



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO
INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA
DOCTORADO EN CIENCIAS DE LOS MATERIALES

TESIS DOCTORAL

**EFFECTO DE LA ADICIÓN DE NIOBIO EN LAS PROPIEDADES
MECÁNICAS Y MICROESTRUCTURALES DE UN HIERRO DÚCTIL
AUSTEMPERIZADO**

Para obtener el grado de
Doctor en Ciencias de los Materiales

PRESENTA

M en C. César Yeshua Becerra Mayorga

LGAC

Materiales metálicos

Directora

Dra. Marissa Vargas Ramírez

Codirector

Dr. Edgar Cardoso Legorreta

Comité tutorial

Dr. Jesús García Serrano

Dr. Azdrubal Lobo Guerrero Serrano

Mineral de la Reforma, Hidalgo., México., junio 2026



Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo

Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería

School of Engineering and Basic Sciences

Director

Mineral de la Reforma, Hgo., a 23 de junio de 2026

Número de control: ICBI-D/1197/2026

Asunto: Autorización de impresión.

MTRA. OJUKY DEL ROCIO ISLAS MALDONADO
DIRECTORA DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR DE LA UAEH

El Comité Tutorial de la tesis titulada "Efecto de la adición de niobio en las propiedades mecánicas y microestructurales de un hierro dúctil austemperizado", realizado por el sustentante **Cesar Yeshua Becerra Mayorga** con número de cuenta **260308** perteneciente al programa de **Doctorado en Ciencias de los Materiales (tradicional)**, una vez que ha revisado, analizado y evaluado el documento recepcional de acuerdo a lo estipulado en el Artículo 110 del Reglamento de Estudios de Posgrado, tiene a bien extender la presente:

AUTORIZACIÓN DE IMPRESIÓN

Por lo que el sustentante deberá cumplir los requisitos del Reglamento de Estudios de Posgrado y con lo establecido en el proceso de grado vigente.

Atentamente
"Amor, Orden y Progreso"

El Comité Tutorial


Dra. Marissa Vargas Ramírez
Directora de tesis


Dr. Edgar Cardoso Legorreta
Codirector


Dr. Jesús García Serrano
Titular


Dr. Azdrubal Lobo Guerrero Serrano
Suplente


Dr. Gabriel Vergara Rodríguez
Director del ICBI



GVRIBO

"Amor, Orden y Progreso"

Ciudad del Conocimiento, Carretera Pachuca-Tulancingo
Km. 4.5 Colonia Carboneras, Mineral de la Reforma, Hidalgo,
México. C.P 42184

Teléfono: 52 (771) 71 720 00 Ext. 40001

direccion_icbi@uaeh.edu.mx, vergara@uaeh.edu.mx

uaeh.edu.mx



DEDICATORIAS Y AGRADECIMIENTOS

Antes de empezar con este texto me gustaría mencionar que esta es la parte más difícil de todo este trabajo, por más raro que suene, es una mezcla de muchos sentimientos, horas de trabajo, una visión de vida y una pasión por hacer investigación.

Antes que nada, me gustaría agradecer a Dios por todas las bendiciones que me ha dado a lo largo de la vida y más que nada por darme la salud necesaria para realizar todas mis actividades y desarrollar el presente trabajo.

A mi esposa, esta aventura es un placer atravesarla contigo, nunca olvidaré aquellos duros meses en los que no teníamos un buen sustento económico y atravesamos muchas complicaciones, pero eso me enseñó a no rendirme y luchar siempre por nuestro bienestar, sé que estoy con la persona indicada, gracias por todo el apoyo en los días que me he tenido que ausentar durante muchas horas por la carga laboral, por tu cariño y sabiduría muchas gracias, todo esto va por nuestra familia, muchas gracias.

A mi madre, nunca olvidaré aquel día en el que veníamos de regreso de tu antiguo trabajo (Hospital Materno Infantil Inguarán), platicando sobre una difícil etapa en la que no tenía empleo y me impulsaste a estudiar una maestría, yo creo que esa decisión cambio mi vida para siempre, gracias por todos los consejos y la paciencia, todo empezó contigo, muchas gracias.

A mi pequeña Constanza, en algún momento leerás este texto, solo quiero decirte que llegaste para sanar cosas que tu no dañaste, gracias por llenarme de energía con tu amor cada día que llegaba exhausto a la casa, siempre me tendrás a tu lado para cada decisión que tomes en la vida, por todo el camino y los aprendizajes que nos esperan como papá e hija, muchas gracias.

A mis hermanos (también tu Yosel porque así te considero), a veces no estaremos de acuerdo, pero siempre en los momentos difíciles estamos apoyándonos, gracias

por todos los consejos y el apoyo que me han brindado, el camino siempre será fácil si ustedes están a mi lado, muchas gracias.

Expreso mi más sincero agradecimiento a la Dra. Marissa, Dr. Edgar, Dr. Jesús y Dr. Felipe por su valioso apoyo, orientación y dedicación a lo largo de este proceso. Sus conocimientos, experiencia y constantes observaciones enriquecieron significativamente este trabajo. Agradezco el tiempo que dedicaron a compartir sus enseñanzas y brindar su confianza. Gracias por contribuir de manera tan importante al logro de esta meta.

Por último, a todas aquellas que ya no están (Vicky, papá y Fer grande) ustedes también fueron parte de este viaje, gracias por todas las enseñanzas y los valores que hoy me siguen formando como profesional y como ser humano.

RESUMEN

La presente investigación evaluó el efecto de la adición de niobio (0, 0.1, 0.2 y 0.3% en peso) sobre la evolución microestructural y el comportamiento mecánico del hierro dúctil austemperizado (HDA), considerando tres temperaturas de austemperizado (250, 300 y 350 °C) y cuatro tiempos de mantenimiento isotérmico (15, 30, 60 y 90 minutos). El estudio integró caracterización microestructural mediante microscopía óptica (MO), microscopía electrónica de barrido (MEB) y difracción de rayos X (DRX), así como evaluación de propiedades mecánicas y tribológicas mediante ensayos de dureza, tensión, impacto y desgaste.

En condición de colada, la adición de niobio promovió un incremento en la fracción perlítica (25.44% en 0% Nb a 73.31% en 0.35 Nb) y en el contenido de carburos (0.53% para 0% Nb a 2.48% en 0.3% Nb), acompañado de una reducción en la nodularidad (87.23% a 81.9%) y el conteo nodular (de 256.1 a 156.4 nod/mm²), aunque con aumento en el tamaño promedio de los nódulos de grafito (21.72 a 23.23 µm), evidenciando su influencia sobre la solidificación y la nucleación de carburos.

Durante el austemperizado, el niobio aceleró la formación de ausferrita y la estabilización de austenita retenida con alto contenido de carbono, alcanzando una fracción máxima de 43.62% a 300 °C y 30 minutos en la aleación con 0.3% Nb. Los resultados de DRX confirmaron que la fracción de austenita retenida dependió tanto de la temperatura como del tiempo de austemperizado, mostrando valores mayores a 300 y 350 °C, mientras que a 250 °C predominó una microestructura ausferrítica más fina con menos contenido de esta fase.

Los ensayos de tensión mostraron que la microestructura refinada obtenida a 250° C proporcionó los mayores niveles de resistencia mecánica, alcanzado con 0.3 % Nb una resistencia última a la tensión de 1353 MPa y un límite elástico de 1090 MPa. En contraste, los tratamientos a 300 y 350 °C favorecieron un comportamiento más dúctil asociado a una mayor estabilidad de la austenita retenida. Se observó

una correlación inversa entre la fracción de austenita retenida y la dureza, mientras que la energía de impacto alcanzó valores máximos en condiciones de mayor estabilidad de esta fase, particularmente a 30 minutos de austemperizado en las aleaciones con niobio.

Desde el punto de vista tribológico, el menor volumen de desgaste se registró en las muestras austemperizadas a 250 °C, debido a la mayor dureza y menor fracción de austenita retenida. No obstante, la aleación con 0.3% Nb presentó la mejor resistencia al desgaste como consecuencia de su mayor contenido de carburos.

En conjunto, los resultados demuestran que el comportamiento del HDA aleado con niobio está gobernado por la interacción entre el refinamiento ausferrítico, el endurecimiento por precipitación de NbC, la estabilización de la austenita retenida y la transformación inducida por deformación. La optimización simultánea del contenido de Nb, la temperatura y el tiempo de austemperizado permite modular la sinergia resistencia–tenacidad–desgaste, estableciendo que los tratamientos a 250 °C son idóneos para aplicaciones de alta resistencia y desgaste, mientras que 300 y 350 °C favorecen el desempeño bajo impacto. Estos hallazgos aportan bases científicas y tecnológicas para el diseño de hierros dúctiles austemperizados de alto desempeño destinados a componentes estructurales y tribológicos en sectores automotriz, minero y de maquinaria pesada.

ABSTRACT

The present research evaluated the effect of niobium addition (0, 0.1, 0.2, and 0.3 wt.%) on the microstructural evolution and mechanical behavior of austempered ductile iron (ADI), considering three austempering temperatures (250, 300, and 350 °C) and four isothermal holding times (15, 30, 60, and 90 minutes). The study integrated microstructural characterization through optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), and X-ray diffraction (XRD), as well as mechanical and tribological evaluation by hardness, tensile, impact, and wear tests.

In the as-cast condition, niobium addition promoted an increase in pearlite fraction (from 25.44% in 0% Nb to 73.31% in 0.3% Nb) and carbide content (from 0.53% in 0% Nb to 2.48% in 0.3% Nb), accompanied by a reduction in nodularity (from 87.23% to 81.9%) and nodule count (from 256.1 to 156.4 nodules/mm²), although with an increase in the average graphite nodule size (from 21.72 to 23.23 μm), highlighting its influence on solidification and carbide nucleation.

