

Influencia de la temperatura y el tiempo en la tixoconformación del hierro fundido gris hipoeutético

Influence of temperature and time in the thixoformability of gray cast iron

Rodolfo López-Nadal^I, Eugênio José-Zoqui^{II}, Angel Sánchez-Roca^I,
Hipólito Domingo Carvajal-Fals^I

I. Universidad de Oriente. Facultad de Ingeniería Mecánica. Santiago de Cuba. Cuba

Correo electrónico: rlopez@dmm.uo.edu.cu

II. Universidad de Campinas. Facultad de Ingeniería Mecánica. Campinas. Brasil

Recibido: 18 de marzo de 2013

Aceptado: 8 de agosto de 2013

Resumen

En este trabajo se estudia la influencia de la temperatura y del tiempo de permanencia en la microestructura, dureza y porosidad del material tixoconformado. Se diseñó usando el *software Thermocal* una aleación de hierro fundido hipoeutético para obtener 40 y 50% de fase sólida en estado semisólido. La aleación fue producida de forma convencional en moldes de arena. Las muestras fueron calentadas al estado semisólido a 1160 y 1180°C, y mantenidas a estas temperaturas por 0, 30, 90 y 120s. Después fueron comprimidas en una prensa excéntrica equipada con placas paralelas. Los ensayos revelaron que el procesamiento semisólido cambia en el material el tipo de grafito de "A" a "B" (o "E"), pero no afecta el espacio interdendrítico entre láminas de grafito. La dureza del material tixoconformado aumenta con respecto a la materia prima, mientras la porosidad tiende a disminuir al aumentar la temperatura y el tiempo de permanencia.

Palabras claves: tixoconformación, materiales semisólidos, aleaciones ferrosas, evolución de la morfología, microestructura.

Abstract

In this paper is study the influence of temperature and held times in the microstructure evolution, hardness and porosity of the thixoformed material. An alloy of hypoeutectic cast iron was design using the *software Thermocal* to obtain 40 50% of solid phase in semisolid state. The alloy was produce by conventional casting in sand molds. The samples were heated to the semi-solid state at 1160 and 1180°C and held at these temperatures for 0, 30, 90 and 120s. The tests were carried out in eccentric press equipped whit two parallel platen. Tests reveal that the thixoforming operations change the graphite type from "A" to "B" (or "E"), but not affect the interdendritic arm spacing between graphite lamellae. The hardness of the thixoformed material showed an increase compared to designed alloy. The porosity analysis reveal a tendency to decrease whit the increase of temperature and holding time related with the original raw material.

Key words: thixoforming, semisolid materials, ferrous alloys, morphology evolution, microstructure.

Introducción

En 1976 el Dr. Merton Flemings [1] publicó el primer trabajo que estudió la posibilidad de procesar hierro fundido en estado semisólido (SSM). La aplicación de la tecnología de procesamiento de en estado semisólido para aleaciones base hierro permaneció relativamente inexplorada hasta 1992, cuando varios trabajos fueron presentados en la 2^{da} Conferencia internacional de procesamiento de aleaciones semisólidas y materiales compuestos, con especial atención a la obtención de materia prima para procesamiento semisólido [2].

Pocos años después, se presentó un trabajo donde se explica el comportamiento del hierro fundido en estado semisólido, seguido de varios trabajos sobre el llenado de matrices [3,4]. El trabajo más completo en el tema [5] aborda el rango de composición química para la producción de hierro fundido como materia prima para procesamiento semisólido, así como las propiedades mecánicas del componente tixotransformado, demostrándose el potencial de esta tecnología.

En varios trabajos recientes se ha discutido sobre la fluidez del hierro fundido gris en estado semisólido, incluyendo el desarrollo de hierro fundido dúctil semisólido [6]. El análisis de la fluidez de la pasta metálica en el procesamiento semisólido y sus propiedades mecánicas [7], así como el efecto del procesamiento semisólido en la microestructura solidificada y las propiedades mecánicas del hierro fundido gris.

