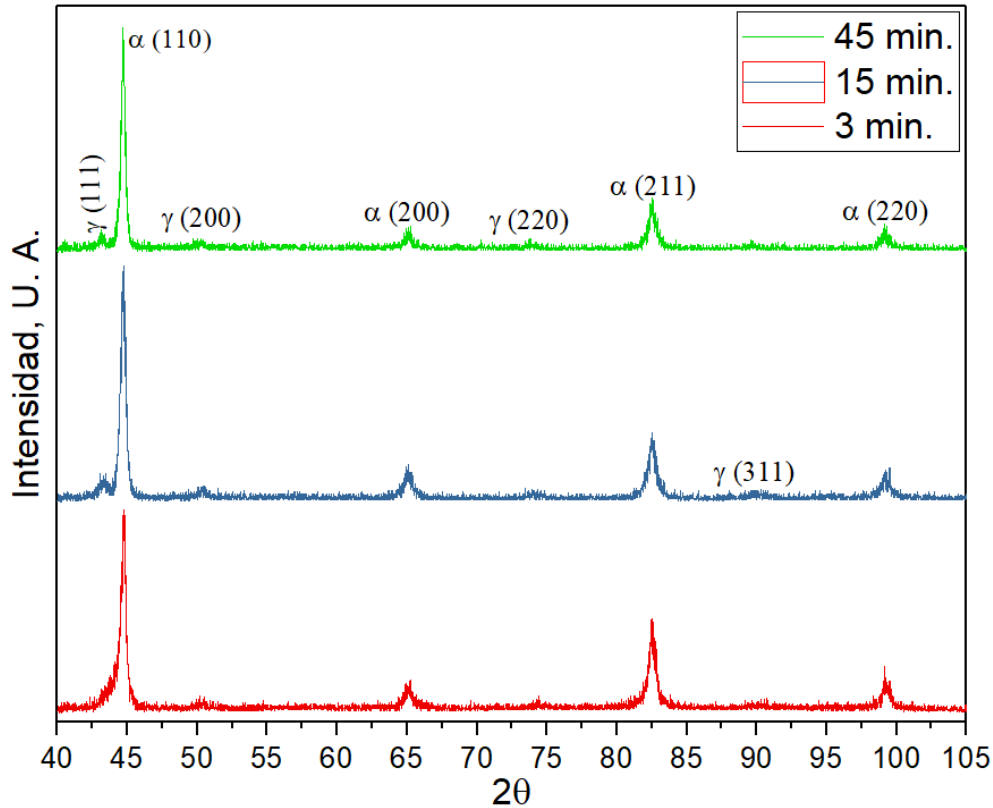


Fig. 3.25. Diffractograma de muestras austemperizadas con 3P por ECAP.

### 3.6. Microdurezas de las muestras austemperizadas.

Como se observa en la Fig. 3.26 conforme aumenta el tiempo de austemperizado la microdureza de las muestras en las 3 condiciones de deformación va disminuyendo, la Tabla 3.5 muestra dichos valores para diferentes tiempos de austemperizado y las diferentes condiciones de deformación. Este comportamiento concuerda con lo reportado en las referencias [7,42–47]. Los valores altos de dureza para 3 min. de austemperizado se atribuyen a que la austenita retenida transforma a martensita en el instante en que el indentador del durómetro penetra en la muestra, debido a que el enriquecimiento de carbono en la austenita retenida es menor en comparación con tiempos mayores (15 y 45 min), por lo cual la austenita retenida no es estable mecánicamente y transforma a martensita incluso con esfuerzos relativamente pequeños [11]. Lo anterior concuerda con Sarania *et al.* [4], que evaluó la estabilidad térmica y mecánica de la austenita retenida a diferentes temperaturas de austemperizado, llegando a la conclusión que a temperaturas de austemperizado entre 260 y 320°C la austenita retenida no es estable mecánica ni térmicamente. Conforme aumenta el tiempo de austemperizado la austenita se va enriqueciendo en carbono y volviéndose más estable mecánicamente, evitando que se transforme a martensita durante la indentación y obteniendo valores de dureza menores para 15 y 45 min. de austemperizado, además conforme aumenta el tiempo a 15 y 45 min. de austemperizado la cantidad de ferrita acicular va aumentando. Cabe mencionar que en las referencias antes citadas se obtuvieron durezas menores en hierros nodulares, las cuales variaban entre 250 y 300 HV bajo condiciones de tratamientos térmicos similares (austenitizados entre 800 y 815 °C por un tiempo de entre 15 y 120 min. y austemperizados entre 300 y 365 °C por un tiempo de entre 30 y 120 min.).