During austempering, niobium accelerated the formation of ausferrite and the stabilization of high-carbon retained austenite, reaching a maximum fraction of 43.62% at 300 °C and 30 minutes in the alloy containing 0.3% Nb. XRD results confirmed that the retained austenite fraction depended on both austempering temperature and time, showing higher values at 300 and 350 °C, whereas at 250 °C a finer ausferritic microstructure with lower retained austenite content predominated.

Tensile testing revealed that the refined microstructure obtained at 250 °C provided the highest mechanical strength, reaching an ultimate tensile strength of 1353 MPa and a yield strength of 1090 MPa in the alloy with 0.3% Nb. In contrast, treatments at 300 and 350 °C promoted a more ductile behavior associated with greater stability of retained austenite. An inverse correlation between retained austenite fraction and hardness was observed, while impact energy reached maximum values under conditions of higher stability of this phase, particularly at 30 minutes of austempering in the niobium-alloyed specimens.

From a tribological standpoint, the lowest wear volume was recorded in samples austempered at 250 °C, due to their higher hardness and lower retained austenite fraction. However, the alloy containing 0.3% Nb exhibited the best wear resistance as a consequence of its higher carbide content.

Overall, the results demonstrate that the behavior of niobium-alloyed ADI is governed by the interaction among ausferritic refinement, precipitation hardening by NbC, retained austenite stabilization, and strain-induced transformation mechanisms. The simultaneous optimization of Nb content, austempering temperature, and holding time allows modulation of the strength–toughness–wear synergy, establishing that treatments at 250 °C are suitable for high-strength and wear-resistant applications, whereas 300 and 350 °C favor impact performance. These findings provide scientific and technological foundations for the design of high-performance austempered ductile irons intended for structural and tribological components in automotive, mining, and heavy machinery applications.

ÍNDICE

.....	2
DEDICATORIAS Y AGRADECIMIENTOS.....	3
RESUMEN	5
ABSTRACT	7
ÍNDICE.....	9
1. INTRODUCCIÓN	14
2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	16
3. OBJETIVOS	17
3.1 OBJETIVO GENERAL	17
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	17
4. HIPÓTESIS.....	18
5. JUSTIFICACIÓN DE LA INVESTIGACIÓN.....	19
6. MARCO TEÓRICO.....	20
6.1 HIERRO GRIS.....	22
6.2 HIERRO BLANCO	24
6.3 HIERRO VERMICULAR.....	26
6.4 HIERRO DÚCTIL.....	28
6.4.1 Hierro dúctil ferrítico.....	33
6.4.2 Hierro dúctil perlítico	34
6.4.3 Hierro dúctil ferrítico-perlítico	35
6.5 Tratamientos térmicos de los hierros dúctiles.....	35
6.5.1 RECOCIDO.....	36
6.5.2 HIERRO DÚCTIL NORMALIZADO.....	38
6.5.3 HIERRO DÚCTIL TEMPLADO	38
6.5.4 HIERRO DÚCTIL AUSTEMPERIZADO	40
7. ANTECEDENTES	55
8. DESARROLLO EXPERIMENTAL	60
8.1 Probetas pruebas mecánicas	61

8.2 EQUIPOS	63
8.2.1 Microscopio metalográfico	63
8.2.2 Microscopio electrónico de barrido	63
8.2.3 Difractómetro de rayos X	64
8.2.4 Durómetro	64
8.2.5 Máquina de impacto Charpy	65
8.2.6 Máquina de desgaste por bloque de anillo	65
8.2.7 Máquina de tensión universal	66
8.3 Fabricación hierro dúctil	67
8.4 Tratamientos térmicos	75
8.5 Caracterización del material.	76
8.5.1 Estudio metalográfico	76
8.5.2 Caracterización mecánica	80
9. RESULTADOS	82
9.1 Fundición hierro dúctil	82
9.2.1 Hierro dúctil sin alear y aleado con niobio antes del tratamiento térmico	82
9.2.2 Tratamiento térmico de austemperizado a 250°	93
9.2.3 Tratamiento térmico de austemperizado a 300°	106
9.2.4 Tratamiento térmico de austemperizado a 350°	118
10. CONCLUSIONES	126
11. REFERENCIAS	127
12. ANEXOS	141

Índice de figuras

Figura 1. Cambios alotrópicos del Fe puro [1].	20
Figura 2. Diagrama binario estable de Fe-C [2].	21
Figura 3. Clasificación del grafito acorde a la norma ASTM A395 [6].	22
Figura 4. Tipos de hojuelas de grafito en hierro gris acorde a la AFS-ASTM, microestructuras a una amplificación de 100X [7].	23
Figura 5. Microestructuras de hierro blanco [13].	24
Figura 6. Evaluación de la dureza en función del % C [14].	25

Figura 7. Microestructura del hierro vermicular a 200 μm [13].	26
Figura 8. Evolución de la microestructura del hierro vermicular con la adición de magnesio e inoculante [18].	27
Figura 9. Representación esquemática del método sándwich utilizado para el tratamiento con magnesio en la producción de hierro nodular. [21].	30
Figura 10. Microestructura del hierro dúctil en una matriz ferrítica [21].	34
Figura 11. Hierro dúctil en una matriz perlítica [34].	34
Figura 12. Hierro dúctil en una matriz combinada de ferrita y perlita [21].	35
Figura 13. Diagrama CCT del hierro dúctil con diferentes tratamientos térmicos [35].	36
Figura 14. a) Hierro dúctil b) Hierro dúctil recocido [37].	37
Figura 15. a) Hierro dúctil b) Hierro dúctil normalizado [39].	38
Figura 16. Hierro dúctil templado [35].	39
Figura 17. Relación típica entre las propiedades mecánicas y la dureza en hierros dúctiles austemperizados [37].	39
Figura 18. Microestructura de un HDA austenitizado a 910°C durante 120 minutos y austemperizado a 380°C por 60 minutos.	40
Figura 19. Diagrama de proceso del tratamiento de austemperizado.	41
Figura 20. Estructuras cristalinas hierro [51].	43
Figura 21. Cambios y temperaturas de austenización en el diagrama binario Fe-C [57].	44
Figura 22. Formación de la estructura ausferrítica. a) Nucleación de las plaquetas de ferrita. b) Microestructura ausferrítica e (c)-(f) Crecimiento de la ferrita acicular y formación de la austenita retenida con alto contenido de carbono [70].	46
Figura 23. Evolución morfológica de ausferrita con el cambio de temperatura de austemperizado. a) Austemperizado a 350°C con 90 min b) Austemperizado a 370°C con 90 min c) Austemperizado a 390°C con 90 min d) Austemperizado a 410°C con 90 min [74].	47
Figura 24. Evolución de microestructuras conforme avanza el tiempo y temperatura de austemperizado [80].	49
Figura 25. Ventana óptima de austemperizado acorde a tiempo y temperatura [82].	50
Figura 26. Propiedades mecánicas del HDA aleado con diferentes elementos [90].	51
Figura 27. Desarrollo experimental del proyecto de investigación.	60
Figura 28. Probeta para desgaste acorde a la ASTM G132-96.	61
Figura 29. Probeta para prueba de impacto Charpy acorde a la ASTM E23 [52].	62
Figura 30. Probeta para prueba de tensión acorde a la norma ASTM E8/E8M-13a.	62
Figura 31. Microscopio óptico metalográfico marca vhx-6000.	63
Figura 32. Microscopio electrónico de barrido marca JEOL IT 300.	64
Figura 33. Difractómetro de rayos X.	64
Figura 34. Durómetro Rockwell.	65
Figura 35. Máquina de impacto Charpy.	65
Figura 36. Máquina SLIM Multi-Purpose friction and wear tester.	66
Figura 37. Máquina de tensión universal.	66
Figura 38. Horno de inducción.	67
Figura 39. Olla de reacción para proceso sándwich.	68