Otras publicaciones han abordado el tema de la producción de materia prima bruta y/o procesamiento en estado semisólido, pero pocos abordan temas relacionado con el comportamiento semisólido en términos de evolución microestructural en estado semisólido, y la correspondiente viscosidad de los materiales. El proceso de tixotransformación implica calentar el material en el rango semisólido, seguido de un proceso de forja. Se puede llegar a un mejor entendimiento de este proceso estudiando la morfología y el comportamiento reológico del material en este rango de temperaturas.

En este trabajo se analiza la influencia de las variables tiempo y temperatura en la microestructura, la dureza y la porosidad final de un hierro fundido hipoeutéctico (Fe-2.6wt%C-1.5wt%Si) tixotransformado.

Materiales y Métodos

Para el desarrollo del trabajo fue usado el software *Thermo-Calc*[®] para el diseño de la materia prima y obtener una composición química que permitiera alcanzar de un 40–50% de líquido después de fundir la fase eutéctica [8]. Basado en el diagrama del *Thermo-Calc*[®], fueron escogidos dos niveles de temperaturas para los ensayos de tixotransformación: 1160 °C y 1180 °C.

Una aleación de Fe-2.6wt%C-1.5wt%Si fue obtenida por la vía de fundición convencional en moldes de arena. En la tabla 1 se muestra la composición química del hierro fundido hipoeutéctico producido como materia prima, la misma se encuentra dentro del rango de la composición química diseñada usando el software *Thermo-Calc*[®]. El material fue caracterizado químicamente utilizando un espectrofotómetro *IBM model 007* [9].

Tabla 1. Composición química del hierro fundido hipoeutéctico (en wt. %)

Aleación	C _a	Si	Mn	P	S	Otros _b
Aleación diseñada	2.60 ± 0.20	1.50 ± 0.20	≤0.50	≤0.10	≤0.05	≤0.30
Hierro fundido	2.61	1.54	0.32	0.05	0.008	0.024

^a Nota: Carbono Equivalente: 3.12 wt% CE.

^b Nota: Elementos Residuales como Ni, Cr, Cu, Mo.

Los ensayos fueron realizados usando la instalación experimental mostrada en la figura 1.

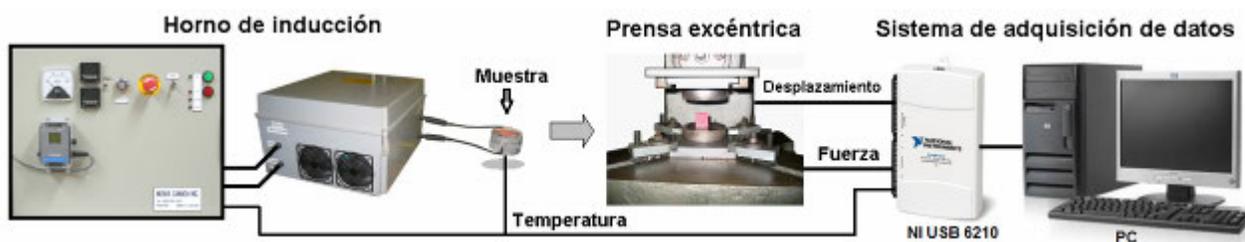


Fig. 1. Instalación Experimental

Para estudiar la evolución de la morfología de la microestructura, se calentaron muestras de 30 mm alto \times 30 mm de diámetro desde la temperatura ambiente (27°C) hasta el estado semisólido a 1160 y 1180 °C en aproximadamente 11 min, aplicando una tasa de calentamiento de 110 °C /min, en un horno de inducción *Norax* de 8 kHz y 25 kW. Las muestras fueron mantenidas a estas temperaturas durante 0, 30, 60, 90 y 120 s, inmediatamente después fueron tixotomadas.

Los tiempos de permanencia de 0, 30, 60, 90 y 120s fueron escogidos con el propósito de atender las necesidades de aplicaciones industriales, en las cuales el control se efectúa fundamentalmente sobre esta variable, y también para evitar el crecimiento excesivo de los glóbulos [10].