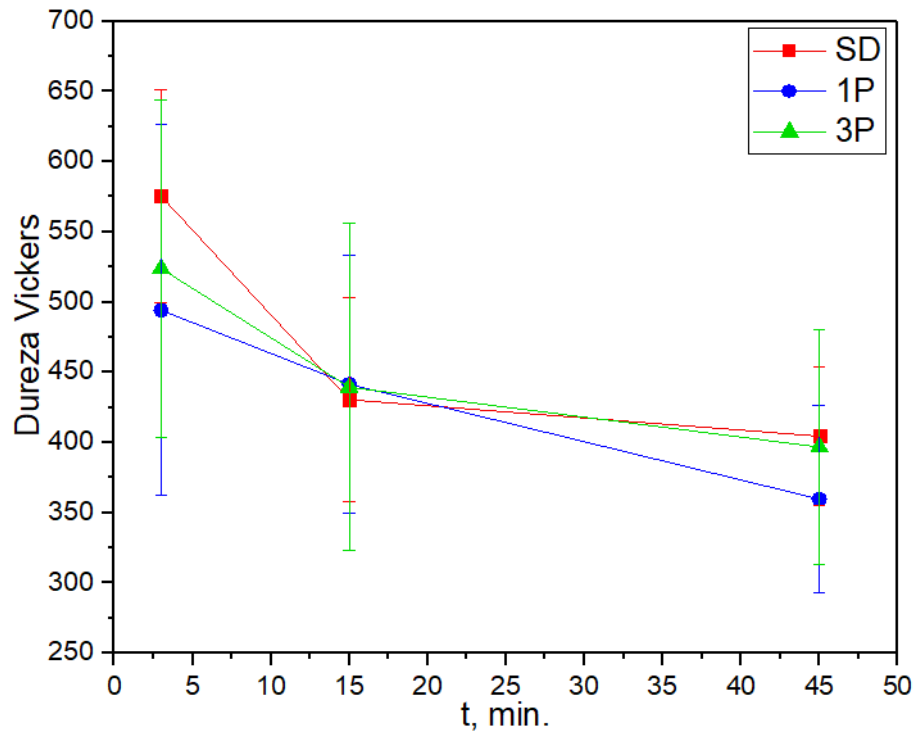


Fig. 3.26. Microdurezas de muestras austemperizadas a diferentes tiempos SD, con 1P y 3P por ECAP.

Tabla 3.5. Microdurezas obtenidas en el tratamiento de austemperizado.

Tiempo, min	Dureza (HV)		
	SD	1P	3P
3	575.3 ± 75.9	494.1 ± 133	523.8 ± 126
15	430.5 ± 73	441.3 ± 92.2	439.4 ± 116.6
45	404.4 ± 49.1	359.7 ± 66.6	396.7 ± 84

**Nota:** la alta desviación estándar en los valores obtenidos se debe a la mezcla de fases que se tienen (austenita retenida, ferrita acicular y ferrita primaria) en cada tiempo de tratamiento ya que, al ser heterogéneo el crecimiento de austenita durante el recocido y de ferrita acicular en el austemperizado, hay una mezcla de fases duras (ferrita acicular) con fases blandas (ferrita primaria y austenita retenida), y si además se considera que la longitud de la diagonal de huella varía de 16 a 32  $\mu\text{m}$  abarcando una mayor área, lo que causa una gran dispersión en las mediciones de dureza.