Figura 40. Barras de 2" de acero 1018.	68
Figura 41. GRAFIMAC (Grafito bajo azufre).	69
Figura 42. Ferrosilicio 75%.	70
Figura 43. Ferroniobio.	71
Figura 44. Ferro silicio magnesio 6-8.	72
Figura 45. Mufla Barnstead.	75
Figura 46. Mufla Marla.	76
Figura 47. Fases presentes en las 4 aleaciones de hierro dúctil.	83
Figura 48. Nódulos en las aleaciones, a) HD 0% Nb, b) HD 0.1% Nb, c) HD 0.2% Nb, d) HD 0.3% Nb.	85
Figura 49. Valores de dureza Rockwell C de los hierros dúctiles.	86
Figura 50. Relación de dureza con respecto a la perlita y carburos presente en las aleaciones.	87
Figura 51. Volumen perdido por los hierros dúctiles.	88
Figura 52. Relación de desgaste en función de la cantidad de carburos.	89
Figura 53. Resultados de prueba de impacto Charpy.	90
Figura 54. Curvas esfuerzo-deformación del hierro dúctil.	91
Figura 55. Resultados de resistencia última a la tensión y límite elástico.	92
Figura 56. Porcentaje de elongación de las cuatro aleaciones.	93
Figura 57. Microestructuras de los cuatro hierros dúctiles austemperizado a 250 °C en función del tiempo.	94
Figura 58. Difractogramas de rayos X de HDA a 250 °C.	95
Figura 59. Porcentaje de austenita retenida con alto contenido de carbono en función del porcentaje de niobio y tiempo de austemperizado.	96
Figura 60. Resultados dureza Rockwell C, muestras tratadas a 250 °C.	98
Figura 61. Volumen perdido de los HDA, en función del tiempo de austemperizado.	99
Figura 62. Resultados de energía de impacto Charpy muestras tratadas a 250 °C.	101
Figura 63. Curvas esfuerzo-deformación de los HDA tratados a 250 °C.	102
Figura 64. Resultados de la resistencia última a la tensión de los cuatro HDA a 250 °C.	103
Figura 65. Límite elástico de las cuatro aleaciones en función del tiempo de austemperizado. ...	105
Figura 66. Porcentaje de elongación de los cuatro HDA tratados a 250 °C.	106
Figura 67. Microestructuras de los HDA tratados a 300 °C en función del tiempo de austemperizado.	107
Figura 68. Difractogramas de los HDA a 300 °C de austemperizado.	108
Figura 69. Porcentaje de austenita retenida con alto contenido de carbono de los HDA a 300 °C en función del tiempo y contenido de niobio.	109
Figura 70. Resultados dureza Rockwell de los HDA tratados a 300 °C.	111
Figura 71. Volumen perdido por la prueba de desgaste de los HDA a 300 °C de austemperizado.	112
Figura 72. Resultados de prueba impacto Charpy de las muestras tratadas a 300 °C.	113
Figura 73. Curvas esfuerzo-deformación de los HDA a 300 °C de austemperizado.	114
Figura 74. Resistencia última a la tensión de los HDA a 300 °C en función del tiempo de austemperizado.	115
Figura 75. Límite elástico de los HDA tratados a 300 °C.	116

Figura 76. Porcentaje de elongación de los HDA a 300 °C de austemperizado en función del tiempo de austemperizado.....	117
Figura 77. Microestructuras de los HDA a 350 °C en función del tiempo de austemperizado y contenido de niobio.	119
Figura 78. Difractogramas de los HDA tratados a 350 °C.....	120
Figura 79. Porcentaje de austenita retenida con alto contenido de carbono de los HDA a 350 °C en función del tiempo.	121
Figura 80. Resultados dureza Rockwell de los HDA a 350 °C de austemperizado.	122
Figura 81. Volumen perdido de los HDA a 350 °C de austemperizado en función del tiempo.	123
Figura 82. Resultados de energía de impacto Charpy de los HDA tratados a 350 °C de austemperizado.....	125

Índice de tablas

Tabla 1. Propiedades mecánicas de los hierros grises de acuerdo con la ASTM A 48.	23
Tabla 2. Composición química acorde con la ASTM A 532.	24
Tabla 3. Propiedades mecánicas del hierro vermicular acordes con la norma ASTM.	26
Tabla 4. Propiedades mecánicas del hierro dúctil de acuerdo con la norma ASTM A-536.	35
Tabla 5. Propiedades mecánicas del hierro dúctil recocido acorde con la ASTM.....	37
Tabla 6. Propiedades mecánicas de HDA acordes con la ASTM.	42
Tabla 7. Tendencia a formar carburos en porcentaje.	52
Tabla 8. Porcentajes recomendados de elementos aleantes.	53
Tabla 9. Composición química del acero 1018.....	69
Tabla 10. Composición química GRAFIMAC (Grafito bajo azufre)	69
Tabla 11. Composición química Ferrosilicio 75%.	70
Tabla 12. Composición química Ferroniobio.....	71
Tabla 13. Composición química de Ferro silicio magnesio 6-8.	72
Tabla 14. Ajuste de carga horno.....	73
Tabla 15. Adición de Fe-Nb para ajuste químico.....	74
Tabla 16. Adición de material en la olla de reacción.	74
Tabla 17. Composición química de los hierros dúctiles.	82
Tabla 18. Estudio nodular y metalográfico de las aleaciones.	85

1. INTRODUCCIÓN

En las últimas década se ha visto un aumento en la producción de vehículos de combustión interna y eléctricos [1], lo que viene relacionado con una alta demanda por parte de los consumidores de tener un vehículo eficiente, seguro y sobre todo de mayor durabilidad, en este contexto surge la necesidad de encontrar y caracterizar materiales metálicos que cumplan las necesidades que requiere la industria automotriz en función de tener materiales más ligeros pero que presenten mejores propiedades mecánicas como dureza, tenacidad, resistencia a la tensión y desgaste, debido a esto han surgido diferentes aleaciones tanto de materiales ferrosos y no ferrosos, dentro de la gama de los ferrosos encontramos los hierros nodulares que en el transcurso de los años han sufrido diferentes modificaciones microestructurales mediante la introducción de elementos aleantes tales como cromo, vanadio, níquel, entre otros, además de la transformación mediante tratamientos térmicos lo que permiten la modificación las fases microestructurales presentes en los hierros.

Tras la caracterización de los distintos hierros nodulares que existen actualmente en el mercado surge la necesidad de mejorar las propiedades mecánicas tales como dureza, desgaste y tenacidad que son tres propiedades primordiales que deben tener los ensambles de un motor.

Actualmente se trabaja mediante la adición de cromo, vanadio y níquel para mejorar dichas propiedades, pero no se ha profundizado en el estudio del efecto que tiene la adición de niobio que es un elemento formador de carburos y estabilizador de la fase perlítica lo que provoca una mejora significativa de las ya mencionadas propiedades mecánicas.

Con base en lo anterior, la presente investigación evalúa el efecto de la adición de niobio en contenidos de 0.1 y 0.3 % en peso sobre la evolución microestructural y las propiedades mecánicas del hierro dúctil austemperizado. Estos contenidos fueron seleccionados debido a que concentraciones superiores favorecen la formación excesiva de carburos, lo que puede afectar negativamente la ductilidad

del material. Posteriormente, las aleaciones fueron sometidas a tratamientos de austemperizado a 250, 300 y 350 °C durante 15, 30, 60 y 90 minutos, condiciones en las que ocurre la transformación ausferrítica.

La contribución principal de este trabajo consiste en establecer una correlación entre el contenido de niobio, la evolución de la microestructura ausferrítica y las propiedades mecánicas y tribológicas resultantes, incluyendo dureza, resistencia al impacto y resistencia al desgaste. Asimismo, se busca identificar las condiciones de procesamiento que permitan optimizar el balance entre resistencia mecánica, tenacidad y comportamiento tribológico, generando información de interés para el diseño y la aplicación industrial de hierros dúctiles austemperizados de alto desempeño.

2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El hierro dúctil austemperizado es un material que ha sustituido a otros materiales tales como el acero, hierro gris y aluminio esto debido a sus mejores propiedades mecánicas tales como la resistencia al desgaste, a la fatiga y mejor maquinabilidad, actualmente la tendencia de fabricación de vehículos eléctricos e híbridos a nivel mundial superan los 6.6 millones de unidades [2] lo cual ha provocado la demanda de materiales más ligeros pero que no afecte las propiedades mecánicas del material.

Es por eso que los hierros dúctiles austemperizados han sido evaluados y optimizados mediante diferentes procesos y adiciones composicionales, siendo el más relevante el tratamiento térmico de austemperizado, el cual se ha evaluado el efecto que tiene el tiempo y la temperatura en la microestructura y propiedades mecánicas del material, en tiempos recientes aunado a evaluar las variables del proceso de austemperizado se ha trabajado con elementos aleantes que modifican las propiedades del material, se ha trabajado con cobre, níquel, cromo, vanadio y molibdeno, dichos materiales se han caracterizado los efectos que tienen en las fases microestructurales así como en las propiedades mecánicas, sin embargo el niobio que es un elemento formador de carburos, no cuenta con la suficiente información de los efectos que tienen en los hierros dúctiles austemperizados, los cuales se equiparán y se tiene documentado que mejoran las propiedades en relación con los HDA aleados con Cr, V y Cu [3-9], es por esto que el propósito del presente proyecto de investigación es evaluar los efectos de la adición de Niobio en un hierro dúctil austemperizado en la propiedades mecánicas y fases microestructurales.

3. OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GENERAL

Evaluar el efecto de la adición de niobio en un hierro dúctil austemperizado en las propiedades mecánicas, microestructurales y ventana de proceso con el fin de exponer las modificaciones de fases, mecánicas y operativas que se tienen al añadir niobio mediante técnicas de caracterización de materiales.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 1) Obtener el hierro dúctil mediante técnicas de fundición por moldeo y cumplir con la composición química establecida por la ASTM.
- 2) Caracterizar las microestructuras y propiedades de los hierros dúctiles y hierros dúctiles austemperizados, utilizando diferentes técnicas de caracterización.
- 3) Evaluar los efectos del niobio sobre las propiedades mecánicas y microestructurales de un hierro dúctil austemperizado.

4. HIPÓTESIS

La adición de niobio en un rango de 0.1 a 0.3 % en peso en un hierro dúctil austemperizado modifica significativamente su evolución microestructural al promover la formación de carburos tipo NbC y actuar como elemento refinador de la matriz, lo cual acelera la cinética de transformación ausferrítica durante el tratamiento térmico.

Como consecuencia, se incrementa la fracción de austenita retenida estabilizada con alto contenido de carbono y se obtiene una microestructura más fina y homogénea, lo que genera un aumento en la resistencia mecánica y la dureza, así como una mejora en la resistencia al desgaste, en comparación con el hierro dúctil austemperizado sin alear.

Asimismo, se establece que existe una relación directa entre el contenido de niobio, las condiciones de austemperizado (temperatura y tiempo) y la sinergia entre resistencia, tenacidad y comportamiento tribológico, permitiendo definir una ventana óptima de proceso en la cual se maximiza el desempeño del material.