Todos los ensayos de compresión fueron ejecutados en una prensa excéntrica a la cual se le acopló un conjunto de placas paralelas fabricadas de acero AISI H13. La prensa se instrumentó con una célula de carga 1-S40/10T tipo S, de sensibilidad 3 mV/V, con 0.05% de precisión y carga máxima de 10 Ton (98 kN) que fue adaptada al émbolo de la prensa, así como, un dispositivo medidor de desplazamiento con un sensor de desplazamiento lineal inductivo *Micro Epsilon LVDT VIP-200-ZA-2-SR7-I*, (linealidad $\pm 0.2\%$). Ambas señales fueron capturadas por un sistema de adquisición de datos *National Instruments USB 6210*. Fue desarrollado un software especial en *Labview®* para adquirir y almacenar los datos de fuerza (N), tiempo (ms) y posición (m) con una tasa de 5000 datos/s.

Las muestras de 30 mm de altura (H_0) y 30 mm de diámetro fueron calentadas en el horno de inducción hasta los niveles de temperaturas y tiempos seleccionados, trasladadas a la prensa y comprimidas. Las placas paralelas fueron calentadas a 200 °C.

Los ensayos de compresión se realizaron de acuerdo con los clásicos ensayos de compresión entre placas paralelas publicados por Flemings [1], donde utilizaron muestras de 12.5 mm de diámetro por 6.25 mm de altura de una aleación de Sn–15wt%Pb y asumieron un comportamiento newtoniano.

Después de la tixotomación se caracterizaron las fases de ferrita (α), perlita ($\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$) y grafito (G), se determinó el tamaño de las láminas de grafito y el espacio entre los brazos dendríticos (Distancia entre las láminas de grafito).

Todas las muestras fueron cortadas longitudinalmente, embutidas en bakelita, desbastadas con papeles de esmeril de tamaño 220, 320, 400, 600 y 1200, y pulidas con pasta de diamante de 6 μm y 1 μm . Las muestras pulidas fueron atacadas usando Nital 5% (HNO_3 en alcohol etílico a 5 vol%). Las muestras atacadas fueron lavadas con agua corriente durante 30s y secadas.

El análisis metalográfico fue realizado en un microscopio óptico marca *Leica DMIL*. El espacio entre los brazos dendríticos (IAS), i.e, el tamaño de las fases primarias, fue determinado por el software diseñado en *MATLAB®* para este propósito, basado en el método de los *interceptos de Heyn*, y de acuerdo con la norma ASTM E112 (1996). El conteo de los glóbulos de fases primarias fue realizado en diferentes campos de la misma micrografía, usando un mínimo de 12 imágenes de diferentes partes de la muestra.

Los ensayos de dureza a las muestras tixotomadas se realizaron en un microdurómetro Vickers (HV) marca *Buehler 6300* con 200gf de carga aplicada durante 15s. Se realizaron un mínimo de 10 mediciones en áreas diferentes y se promedió el valor medio.

Se realizaron ensayos de porosidad para ver la influencia de los tiempos de permanencia y la cantidad de fase líquida con la formación de poros de las muestras tixotomadas en estado semisólido. La determinación de la porosidad se realizó por el método gravimétrico teniendo en cuenta la composición química del material y empleando el *método de Arquímedes* para la determinación del volumen.

Para el desarrollo del trabajo fue usado un diseño experimental totalmente aleatorizado del tipo multifactorial de dos variables, tiempo y temperatura con diferentes niveles. Se realizó un análisis estadístico aplicando el *F-test* para la validación de los resultados experimentales obtenidos.

Resultados y Discusion

La microestructura del hierro fundido gris obtenido como materia prima, presentó la mayoría de las láminas de grafito del tipo “A” segregadas y alineadas entre los brazos dendríticos, aunque en algunas zonas aisladas no presenta ninguna orientación preferencial. La nucleación ocurre a partir de cristales primarios de austenita, que una vez transformada produce una base metálica en su mayoría es perlítica ($\text{Fe } \alpha + \text{Fe}_3\text{C}$) [11] con formación de ferrita ($\text{Fe } \alpha$) entre los límites de los granos con un contenido del 3 – 7%. En la figura 2 se muestra la microestructura del material, con y sin ataque químico.