## Conclusiones.

1. Se logró deformar severamente un hierro nodular ferrítico hasta 3 pasos, mediante extrusión en canal angular constante con un ángulo entre canales de  $120^\circ$  y a  $500^\circ\text{C}$  sin presentar grietas ni fracturas, lo que provocó el refinamiento de la microestructura mediante la generación de subgranos.
2. Se encontró que en muestras con 1 paso por ECAP se forman bandas de deformación las cuales, con cada paso por ECAP, van disminuyendo su espesor probablemente debido a la aniquilación de dislocaciones que se encuentran en el interior de éstas por la recuperación dinámica, además se observó la generación de subgranos de entre  $1.5$  y  $2\mu\text{m}$  con cada paso de ECAP.
3. La fracción volumétrica de austenita obtenida en el recocido intercrítico permanece constante para las muestras SD y con 1P de ECAP, pero aumenta significativamente para 3 pasos en casi un 11%.
4. Se observó que la microdureza aumenta con cada paso de ECAP, lo cual está asociado a un aumento gradual en la cantidad de defectos cristalinos y a la formación de subgranos aun y cuando la deformación se lleva a cabo a  $500^\circ\text{C}$  y existe una recuperación dinámica parcial.
5. Se demostró que existe una menor cantidad de austenita retenida en la muestra de 1P en comparación con la muestra SD, lo cual fue asociado a cierta estabilización mecánica de la ausferrita en el caso de la muestra con 1P. En el caso de la muestra con 3P, la cantidad de austenita retenida fue mayor que la muestra SD, pero no es adecuado compararla porque la primera comienza el austemperizado con una cantidad mayor de dicha fase.
6. Se encontró que en las 3 condiciones de deformación (SD, con 1P y 3P de ECAP) para los 3 tiempos de austemperizado, la austenita de alto carbono ( $\gamma_{\text{AC}}$ , austenita que no se descompone en  $\alpha_{\text{acicular}} + \text{carburos}$ ) no transforma a martensita durante el temple, ya que no se observó evidencia de esta fase, lo cual indica que la ventana de procesamiento es amplia para este hierro con el tratamiento termomecánico aplicado

## Referencias.

- [1] T. Kobayashi, *Ductile Cast Iron*, Strength Toughness Mater. (2004) 89–110. doi:10.1007/978-4-431-53973-5\_5.
- [2] G. M. Goodrich, *Iron Castings Engineering Handbook*, American Foundry Society, 2003.
- [3] W. A. Henning and J. Mercer. *Ductile Iron Handbook*, American Foundrymen's Society, 1992.
- [4] S. Panneerselvam, C. J. Martis, S. K. Putatunda, and J. M. Boileau, *An investigation on the stability of austenite in austempered ductile cast iron (ADI)*, Mater. Sci. Eng. A. 626 (2015) 237–246. doi:10.1016/j.msea.2014.12.038.
- [5] M. Erdogan, V. Kilicli and B. Demir, *Transformation characteristics of ductile iron austempered from intercritical austenitizing temperature ranges*, J. Mater. Sci. 44 (2009) 1394–1403. doi:10.1007/s10853-006-1415-7.
- [6] M. A. Yesca González, *Modelling the microstructure and mechanical properties of austempered ductile d* University of Cambridge, 2001.
- [7] Y. Sahin, V. Kilicli, M. Ozer and M. Erdogan, *Comparison of abrasive wear behavior of ductile iron with different dual matrix structures*, Wear. 268 (2010) 153–165. doi:10.1016/j.wear.2009.07.008.
- [8] C. H. Lee, H. K. D. H. Bhadeshia and H.C. Lee, *Effect of plastic deformation on the formation of acicular ferrite*, Mater. Sci. Eng. A. 360 (2003) 249–257. doi:10.1016/S0921-5093(03)00477-5.
- [9] A. K. Sinha, *Physical Metallurgy Handbook*, McGraw-Hill, United States of America, 2003.
- [10] S. Chatterjee, H. S. Wang, J. R. Yang and H. K. D. H. Bhadeshia, *Mechanical stabilisation of austenite*, Mater. Sci. Technol. 22 (2006) 641–644. doi:10.1179/174328406X86128.
- [11] H. K. D. H. Bhadeshia, *Bainite in steels*, 3rd ed., Madey Publishing, 2006.
- [12] C. Mesplont and B. C. De Cooman, *Effect of austenite deformation on crystallographic texture during transformations in microalloyed bainitic steel*, Mater. Sci. Technol. 19 (2003) 875–886. doi:10.1179/026708303225002802.
- [13] T. Tsuzaki, K. Ueda, T. Fujiwara and K. Maki, *Increase in retained austenite by ausforming in an austempered silicon steel*, New Mater. Process. Futur. (1989) 799–804.
- [14] M. Maki and K. A. Taylor, *Physical metallurgy of direct-quenched steels*, Miner. Met. Mater. Soc. (1993) 469.
- [15] R. Freiwillig, J. Kudrman and Chraska, *Bainite transformation in deformed austenite*, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 41 (2010) 1448–1459. doi:10.1007/s11661-010-0190-x.
- [16] T. G. Langdon, *Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement*, Acta Mater. 61 (2013) 7035–7059. doi:10.1016/j.actamat.2013.08.018.