5. JUSTIFICACIÓN DE LA INVESTIGACIÓN

La problemática que se pretende abordar en la presente investigación es el efecto que tiene el niobio en los hierros dúctiles y los hierros dúctiles austemperizados, dicho problema es relevante porque el niobio tiene la propiedad de formar carburos y acelerar la ventana óptima de proceso del tratamiento térmico de austemperizado, así como de modificar propiedades mecánicas y estructurales, por esta razón la investigación se enfoca en estudiar a los hierros dúctiles y su tratamiento térmico de austemperizado aleado con niobio para evaluar los efectos microestructurales y mecánicos que se tiene al añadir niobio de un 0.1 a un 0.3%, la aportación del trabajo de investigación será detallar y cuantificar los efectos del niobio en la dureza, tensión, impacto y fases microestructurales del hierro dúctil.

6. MARCO TEÓRICO

El hierro es un constituyente fundamental de algunas de las más importantes aleaciones de la ingeniería, el cual es un metal alotrópico, lo cual significa que puede existir en más de un tipo de estructura reticular, dependiendo de la temperatura. La figura 1 muestra la curva de enfriamiento para hierro puro.

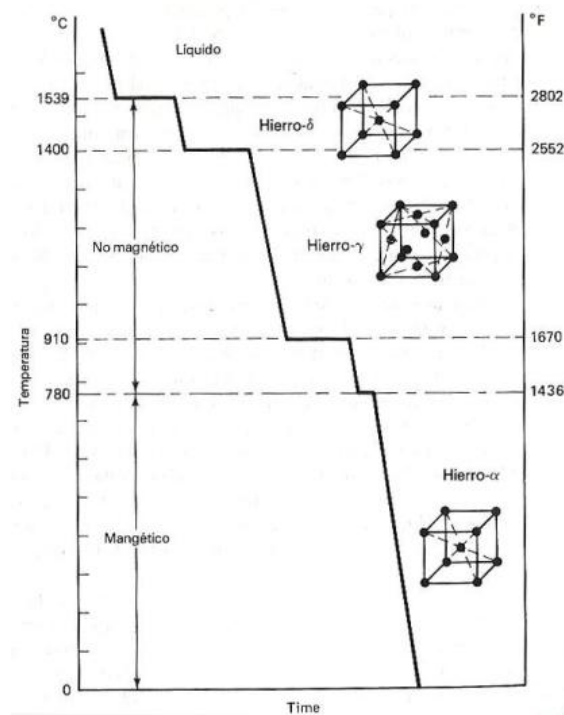


Figura 1. Cambios alotrópicos del Fe puro [1].

La temperatura donde se tienen lugar los cambios alotrópicos en el hierro depende de los elementos de aleación principalmente del carbono, la figura 2 muestra la estructura del diagrama binario estable de hierro-carbono.

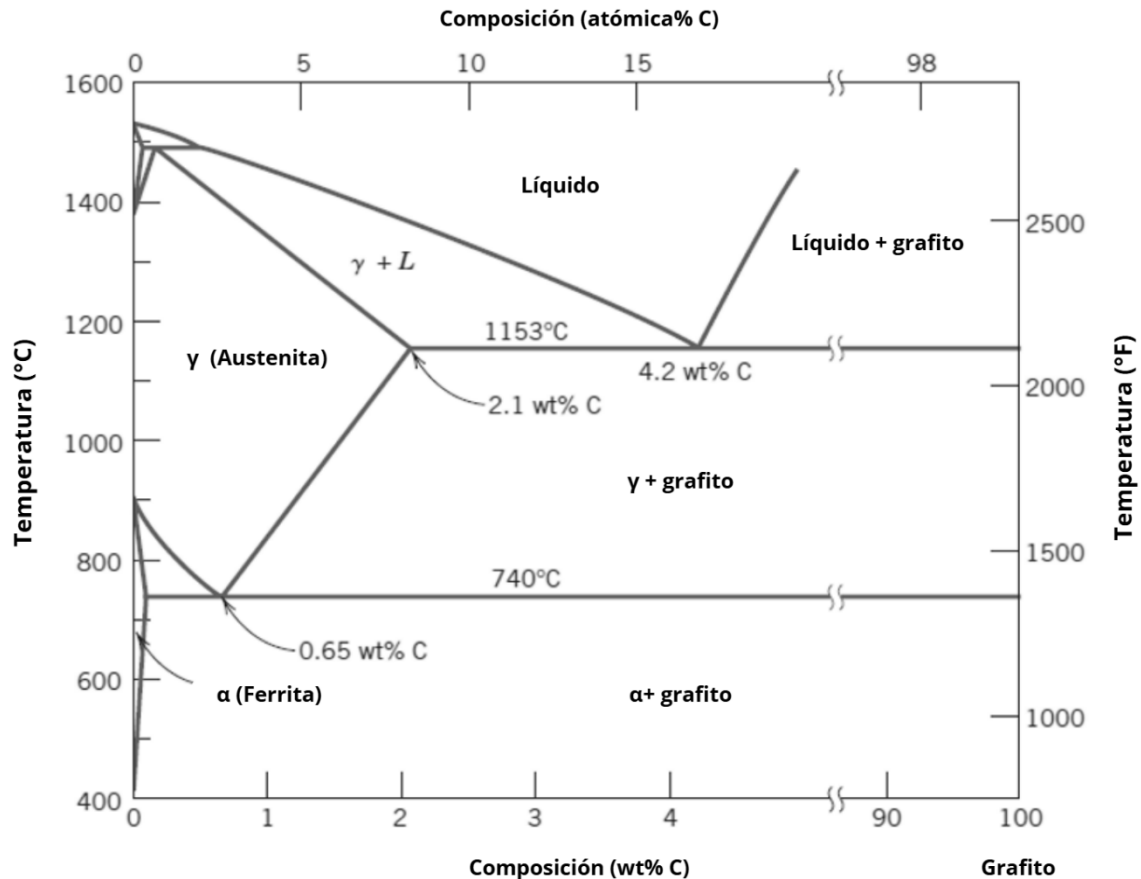


Figura 2. Diagrama binario estable de Fe-C [2].

El C es el aleante principal de las aleaciones ferrosas, en las que el hierro es elemento base que cuando se alea con carbono da lugar al sistema Fe-C cuyo diagrama de fases binario presenta la parte de mayor interés comprendida entre el 0 y 6.67% C correspondiendo la composición del 6.67% al compuesto intermedio de hierro Fe_3C , denominado cementita.

La cementita (Fe_3C) en determinadas condiciones, se puede descomponer en carbono en forma de grafito y en hierro [3].

En el diagrama Fe-C se pueden distinguir dos grupos de aleaciones ferrosas: los aceros, que son aleaciones Fe-C con contenidos en C inferiores a 2.1% y los hierros que poseen mayores porcentajes de C sin superar el 5% [4].

Comparado con el acero, los hierros tienen menor punto de fusión, buena fluidez y presenta buen vaciado al igual que una moderada contracción durante la solidificación.

La clasificación de los hierros va en función de la morfología del grafito, la norma ASTM (American Society for Testing of Materials) caracteriza las partículas de grafito por número y letra en metalografías idealizadas para ser comparadas, permitiendo obtener un estimado de la distribución y tamaño de las partículas de grafito, dicha clasificación se muestra en la figura 3 [5].

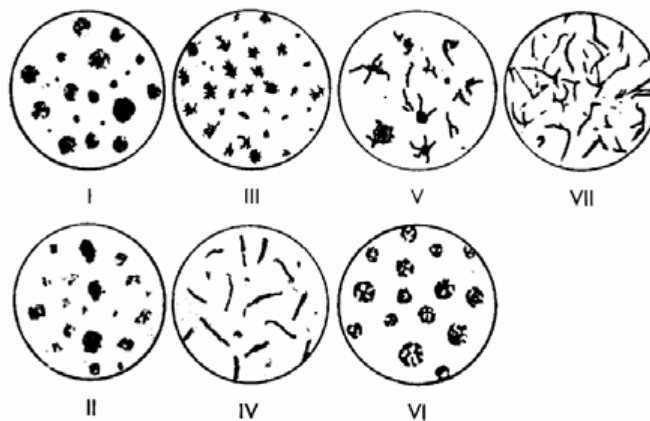


Figura 3. Clasificación del grafito acorde a la norma ASTM A395 [6].

6.1 HIERRO GRIS

El hierro gris es uno de los materiales más empleados, su nombre se debe a la apariencia de sus superficies al romperse. Esta aleación ferrosa contiene en general más del 2% de carbono y más de 1% de silicio. Una característica distintiva del hierro gris es que el carbono se encuentra, en general, en forma de grafito, adoptando formas irregulares descritas como “hojuelas”.

Las hojuelas adoptan diferentes patrones. El tipo y tamaño de hojuela se determinan de manera tradicional por comparación con el patrón de la ASTM, norma A247. Esto

se realiza mediante observaciones de microscopía óptica a 100 X sobre muestras en condición de pulido a espejo, sin ataque químico. En general se habla de cinco tipos de hojuelas denominados A, B, C, D y E como se ve en la figura 4.



Figura 4. Tipos de hojuelas de grafito en hierro gris acorde a la AFS-ASTM, microestructuras a una amplificación de 100X [7].

El hierro gris es una aleación usada comúnmente para producir componentes de maquinaria debido a su alta colabilidad, alta conductividad térmica. El grafito en hojuela está interconectado en cierto grado, lo cual disminuye la ductilidad y la resistencia a la tensión [8,9].