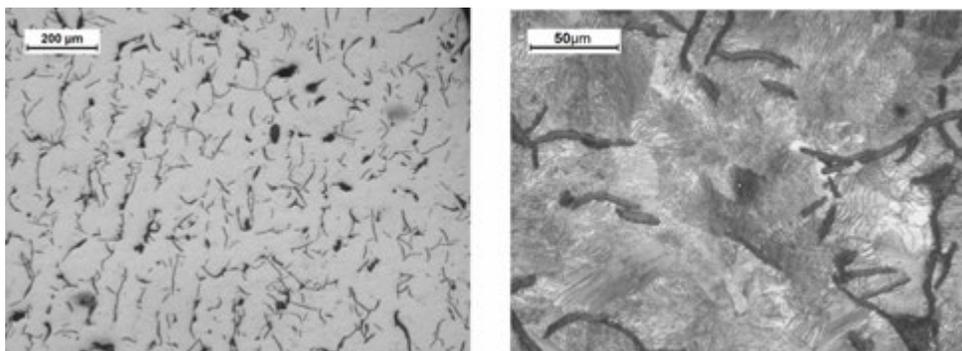


Fig. 2. Microestructura con y sin ataque químico del Hierro Fe–2.6 wt%C–1.5 wt%Si en estado fundido

El proceso de tixotrofia provocó cambios en la microestructura del material. En la figura. 3 se muestra la microestructura con y sin ataque químico. En esta se detalla la evolución de la morfología del hierro fundido Fe–2.6 wt%C–1.5 wt%Si tixotrofiado en estado semisólido a 1160 °C (Fig. 3a) y a 1180 °C (Fig. 3b), para tiempos de permanencia de 0, 30, 90 y 120 s.

En la figura 3, se observa que la cantidad de fase líquida formada incluso con la temperatura más baja (1160 °C) fue suficiente para provocar la globulización de la fase perlítica, corroborando lo publicado por otros autores [12] y [13]. Para la condición de 0s de tiempo de permanencia, la distribución del grafito tiene un diseño aleatorio que ya era visible en algunas zonas de la microestructura en estado fundido, pero después de la tixotrofia quedó mejor definida y completamente aleatoria, con cierta tendencia a formar pequeños grupos de grafitos, cambiando la morfología de tipo “A” a tipo “E”.

Para tiempos de permanencia de 30, 90 y 120 s, la presencia de fase líquida y los mecanismos de difusión favorecen la fase primaria, lo que resulta en un cambio de la morfología del grafito de tipo “E” a “B”, con combinación de segregación interdendrítica con orientación preferencial y pequeños grupos con grafito fino en forma de rosetas cercano a la morfología eutéctica. El aumento del tiempo de permanencia también promueve la formación de formas globulares mucho más definidas, de forma particular a 30 s, se observa cierta tendencia a la coalescencia con una estructura muy similar a la obtenida en otras investigaciones que emplean rampa de enfriamiento para la obtención de semisólidos [14].

La microestructura obtenida como resultado de los ensayos de compresión, fueron determinantes para estudiar la evolución morfológica del material. Los ensayos demostraron que el calentamiento en el rango semisólido y las operaciones siguientes de tixotrofia cambian la morfología del material en términos del tipo de grafito de “A” a “B” (o “E”), pero no afecta el espacio interdendrítico.

En la Tabla 2 se muestran los datos cuantitativos obtenidos del análisis de las imágenes metalográficas de muestras en estado fundido y tixotrofiadas a 1160 °C y 1180 °C.

Si comparamos los valores cuantitativos de las fases ferrita y perlita, entre el material usado como materia prima y después de tixotrofiado (Tabla 2), podemos afirmar que no existen diferencias significativas para un intervalo de confianza del 95%. Se demuestra entonces, que estas relaciones de proporciones de fases son mucho más dependientes de la velocidad de enfriamiento que del procesamiento en estado semisólido.

En la figura. 4, se muestra de forma gráfica la influencia de los tiempos de permanencia y la temperatura en la separación de los brazos interdendríticos (IAS) y la longitud de las láminas del grafito. Como se puede observar en las microfotografías de la figura 3 y comprobar en la figura 4 a), los tiempos de permanencia, así como la temperatura del proceso de tixotrofia, no influyen en el espacio interdendrítico de las láminas de grafitos, a pesar de cambiar el tipo de grafito y su orientación.