- [17] X. Zhao, T.F. Jing, Y.W. Gao, G.Y. Qiao, J.F. Zhou and W. Wang, *Morphology of graphite in hot-compressed nodular iron*, Mater. Sci. 39 (2004) 6093–6096.
- [18] X. Zhao, T.F. Jing, Y.W. Gao, G.Y. Qiao, J.F. Zhou and W. Wang, *Morphology of graphite in hot-compressed nodular iron*, J. Mater. Sci. 39 (2004) 6093–6096. doi:10.1023/B:JMSC.0000041709.60100.56.
- [19] X. Zhao, J. F. Wang, T. F. Jing, *Gray cast iron with directional graphite flakes produced by cylinder covered compression process*, J. Iron Steel Res. Int. 14 (2007) 52–55. doi:10.1016/S1006-706X(07)60074-0.
- [20] A. A. Nofal, H. N. El-din and M. M. Ibrahim, *Thermomechanical treatment of austempered ductile iron*, Int. J. Cast Met. Res. 20 (2007) 47–52. doi:10.1179/136404607X216613.
- [21] S. Balos and L. Sidjanin, *Microdeformation of soft particles in metal matrix composites*, J. Mater. Process. Technol. 209 (2009) 482–487. doi:10.1016/j.jmatprotec.2008.02.015.
- [22] J. W. Christian, *The theory of transformations in metals and alloys*, II, Pergamon, Oxford, UK, 2002.
- [23] S. A. Etesami, M. H. Enayati and A. G. Kalashami, *Austenite formation and mechanical properties of a cold rolled ferrite-martensite structure during intercritical annealing*, Mater. Sci. Eng. A. 682 (2017) 296–303. doi:10.1016/j.msea.2016.09.112.
- [24] N. Peranio, Y. J. Li, F. Roters and D. Raabe, *Microstructure and texture evolution in dual-phase steels: Competition between recovery, recrystallization, and phase transformation*, Mater. Sci. Eng. A. 527 (2010) 4161–4168. doi:10.1016/j.msea.2010.03.028.
- [25] M. A. Mostafaei and M. Kazeminezhad, *Microstructure and mechanical properties improvement by ultra-rapid annealing of severely deformed low-carbon steel*, Mater. Sci. Eng. A. 655 (2016) 229–236. doi:10.1016/j.msea.2016.01.005.
- [26] R. B. Figueiredo, P. R. Cetlin and T. G. Langdon, *Stable and unstable flow in materials processed by equal-channel angular pressing with an emphasis on magnesium alloys*, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 41 (2010) 778–786. doi:10.1007/s11661-009-0100-2.
- [27] A. Vinogradov and Y. Estrin, *Analytical and numerical approaches to modelling severe plastic deformation*, Prog. Mater. Sci. 95 (2018) 172–242. doi:10.1016/j.pmatsci.2018.02.001.
- [28] ASTM S. A. E-975. *X-Ray Determination of retained austenite in steel with Near Random Crystallographic Orientation*, (1995).
- [29] B. D. Cullity, *Elements of X-ray diffraction*, Addison-Wesley Publishing Company INC, 2nd ed., 1978. doi:10.1119/1.1934486.
- [30] R. Smallman and A. H. W. Ngan, *Modern physical metallurgy*, Butterworth-Heinemann, 8th ed., 2014. doi:10.1016/C2011-0-05565-5.
- [31] C. Klein and C. Hurlbut, *Manua de mineralogía*, REVERTE, 4nd ed., 2003.
- [32] H. Buken and E. Kozeschnik, *A model for static recrystallization with simultaneous precipitation and solute drag*, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 48 (2017) 2812–2818.