Las propiedades mecánicas del hierro gris dependen de la morfología del grafito y son descritas por la ASTM E10-18 para el ensayo de dureza y la ASTM E8 para determinar la resistencia a la tensión, los resultados se muestran en la tabla 1 [10,11].

Tabla 1. Propiedades mecánicas de los hierros grises de acuerdo con la ASTM A 48.

CLASE ASTM	Resistencia Máxima (ksi)	Resistencia a la compresión (ksi)	Límite a la fatiga (ksi)	Dureza (HB)
20	22	83	10	156
30	31	109	14	201
40	42.5	140	18.6	212
50	52.5	73	21.6	262
60	62.5	88.5	24.5	302

6.2 HIERRO BLANCO

El hierro blanco se forma cuando en la solidificación, el carbono en solución no es capaz de precipitar en grafito ya que la única forma en la que se presenta es en carburos. Hierros blancos son duros y frágiles, lo que provoca que no sean maquinables, la composición química de un hierro blanco se muestra en la tabla 2.

La microestructura del hierro blanco contiene cementita que aparece de color blanco y perlita, además contiene interdendritas de cementita las cuales en ocasiones tienen una apariencia puntiaguda como se aprecia en la figura 5 [12].

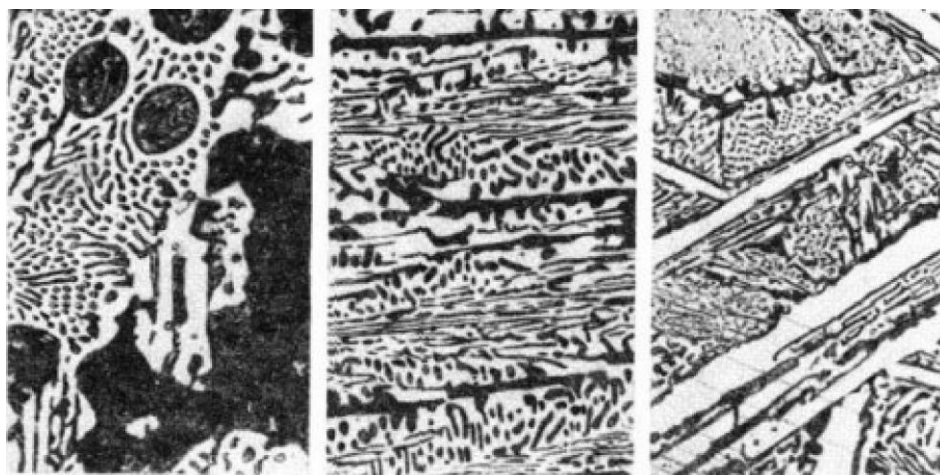


Figura 5. Microestructuras de hierro blanco [13].

Tabla 2. Composición química acorde con la ASTM A 532.

CLASE	TIPO	Carbono	Manganeso	Silicio	Níquel	Cromo	Molibdeno
I	A	2.8-3.6	2.0 máx	0.8 máx	3.3-5.0	1.4-4.0	1.0 máx
I	B	2.4-3	2.0 máx	0.8 máx	3.3-5.0	1.4-4.1	1.0 máx
I	C	2.5-3.7	2.0 máx	0.8 máx	4.0 máx	1.0-2.5	1.0 máx

I	D	2.5-3.6	2.0 máx	2.0 máx	4.5-7.0	7.0- 11.0	1.5 máx
II	A	2-3.3	2.0 máx	1.5 máx	2.5 máx	11.0- 14.0	3.0 máx
II	B	2-3.3	2.0 máx	1.5 máx	2.5 máx	14.0- 18.0	3.0 máx
II	D	2-3.3	2.0 máx	1.0- 2.2	2.5 máx	18.0- 23.0	3.0 máx
III	A	2-3.3	2.0 máx	1.5 máx	2.5 máx	23.0- 30.0	3.0 máx

El hierro blanco tiene alta resistencia a la compresión y buena dureza como se muestra en la figura 6 la presencia de diferentes carburos dependiendo del elemento aleante que se contenga hace que el hierro blanco sea extremadamente duro y resistente a la abrasión, pero muy frágil.

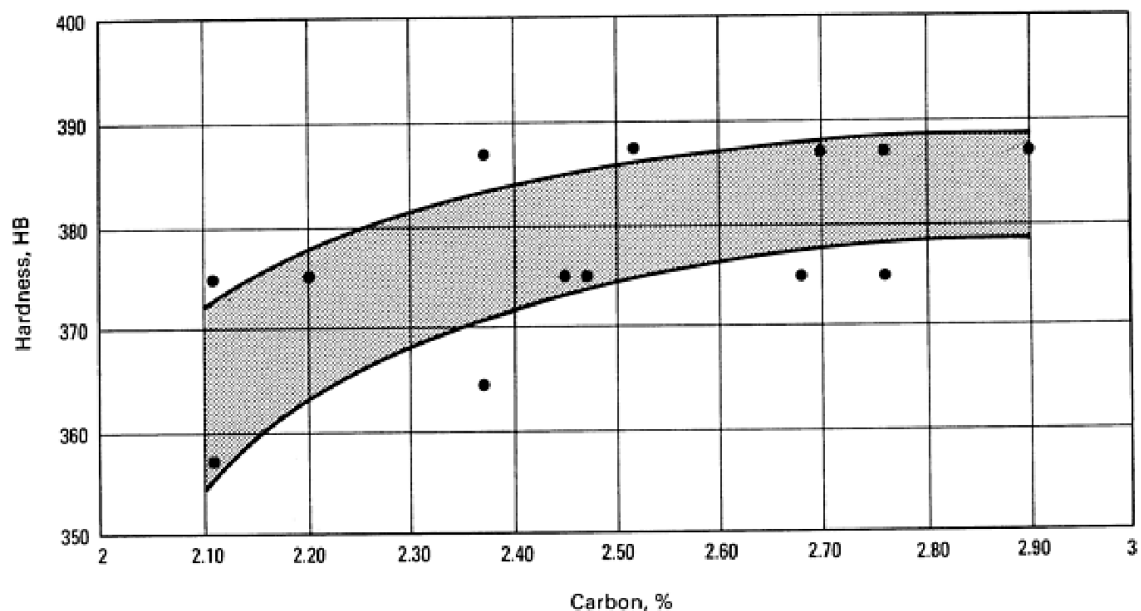


Figura 6. Evaluación de la dureza en función del % C [14].

6.3 HIERRO VERMICULAR

Hierro vermicular es un tipo de transición del grafito entre la forma de hojuela y la forma esferoidal. Es un nuevo material con buenas propiedades mecánicas, térmicas y conductoras. Su resistencia y plasticidad son superiores a las de los hierros grises [15,16].

La estructura del hierro vermicular es larga y no tiene bordes puntiagudos y su orientación es aleatoria. En la figura 7 se puede observar una microestructura con grafito en forma vermicular y nodular. La forma vermicular bien adherida a la matriz metálica asegura el incremento de las propiedades mecánicas como se observa en la tabla 3 [17].

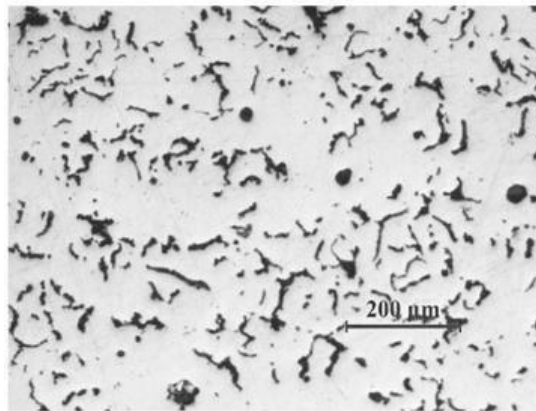


Figura 7. Microestructura del hierro vermicular a 200 μm [13].

Tabla 3. Propiedades mecánicas del hierro vermicular acordes con la norma ASTM.

Propiedad	Unidad	Grafito vermicular
Resistencia a la tensión	MPa	300-550
Resistencia a la compresión	MPa	250-380

Ductilidad	%	2-8
Dureza	HRB	130-280
Resistencia a la fatiga	MPa	120-180
Módulo de elasticidad	kN/mm ²	130-160

Uno de los más importantes tratamientos del hierro vermicular es la esferificación y la inoculación del hierro, el primero aumenta y el segundo disminuye la tendencia al temple de la fundición. El proceso de la inoculación tiene por objetivo favorecer la precipitación alrededor de las semillas ferro-silicio para convertirlas en nódulos de grafito como se muestra en la figura 8.

Por otro lado, el proceso de inoculación reduce el bajo enfriamiento durante la solidificación y ayuda a evitar la presencia de carburos en la estructura, mejorando así la homogeneidad, promoviendo la formación de ferrita y la ductilidad.