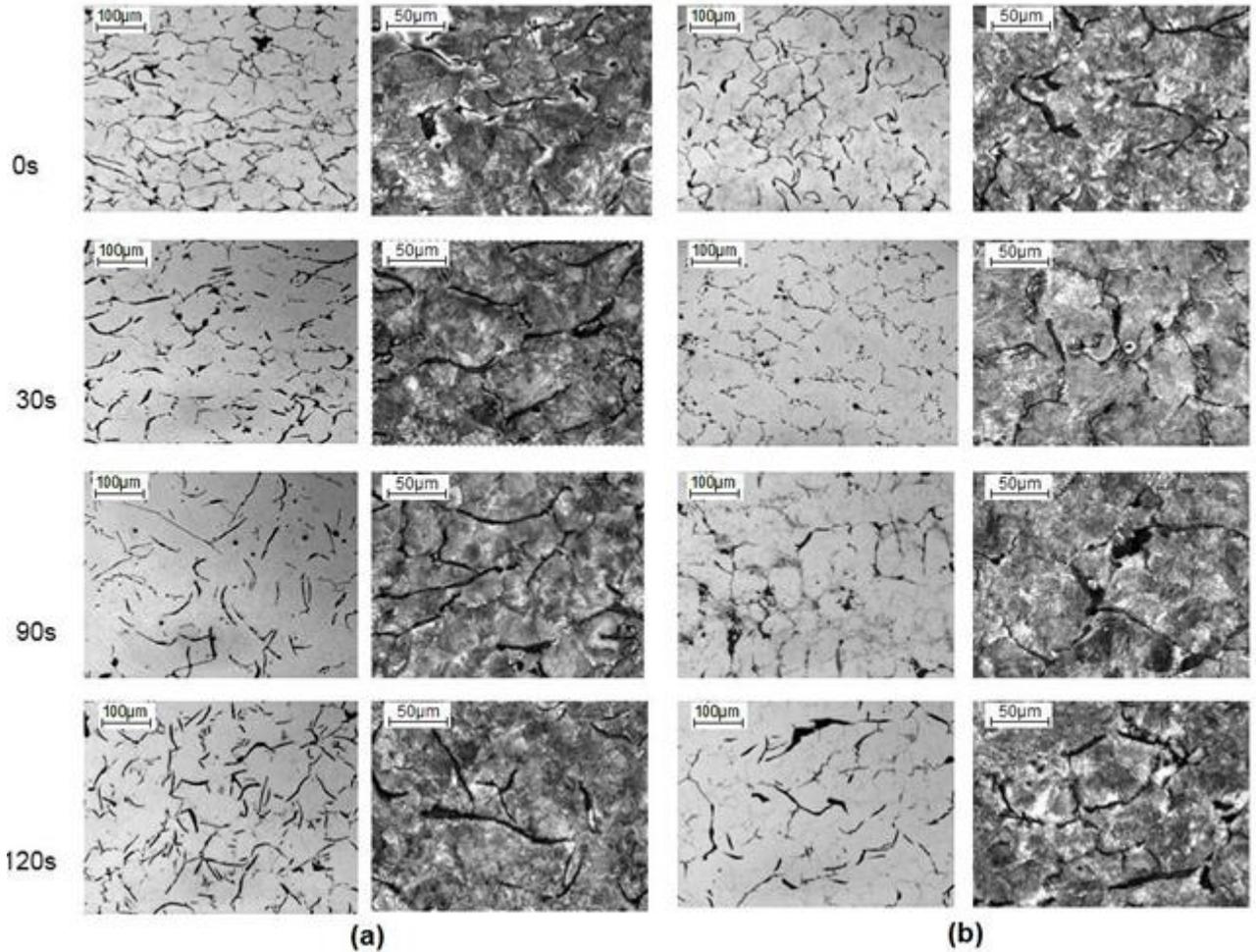


Fig. 3. Microestructura con y sin ataque químico del Hierro Fundido Fe–2.6 wt%C–1.5 wt%Si tixoconformado en estado semisólido a 1160 °C (Fig. 3a) y a 1180 °C (Fig. 3b), para tiempos de permanencia de 0, 30, 90 y 120 s

Tabla 2. Análisis metalográfico cuantitativo del Fe–2.6 wt%C–1.5 wt%Si en estado fundido y tixoconformado