doi:10.1007/s11661-016-3524-5.

- [33] R.B. Singh, N. K. Mukhopadhyay, G. V. S. and R. Manna, Sastry, *Development of high-strength bulk ultrafine-grained low carbon steel produced by equal-channel angular pressing*, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 48 (2017) 5449–5466. doi:10.1007/s11661-017-4233-4.
- [34] M. Soliman, H. Ibrahim, A. Nofal and H. Palkowski, *Thermo-mechanically processed dual matrix ductile iron produced by continuous cooling transformation*, J. Mater. Process. Technol. 227 (2016) 1–10. doi:10.1016/j.jmatprotec.2015.07.025.
- [35] M. Soliman, A. Nofal and H. Palkowski, *Alloy and process design of thermo-mechanically processed multiphase ductile iron*, Mater. Des. 87 (2015) 450–465. doi:10.1016/j.matdes.2015.07.159.
- [36] S. Panneerselvam, S. K. Putatunda, R. Gundlach and J. Boileau, *Influence of intercritical austempering on the microstructure and mechanical properties of austempered ductile cast iron (ADI)*, Mater. Sci. Eng. A. 694 (2017) 72–80. doi:10.1016/j.msea.2017.03.096.
- [37] N. Fonstein, A. High, S. Sheet, *Main features of heat treatment from intercritical region*, in: *Advanced high strength sheet steels*, Springer International Publishing, Switzerland, 2015: pp. 27–28. doi:10.1007/978-3-319-19165-2.
- [38] J. J. Yi, I. S. Kim and H. S. Choi, *Austenitization during intercritical annealing of an Fe-C-Si-Mn dual-phase steel*, Metal. Trans. 16 (1985) 1237–1245.
- [39] D. A. Porter, *Phase transformation in metals and alloys*, 2nd ed., Springer Science + Business Media, B.Y., 1992.
- [40] J. Yang and S. K. Putatunda, *Influence of a novel two-step austempering process on the strain-hardening behavior of austempered ductile cast iron (ADI)*, Mater. Sci. Eng. A. 382 (2004) 265–279. doi:10.1016/j.msea.2004.04.076.
- [41] M. A. Yescas and H. K. D. H Bhadeshia, *Model for the maximum fraction of retained austenite in austempered ductile cast iron*, Mater. Sci. Eng. A333 (2002) 60–66.
- [42] K. Kocatepe, M. Cerah and M. Erdogan, *The tensile fracture behaviour of intercritically annealed and quenched + tempered ferritic ductile iron with dual matrix structure*, Mater. Des. 28 (2007) 172–181. doi:10.1016/j.matdes.2005.04.012.
- [43] K. Kocatepe, M. Cerah and M. Erdogan, *Influence of intercritical austenitising, tempering time and martensite volume fraction on the tensile properties of ferritic ductile iron with dual matrix structure*, J. Mater. Process. Technol. 178 (2006) 44–51. doi:10.1016/j.jmatprotec.2005.11.019.
- [44] S. C. Murcia, M. A. Paniagua and E. A. Ossa, *Development of as-cast dual matrix structure (DMS) ductile iron*, Mater. Sci. Eng. A. 566 (2013) 8–15. doi:10.1016/j.msea.2012.12.033.
- [45] Y. Sahin, M. Erdogan and V. Kilicli, *Wear behavior of austempered ductile irons with dual matrix structures*, Mater. Sci. Eng. A. 444 (2007) 31–38. doi:10.1016/j.msea.2006.06.071.
- [46] V. Kilicli and M. Erdogan, *Tensile properties of partially austenitised and austempered ductile irons with dual matrix structures*, 22 (2006) 919–928. doi:10.1179/174328406X102390.
- [47] J. L.Hernande, *Efectos del austemperizado convencional y del austemperizado escalonado en la*

*microestructura y en las propiedades mecánicas de un hierro nodular no aleado*, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, 2007.