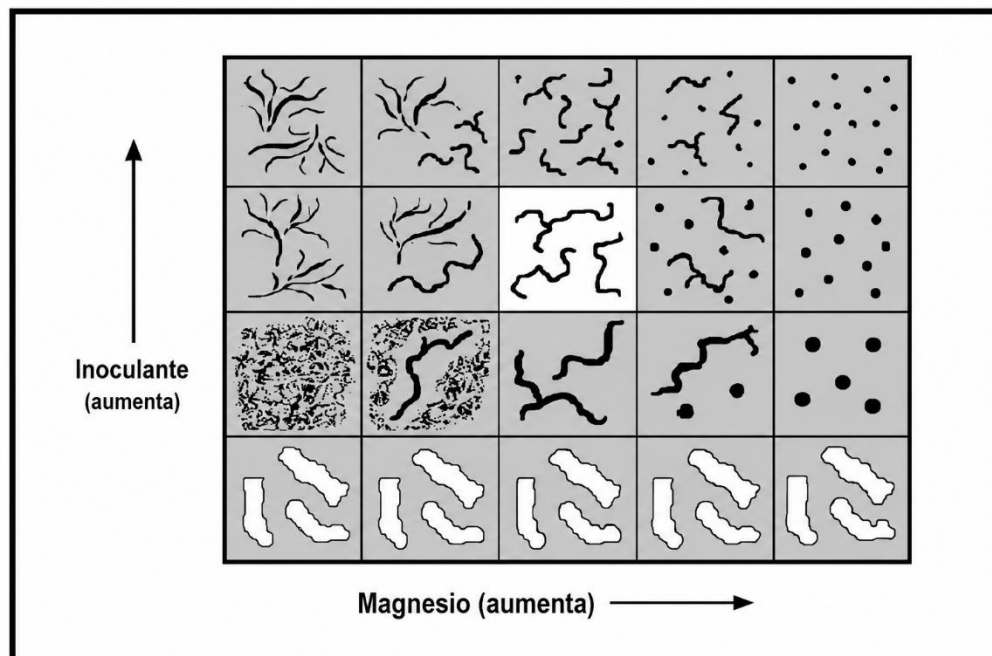


Figura 8. Evolución de la microestructura del hierro vermicular con la adición de magnesio e inoculante [18].

6.4 HIERRO DÚCTIL

En 1948 la conferencia anual de la American Foundry Society, publicó un artículo sobre la obtención en condición de colada, de una aleación de hierro que presentaba precipitados de grafito en forma perfectamente esférica. De esta forma se anunció el descubrimiento del hierro dúctil como parte del conjunto de las aleaciones de hierro [19].

La forma de hojuela del grafito característica de un hierro gris puede alterar a una forma nodular con pequeñas adiciones de magnesio o cesio. Una forma pequeña y nodular de grafito reduce los esfuerzos localizados que usualmente sucumben en la forma de hojuela lo que incrementa la ductilidad del hierro dúctil.

El hierro dúctil usualmente hiper-eutéctico es producido por el tratamiento de magnesio previo a la colada del hierro como se ve en la figura 9 seguido de una inoculación igual que como se hace en los hierros grises.

El magnesio es adicionado a la fundición en forma de “aleación maestra” (46% Silicio, 5% Magnesio, restante de hierro). La dilución del magnesio ocurre violentamente por lo que hay que cubrir con chatarra metálica para controlar la reacción. La fundición debe ser vertida en un corto tiempo después del tratamiento, usualmente menor a 10 minutos debido a la alta presión del vapor de magnesio [20].

Las técnicas de fabricación de hierro nodular son muy amplias pero el método de sándwich es uno de los procedimientos más utilizados para la nodulización del hierro fundido. Durante muchos años constituyó el método predominante para la producción masiva de hierro nodular, especialmente en la industria automotriz. Su principio consiste en colocar la aleación nodulizante, generalmente FeSiMg, en un compartimento o cavidad localizada en el fondo de una cuchara de tratamiento. Posteriormente, esta aleación se cubre con placas de acero, chatarra o material de cobertura, formando una disposición semejante a un “sándwich”. Cuando el hierro líquido es vertido en la cuchara, el contacto con el nodulizante ocurre de manera gradual, reduciendo la violencia de la reacción entre el magnesio y el metal fundido.

La principal ventaja de este método es que permite controlar la reacción exotérmica del magnesio, disminuyendo las pérdidas por evaporación y reduciendo las proyecciones de metal. Asimismo, posibilita una distribución relativamente homogénea del magnesio en el baño, favoreciendo la obtención de grafito esferoidal y propiedades mecánicas uniformes en las piezas fabricadas. Debido a su simplicidad operativa y a que no requiere equipos excesivamente complejos, el método de sándwich ha sido ampliamente adoptado en fundiciones de pequeña y mediana capacidad.

En comparación con el método Overpouring o de sobrevertido, el proceso sándwich ofrece un mejor control de la reacción nodulizante. En el método Overpouring el hierro líquido se vierte directamente sobre la aleación de magnesio, lo que genera una reacción más intensa, mayores pérdidas de magnesio y una producción considerable de humos y proyecciones. Aunque el procedimiento es sencillo y económico, su eficiencia de recuperación de magnesio suele ser inferior a la del método sándwich.

Respecto al método de inmersión por campana (Plunging), en el cual la aleación nodulizante se introduce en el hierro líquido mediante una campana refractaria sumergida, el proceso sándwich requiere menor equipamiento especializado y presenta una operación más simple. Sin embargo, la inmersión por campana permite emplear magnesio metálico y mejorar la recuperación del elemento nodulizante, especialmente en producciones de mayor escala.

Por otra parte, los métodos más modernos, como Inmold, Flotret (Instream) o las técnicas de inyección de hilo encapsulado, ofrecen recuperaciones de magnesio superiores y una mayor repetibilidad del proceso. En particular, el proceso Inmold puede alcanzar recuperaciones de magnesio superiores al 80 %, además de requerir aproximadamente la mitad del nodulizante necesario en los procesos sándwich o de inmersión. No obstante, estos métodos exigen sistemas de moldeo o equipos de tratamiento más complejos y costosos.

En consecuencia, el método de sándwich representa un equilibrio adecuado entre simplicidad, costo y eficiencia metalúrgica, razón por la cual continúa siendo uno de los procedimientos de nodulización más empleados en la fabricación de hierro nodular, particularmente cuando se busca una operación confiable sin la necesidad de incorporar instalaciones altamente especializadas.

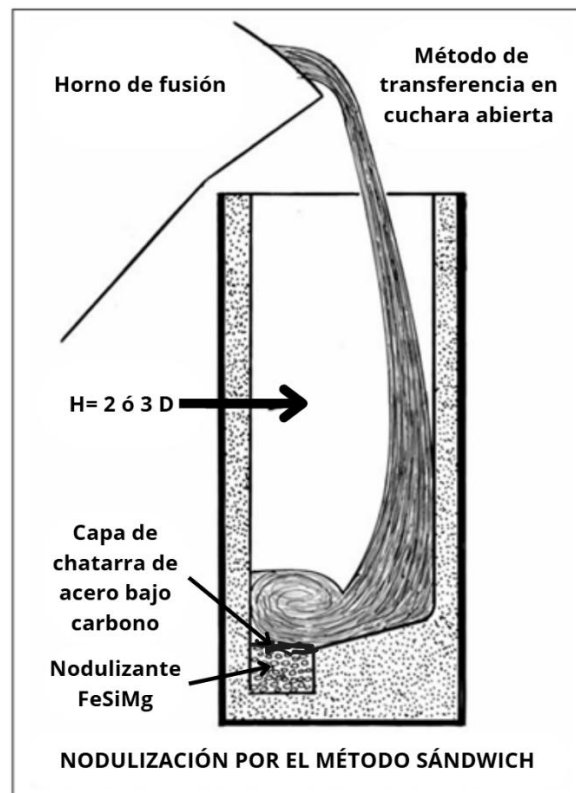


Figura 9. Representación esquemática del método sándwich utilizado para el tratamiento con magnesio en la producción de hierro nodular. [21].

Cesio y magnesio producen estructura nodular, pero el último ha sido más adaptable y económico, ambos elementos son desulfurantes y formadores de nódulos. En todos los casos la cantidad de magnesio que debe ser añadida está dada por la ecuación (1).

$$Mg = \frac{\frac{3}{4}(\%S) + \%Residual\ de\ Mg\ (usualmente\ en\ 0.03 - 0.05\%)}{Recuperación\ de\ magnesio\ esperado} \quad (1)$$

La cantidad de carbono contenido en los hierros nodulares es usualmente por encima del 3.5% para obtener buena colabilidad, silicio, manganeso y fósforo debe estar por debajo de 2.3%, 0.4% y 0.06% respectivamente para dar la máxima ductilidad y valores de impacto teniendo como base una matriz ferrítica [22].

Los elementos aleantes que contiene el hierro dúctil son muy variados y cada uno de ellos tiene diferente repercusión sobre las propiedades del hierro dúctil y su microestructura. A continuación, se evalúan los efectos de los elementos más representativos.

Carbono

Es un elemento que en solución precipita en carburos y causa una expansión del hierro lo que puede ocasionar rechupes y contracciones en el material. Es un elemento que decrece la resistencia a la fatiga y al impacto. El tamaño y la forma de los nódulos de grafito durante la solidificación están directamente relacionados con la cantidad de carbono.

El carbono también provee una buena maquinabilidad al hierro dúctil ferrítico y es capaz de disolverse dentro de una solución mediante tratamiento térmico para producir una alta resistencia a la fatiga y al impacto [23].

Silicio

El silicio es un elemento formador de matriz ferrítica la cual es estabilizada por una alta concentración de este material, así mismo promueve la solidificación eutéctica [24].

Los beneficios de la adición de silicio es el incremento de ductilidad y resistencia a la tensión en comparación con los grados ferríticos y perlíticos [25,26].

En relación con otros elementos el contenido de silicio aumenta la resistencia a la tensión y a la cedencia en hierros nodulares ferríticos mientras que con altos

contenido de manganeso el silicio tiene el efecto contrario en la resistencia a la tensión y a la cedencia [27].

Manganeso

A través de los elementos aleantes comúnmente usados para mejorar las propiedades mecánicas del hierro dúctil, el manganeso actúa como un elemento estabilizador de la perlita e incrementa la resistencia, pero reduce la ductilidad y maquinabilidad. De igual forma promueve la segregación de los límites de grano [28].