Condición	Tiempo (s)	Tipo de grafito	Fase de la microestructura			Espacio entre brazos interdendríticos (μm)	Longitud del grafito (μm)
		Predominante	G (%)	α (%)	P (%)		
Fundido		A	7.5 ± 1.1	5.3 ± 2.7	87.2	59.1 ± 25.7	57.5 ± 14.4
Tixoconformado 1160 °C	0	E	7.3 ± 1.9	4.1 ± 2.0	88.5	53.7 ± 34.0	30.7 ± 6.4
	30	B	5.4 ± 2.0	2.8 ± 1.5	91.7	75.2 ± 31.2	24.2 ± 7.1
	90	B	5.4 ± 2.1	3.5 ± 1.1	91.0	75.6 ± 44.7	23.9 ± 7.8
	120	B	5.1 ± 1.5	4.0 ± 2.2	90.8	76.5 ± 31.5	26.0 ± 6.7
Tixoconformado 1180 °C	0	E	6.9 ± 1.7	3.1 ± 1.1	89.9	57.5 ± 23.1	25.7 ± 5.7
	30	B	7.0 ± 2.9	3.1 ± 1.1	88.9	49.3 ± 24.4	18.8 ± 8.9
	90	B	7.2 ± 1.6	2.5 ± 1.6	90.2	89.4 ± 34.8	33.2 ± 11.2
	120	B	7.0 ± 1.4	3.2 ± 1.1	89.9	59.7 ± 25.9	30.9 ± 8.9

Nota: G, grafito; α, ferrita; P, perlita.

Se corroboró que la longitud de las láminas de grafito, fueron afectadas por el proceso de tixoconformación, presentando diferencias significativas entre el material en estado como fundido y el material semisólido

procesado, como se puede ver en la figura 4 b). La longitud de las láminas de grafito en los materiales procesados por tixoconformación resultó menor que la del material en estado como fundido. Este parámetro no varió cuando fueron usadas las diferentes condiciones de temperatura y tiempos de permanencias aplicadas en los ensayos.

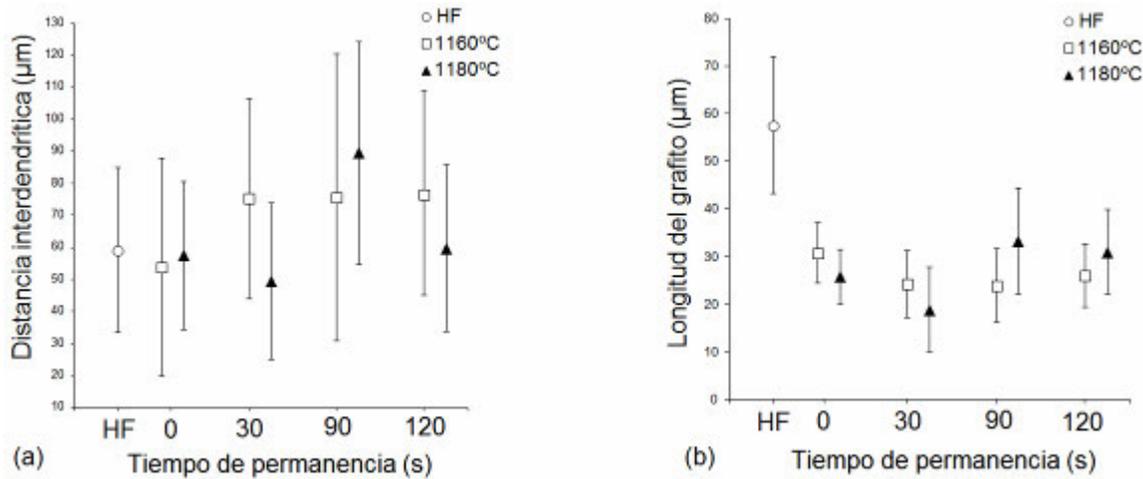


Fig. 4. Influencia del tiempo de permanencia y la temperatura en: (a) Distancia entre los brazos interdendríticos y (b) longitud del grafito

Este resultado indica que la microestructura es estable lo cual es un aspecto importante para su aplicación industrial, en el cual este proceso es efectivo desde el punto de vista comercial.

El comportamiento de la dureza del material después de la tixo-conformación a 1160 °C y 1180 °C, fue analizado y se muestra en la figura 5.