## Anexo I. Cuantificación del tamaño de subgranos de muestras con 1P y con 3P por ECAP.

Para la medición de la longitud de cada subgrano, se tomaron una serie de imágenes de MEB, en las que se era fácil distinguir los límites de los subgranos. Estas imágenes se imprimieron y se midió manualmente la longitud de cada subgrano basándonos en la escala de cada imagen. Todas las mediciones se realizaron de forma horizontal. En el caso de la muestra con 1P de ECAP, la cantidad de subgranos medidos fue menor debido a que con 1 P de ECAP es más difícil resolver y distinguir los límites de subgranos en el MEB.

Tabla I. 1. Cuantificación del tamaño de grano de la muestra con 1P por EAP.

No. de grano	Tamaño de grano, $\mu\text{m}$	No. de grano	Tamaño de grano, $\mu\text{m}$	No. de grano	Tamaño de grano, $\mu\text{m}$	No. de grano	Tamaño de grano, $\mu\text{m}$	No. de grano	Tamaño de grano, $\mu\text{m}$
1	4.74	11	1.66	21	1.83	31	1.66	41	2.33
2	3.22	12	2.41	22	3.5	32	1.91	42	1.33
3	2.37	13	1.08	23	1.5	33	2.25	43	1.66
4	1.52	14	1.16	24	1.63	34	2.16		
5	2.54	15	1.75	25	0.8	35	1.6		
6	2.03	16	1.25	26	0.9	36	1.16		
7	1.69	17	1.66	27	1	37	1		
8	1.35	18	1.41	28	1.73	38	1.41		
9	1.35	19	1.58	29	1.76	39	1.08		
10	1.5	20	1.41	30	8	40	2.08		

Tamaño de subgrano promedio:  $1.91 \pm 1.2 \mu\text{m}$ .

Tabla I. 2. Cuantificación del tamaño de grano de la muestra con 3P por EAP.

No. de grano	Tamaño de grano, $\mu\text{m}$	No. de grano	Tamaño de grano, $\mu\text{m}$	No. de grano	Tamaño de grano, $\mu\text{m}$	No. de grano	Tamaño de grano, $\mu\text{m}$	No. de grano	Tamaño de grano, $\mu\text{m}$
1	2.1	11	2.23	21	1.44	31	1.46	41	2.66
2	2.36	12	1.44	22	1.46	32	2	42	1.73
3	1.05	13	1.57	23	1.6	33	0.76	43	0.73
4	2.23	14	1.05	24	1.2	34	0.86	44	0.96
5	1.8	15	1.71	25	1.06	35	1.43	45	1.71
6	1.4	16	1.84	26	1.8	36	1.03	46	1.64
7	1.5	17	1.57	27	1.13	37	0.86	47	2.3
8	1.15	18	1.18	28	1	38	1.7	48	1.7
9	1	19	0.92	29	1.06	39	2	49	1.05
10	1.5	20	2.23	30	1.33	40	2.6	50	1.84

Tamaño de subgrano ferrítico promedio:  $1.52 \pm 0.59 \mu\text{m}$ .

Anexo II. Cuantificación de fracción volumétrica de austenita y ferrita en el recocido intercrítico de las muestras SD, con 1P y con 3P por ECAP.

Las muestras SD, con 1P de ECAP y con 3P de ECAP se recocieron a 805 °C por 1 hora y templada en agua hasta la temperatura ambiente.

Tabla II. 1. Cuantificación de la fracción volumétrica de austenita y ferrita en la muestra SD.