Níquel

El níquel ensancha el campo austenítico al rebajar las temperaturas de α_T y A_i . La velocidad de formación de ferrita disminuye a temperaturas más bajas porque disminuye la velocidad de difusión del carbono. Así se asegura un nivel superior de carbono en la austenita. [29]

Azufre

El azufre aparece en los hierros dúctiles como sulfuro de hierro o de manganeso, el primero es perjudicial porque obstaculiza la grafitización, hace la fundición dura y frágil. El sulfuro de manganeso solidifica antes de que lo haga el hierro fundido [30].

Fósforo

El fósforo cuando se encuentra hasta 0.1% es soluble en el hierro, cantidades superiores forman un microconstituyente conocido como esteadita, que es un complejo eutéctico de hierro y fosfuro de hierro, el cual solidifica en los límites de grano. Cuando alcanza contenidos de 0.2% en el hierro nodular, produce un aumento en la dureza y fragilidad del hierro [30].

Cromo

El cromo es un elemento formador de carburos, es decir, tiende a ocupar el carbono para realizar carburos metálicos en vez de favorecer la grafitización [31].

El cromo en porcentajes 0.1 a 0.2% afina la perlita y el grafito, pero en contenidos mayores de 1% el cromo provoca la aparición de carburos de gran dureza que además son muy estables a altas temperaturas.

Molibdeno

Este elemento aumenta las propiedades de los hierros a elevadas temperaturas, como el módulo de elasticidad del molibdeno es muy alto, las adiciones al hierro fundido provocan un aumento del módulo de elasticidad de este material. Es un potente endurecedor, colabora con el cromo, cobre y níquel para endurecer la matriz mediante la generación de carburos [32,33].

La matriz del hierro dúctil puede variar acorde a los elementos aleantes ya mencionados anteriormente, pero además depende de las condiciones de solidificación, los diferentes tipos de hierros dúctiles se enlistan a continuación.

6.4.1 Hierro dúctil ferrítico

Los nódulos de grafito están en una matriz de ferrita que es básicamente hierro puro, las propiedades mecánicas que se tienen con esta matriz son alta resistencia al impacto, buena maquinabilidad y bajo ciertas condiciones buena resistencia a la corrosión, la microestructura característica de un hierro dúctil ferrítico se muestra en la figura 10.

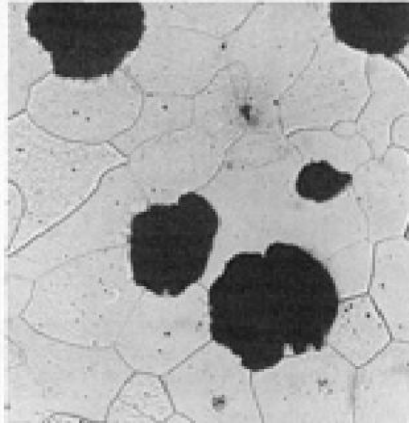


Figura 10. Microestructura del hierro dúctil en una matriz ferrítica [21].

6.4.2 Hierro dúctil perlítico

Los nódulos de grafito están en una matriz perlítica, la perlita es un compuesto intermedio de ferrita y cementita (Fe_3C), tiene una dureza más elevada que la ferrita, alta resistencia y presenta buena maquinabilidad. En la figura 11 se muestra una microestructura de hierro dúctil perlítico.

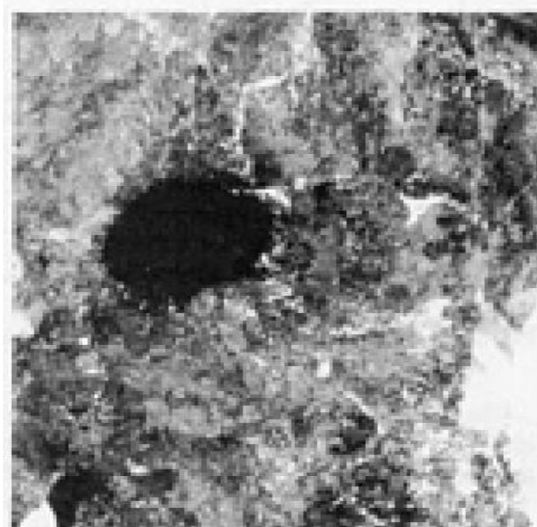


Figura 11. Hierro dúctil en una matriz perlítica [34].

6.4.3 Hierro dúctil ferrítico-perlítico

Los nódulos de grafito están en una matriz que presenta una combinación de ferrita y perlita, este tipo de hierro dúctil es el más común en la industria ya que reúne las propiedades de la ferrita y la perlita, la microestructura es también denominada como “ojo de buey” como se muestra en la figura 12.

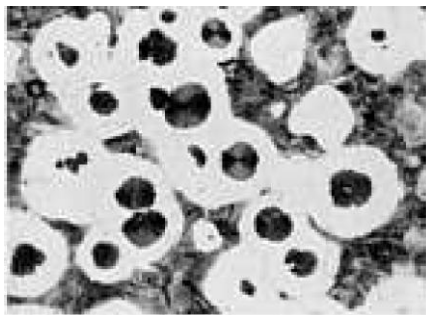


Figura 12. Hierro dúctil en una matriz combinada de ferrita y perlita [21].

Las propiedades de los hierros nodulares son variadas todas ellas en función de la matriz microestructural y se rigen bajo la norma ASTM A-536 que la va agrupando acorde a las diferentes clases que existen como se muestra en la tabla 4.

Tabla 4. Propiedades mecánicas del hierro dúctil de acuerdo con la norma ASTM A-536.

Clase ASTM A536	Resistencia a la tensión (ksi)	Límite de fluencia (ksi)	Dureza Brinell (HB)	Alargamiento (%)
60-40-18	60	40	149-187	18
65-45-12	65	45	170-207	12
80-55-06	80	55	187-255	6
100-70-03	100	70	217-267	3
120-90-02	120	90	240-300	2

6.5 Tratamientos térmicos de los hierros dúctiles

Otros procesos para cambiar las propiedades mecánicas del hierro dúctil son los tratamientos térmicos cuya principal función es cambiar las fases

microestructurales, algunos tratamientos mejoran la dureza, otros cuantos mejorar la ductilidad del material, en la figura 13 se muestra un diagrama CCT de un hierro dúctil el cual muestra las diferentes fases que se pueden obtener mediante el tiempo de enfriamiento que se le dé a la pieza [35].

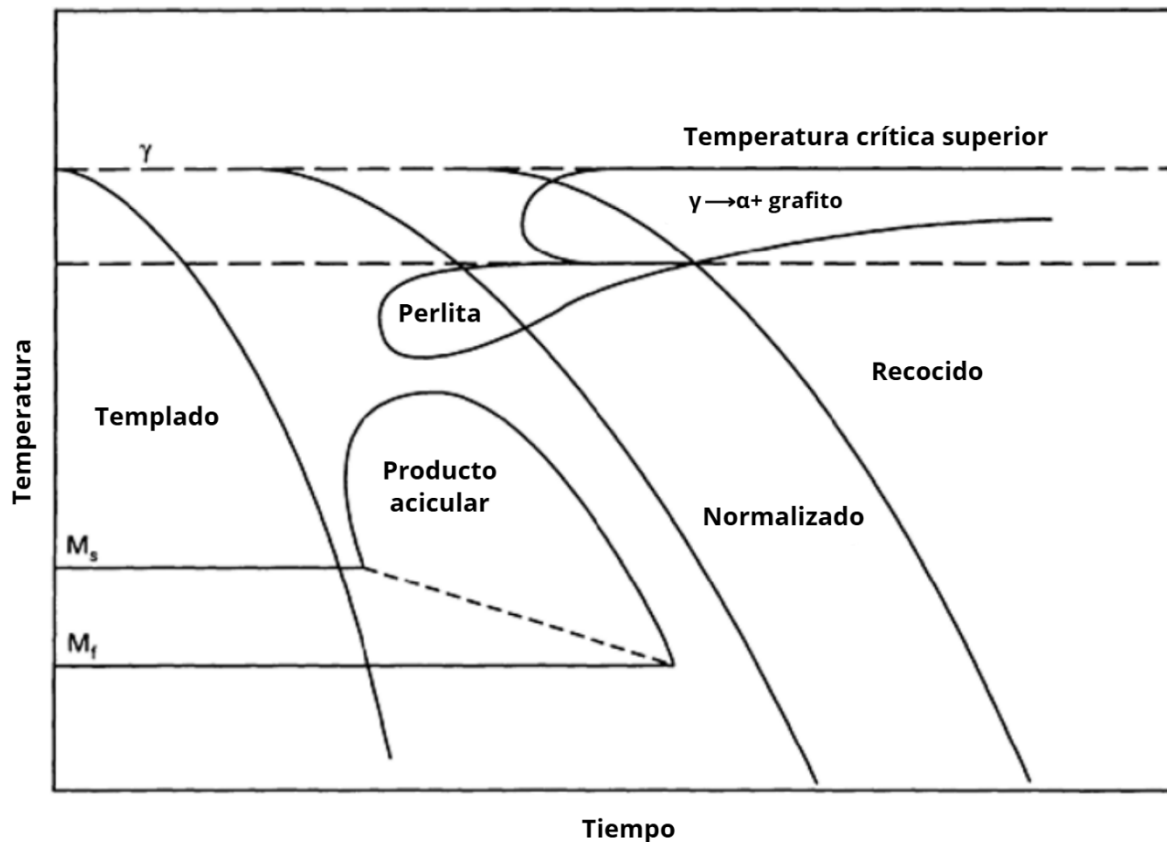


Figura 13. Diagrama CCT del hierro dúctil con diferentes tratamientos térmicos [35].