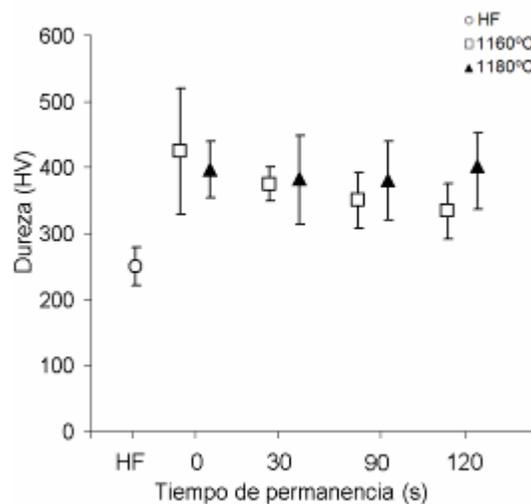


Fig. 5. Comportamiento de la dureza para el Hierro Fundido Fe-2.6 wt%C-1.5 wt%Si con tiempos de permanencia de 0, 30, 90 y 120s a temperaturas de 1160°C y 1180°C

En la figura 5, se comprueba que la dureza del material tixoconformado resultó mayor que en el hierro fundido usado como materia prima, sin embargo no existen diferencias significativas de la dureza para los diferentes tiempos de permanencias y temperaturas usadas en el trabajo.

Por su importancia en la aplicabilidad de este material tixoconformado en la industria, fueron realizados ensayos de porosidad y en la figura 6 se muestran los resultados de estos ensayos de las muestras tixoconformadas en estado semisólido.

Como se comprueba en la figura 6, la porosidad de las muestras tixoconformadas solo muestra cambios significativos para la condición de 1160°C con 0s de permanencia. Para el resto de las condiciones ensayadas no se observan diferencias significativas. En esta figura 6, se demuestra que el tiempo de

permanencia es el factor que más influye en la porosidad, de forma general a medida que aumenta el tiempo de permanencia tiende a disminuir la porosidad.

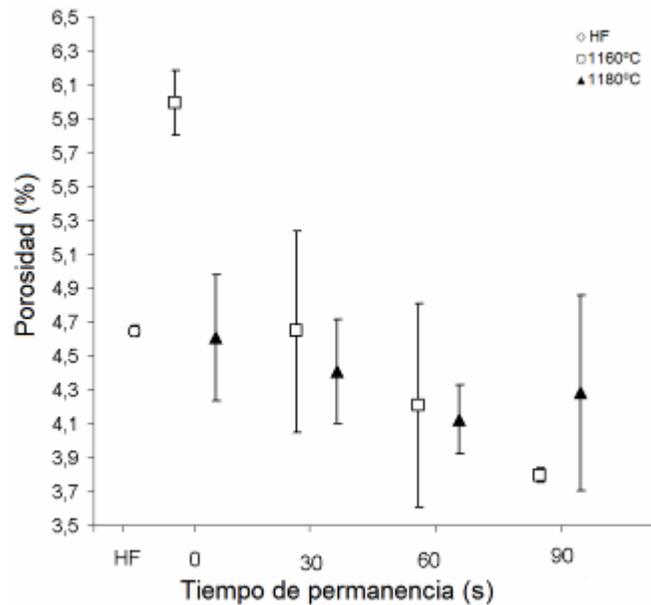


Fig. 6. Porosidad del Fe-2.6 wt%C-1.5 wt%Si tixocofundido en estado semisólido a 1160°C y 1180°C, para tiempos de permanencia de 0, 30, 60 y 90s

Por los resultados obtenidos en el trabajo es posible afirmar que la formación de poros está asociada con la temperatura y la cantidad de fase líquida. En este proceso la fase líquida siempre tiende a descender para la mitad inferior de la muestra, en las condiciones de menor temperatura, durante la tixocofundición, la muestra se enfría muy rápido y la fase líquida además de ser menor, no tiene tiempo suficiente para llenar las micro cavidades que se encuentran en la mitad superior de la muestra. A medida que aumenta, tanto la cantidad de fase líquida, como el aumento del tiempo de permanencia, la fase líquida tiene más posibilidades de llenar un mayor número de cavidades durante el proceso de compresión, lo que resulta en una disminución de la porosidad del material tixocofundido.