<b>Fracción volumétrica de austenita y ferrita, %</b>					
<b>Campo</b>	<b>Ferrita</b>	<b>Austenita</b>	<b>Campo</b>	<b>Ferrita</b>	<b>Austenita</b>
1	20.86	55.58	16	27.68	63.29
2	23.79	56.88	17	24.12	66.17
3	25.63	61.6	18	26,37	66.37
4	27.86	64.12	19	29.57	66.82
5	23.47	65.16	20	29.41	74.16
6	23.95	65.82	21	25.69	69.07
7	23.61	65.73	22	26.94	69.15
8	21.81	65.07	23	30.17	69.18
9	19.3	63.65	24	21.95	70.43
10	21.02	64.97	25	26.74	75.7
11	30.17	65.326	26	28.64	61.99
12	21.69	64.52	27	22.22	62.4
13	24.76	65.54	28	29.49	65.64
14	27.69	65.2	29	23.79	64.39
15	24.64	66.69	30	22.95	63.31

Fracción volumétrica promedio de Austenita (%): **65.4 ± 4**

Fracción volumétrica promedio de Ferrita (%): **25.2 ± 4.2**

Tabla II. 2. Cuantificación de la fracción volumétrica de austenita y ferrita en la muestra con 1P por ECAP.

Fracción volumétrica de austenita y ferrita, %					
Campo	Ferrita	Austenita	Campo	Ferrita	Austenita
1	20.7	54.21	16	30.05	53.3
2	22.73	69.3	17	34.64	58.73
3	26.29	64.37	18	15.82	66.08
4	22.13	68.56	19	19.98	67.23
5	22.46	68.54	20	22.21	68.41
6	25.74	61.96	21	23.69	69.4
7	26.04	67.69	22	22.61	65.82
8	17.62	73.74	23	28.8	60.86
9	14.08	72.42	24	27.87	57.6
10	21.23	70.66	25	23.88	66.07
11	18.44	73.61	26	19.03	66.29
12	18.43	73.22	27	15.7	74.42
13	18.45	73.07	28	35.86	51.76
14	14.87	71.49	29	33.95	54.49
15	28.22	64.43	30	27.12	66.32

Fracción volumétrica promedio de Austenita (%): **65.8 ± 6.4**

Fracción volumétrica promedio de Ferrita (%): **23.2 ± 5.7**

Tabla II. 3. Cuantificación de la fracción volumétrica de austenita y ferrita en la muestra con 3P por ECAP.

Fracción volumétrica de austenita y ferrita, %					
Campo	Ferrita	Austenita	Campo	Ferrita	Austenita
1	6.47	85.21	16	12.94	77.41
2	9.22	77.34	17	13.21	74.07
3	13.52	75.97	18	12.82	76.83
4	13.22	79.21	19	12.27	77.24
5	10.11	81.53	20	14.83	73.03
6	14.85	60.64	21	6.61	80.82
7	15.07	72.48	22	8.81	73.28
8	15.96	68.53	23	7.72	75.79
9	11.62	76.03	24	9	77.4
10	11.82	74.98	25	9.95	82.16
11	16.81	74.8	26	11.3	75.78
12	14.46	73.01	27	10.77	77.36
13	13.82	76.65	28	8.69	80.85
14	13.71	78.7	29	9.59	78.01
15	13.12	76.41	30	13.24	72.32

Fracción volumétrica promedio de Austenita (%): **76.1 ± 4.4**

Fracción volumétrica promedio de Ferrita (%): **11.9 ± 2.7**

Anexo III. Cuantificación de fracción volumétrica de nódulos.

La cuantificación de la fracción volumétrica de nódulos se realizó en 15 campos (como el de la Fig. 3.2, pag. 28) con el analizador de imagen *Stream Essentials*

Tabla III. 1. Cuantificación de la fracción volumétrica de nódulos.

<b>Campo</b>	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
<b>Fracción de nódulos, %</b>	8.9	6.7	7.5	7.1	9.9	5.9	7.7	9.6	8.8	10.4	10.8	11.6	11	12.8	8.1

Fracción volumétrica promedio de nódulos (%): **9.1 ± 2**