Conclusiones

Después de analizar los resultados aquí expuestos se pueden reconocer como conclusiones las siguientes:

- 1- El hierro fundido Fe-2.6wt%C-1.5wt%Si diseñado especialmente para esta investigación, muestra un resultado prometedor como un material tixocofundible.
- 2- A temperaturas de 1160 y 1180°C, después del proceso de tixocofundición, la microestructura presenta buena estabilidad sin cambios significativos en espacio entre las láminas de grafitos, ni las cantidades de fases de la matriz metálica.
- 3- El calentamiento al estado semisólido y las operaciones de tixocofundición cambian la morfología del material, en términos del tipo de grafito, de tipo "A", a tipo "B" (o "E") y disminuye la longitud del grafito.
- 4- Se verificó un aumento de la dureza de las muestras tixocofundidas con respecto al material usado como materia prima.
- 5- La porosidad del material tixocofundido tiende a disminuir con el aumento del tiempo de permanencia y de la temperatura de procesamiento.

Reconocimientos

Los autores agradecen a Mr. José María Marquiori de la compañía, Valentini & Cia Ltd. También se agradece a CAPES, por la ayuda financiera para el Proyecto CAPES/MES-Cuba no. 095/2010 y CNPq por su soporte técnico y financiero.

Referencias

1. Flemings, M. C. *et al.* "Rheocasting processes". *AFS International Cast Metals Journal*, 1976. vol. 1, nº 3, p. 11–22.
2. Murakami, H. Y. *et al.* "Semi-solid metal making of high melting point alloys by electromagnetic stirring". En: *Proceedings of the 2nd International Conference on Semi-Solid Process Alloy Composites*, Cambridge, USA, 1992, pp. 67–75.
3. Muumbo, A. y Nomura, H., "Micro-structural characterisation and mould-filling behaviour of grey cast iron stirred in the semi-solid state". *International Journal of Cast Metals Research*, 2002, vol 15, nº. 1, p. 31–39.
4. Nomura, H. *et al.* "Semi-solid processing of cast iron". *Materials Transactions*, 2001, vol. 42, nº 2, p. 303–308
5. Tsuchiya, M. *et al.* "Research of semisolid casting of iron". *JSAE*, 2003, vol. 24, nº. 2, p. 205–214.
6. Pahlevani, F. *et al.*, "Development of semi-solid ductile cast iron". *International Journal of Cast Metals Research* 2004, vol. 17, nº. 3, p. 157–161.
7. Ramadan, M. *et al.*, "Microstructure, fluidity, and mechanical properties of semi-solid processed ductile iron". *Journal of Materials Science*, 2011, vol. 1, nº. 7.
8. Heidarian B. *et al.* "Mechanical properties of thixo-formed austempered ductile iron", *Transactions of nonferrous metals society of China*, 2010, p. 798-804.
9. Roca A. S. *et al.* "Thixotropy of hypoeutectic gray cast iron" *Journal of Materials Processing Technology*. 2012, vol. 212, p. 1225– 1235.
10. Robert, M. H. y Cristofolini R. "Analysis of the thixotropy of ASTM A536 ductile iron", *Journal of achievements in materials and manufacturing engineering*, 2008, vol. 28, p. 115-122.
11. Elmquist L y Sonawane P. A. "On the relation between primary and eutectic solidification structures in gray iron", *Materials Science and Engineering*, 2011, DOI 10.1088/1757-899X/27/1/012060.
12. Nili-Ahmadabadi.M. *et al.*, "Effect of Slope Plate Variable and Reheating on the Semi-Solid Structure of Ductile Cast Iron", *Tsinghua Science and technology*, 2008, vol. 13, pp, 147-151. ISSN 107-0214.
13. Chen Yong-nan, *et al.* "Microstructure evolution and grain growth behavior of Ti14 alloy during semi-solid isothermal process", *Transactions of nonferrous metals society of china*. 2011, vol. 21, p. 1018-1022.
14. Wierzchowski W. y Grochal T., "Semi-solid processing method for cast iron", *Archives of foundry engineering*. 2010, vol. 10, nº. 3, p. 149-154.