6.5.1 RECOCIDO

El recocido se realiza en dos etapas, la primera es para convertir la matriz a la fase austenítica para que en una segunda fase con un descenso de temperatura lento como se aprecia en la última curva de enfriamiento de la figura, esto propicia una matriz completamente ferrítica [36].

La microestructura característica de un hierro dúctil recocido se muestra en la figura 14, donde la microestructura del hierro nodular aparece una matriz ferrítica perlítica (ferrita parte clara, perlita parte oscura), al realizar el tratamiento térmico encontramos solamente los nódulos de grafito en una matriz ferrítica.

Estos tiempos largos de enfriamiento provocan la completa transformación de perlita que es una fase de ferrita y cementita para pasar exclusivamente a una fase de ferrita esto se debe a la descomposición de la cementita para que el carbono se difunda en los nódulos y deje exclusivamente a la ferrita.

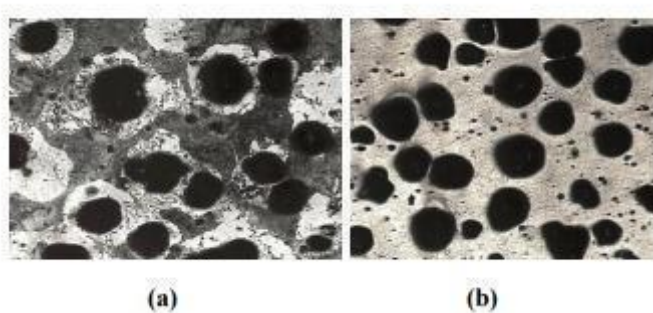


Figura 14. a) Hierro dúctil b) Hierro dúctil recocido [37].

Las propiedades mecánicas de un hierro dúctil recocido se enlistan en la tabla 5, al tener una matriz ferrítica se propicia una alta ductilidad del material, pero se disminuyen los valores de dureza [36].

Tabla 5. Propiedades mecánicas del hierro dúctil recocido acorde con la ASTM.

Muestra	UTS (MPa)	% Elongación	Dureza (HV)	Resistencia al impacto (J/cm ²)
Hierro dúctil	522	18.95	270	19.25
Hierro dúctil recocido en dos etapas	349.7	35.16	124	43.56

6.5.2 HIERRO DÚCTIL NORMALIZADO

El tratamiento térmico de normalizado produce una estructura homogénea, dicha microestructura depende de la composición del hierro y la velocidad de enfriamiento, la velocidad de enfriamiento depende de la cantidad de material, pero también es influenciado por la temperatura [38].

La figura 15 muestra la evolución de un hierro dúctil al aplicar un tratamiento de normalizado, se puede observar el aumento de la fase perlítica (parte oscura) a comparación del hierro dúctil sin aplicar el tratamiento térmico [39].

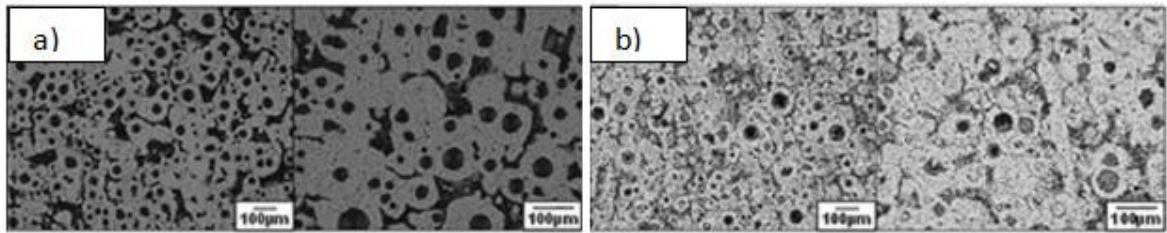


Figura 15. a) Hierro dúctil b) Hierro dúctil normalizado [39].

6.5.3 HIERRO DÚCTIL TEMPLADO

Después de una austenización adecuada se realiza el temple con el propósito de suprimir la transformación de equilibrio y alcanzar la dureza deseada con estructura martensítica como se muestra en la figura 16. En esta operación la velocidad de enfriamiento es muy importante, ya que existe, una velocidad crítica especial para cada composición o grado de la fundición. Si la fundición se enfría demasiado lento no ocurrirá la transformación martensítica, sino que se formarán productos de transformación isotérmica [40]

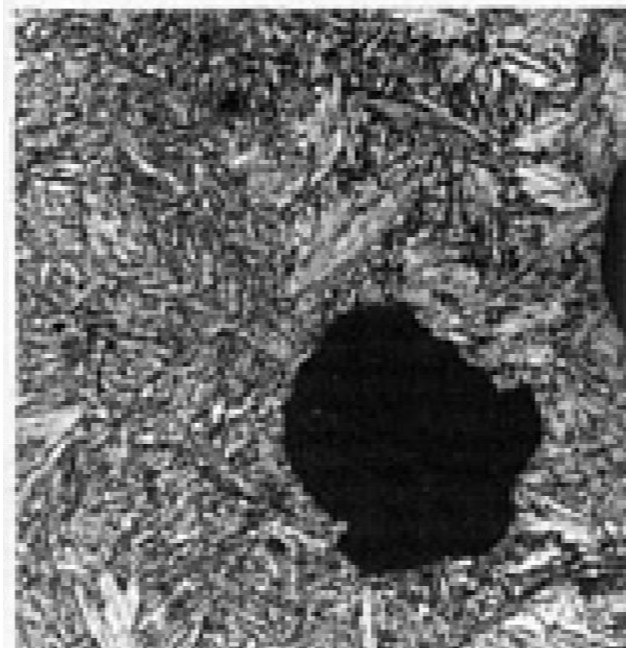


Figura 16. Hierro dúctil templado [35].

En función de las propiedades mecánicas derivadas de la martensita se obtienen altos valores de dureza lo que provoca el aumento de límite elástico y de la resistencia a la tracción, pero el porcentaje de alargamiento disminuye como se puede observar en la figura 17.

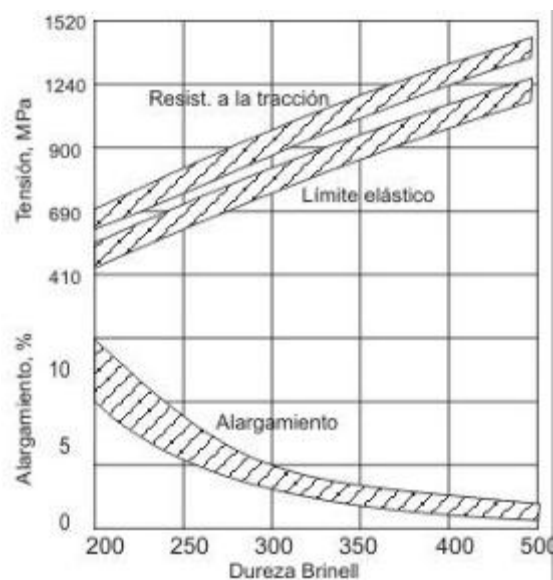


Figura 17. Relación típica entre las propiedades mecánicas y la dureza en hierros dúctiles austemperizados [37].

6.5.4 HIERRO DÚCTIL AUSTEMPERIZADO

En el mercado competitivo actual, la demanda de nuevos materiales con bajo costo y altas propiedades mecánicas está creciendo en varias industrias como la automotriz y las ensambladoras, esto requiere desarrollar nuevos materiales con propiedades mecánicas similares y más ligeros, lo que usualmente se logra con elementos o aleantes o tratamientos térmicos [41].

Los hierros dúctiles austemperizados (HDA) tienen propiedades que son útiles en varias aplicaciones industriales debido a su resistencia al desgaste, buena maquinabilidad y tenacidad que son usadas en condiciones extremas de trabajo [42,43].

El hierro dúctil austemperizado es un hierro dúctil que es tratado isotérmicamente. La microestructura óptima de un HDA consiste en nódulos de grafito rodeados de ferrita acicular y austenita retenida con alto contenido de carbono la cual es llamada ausferrita. La microestructura de la ausferrita se observa en la figura 18 [44-46].

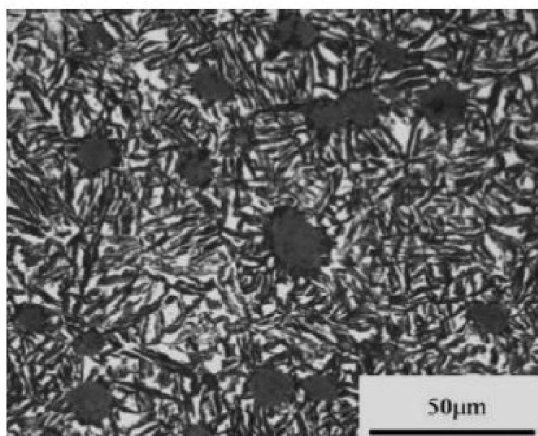


Figura 18. Microestructura de un HDA austenitizado a 910°C durante 120 minutos y austemperizado a 380°C por 60 minutos.

El tratamiento térmico de austemperizado es realizado en dos etapas: austenitizado y austemperizado, el austemperizado puede ser subdividido en dos reacciones dependientes del tiempo de tratamiento. La matriz ausferrítica sólo se obtiene en la

primera etapa. En la segunda etapa, la austenita retenida con alto contenido de carbono será transformada en carburos, en este caso, algunas de las propiedades mecánicas del HDA serán degradadas con la formación de bainita en la matriz. Las etapas del tratamiento térmico son controladas e ilustradas en la figura 19.

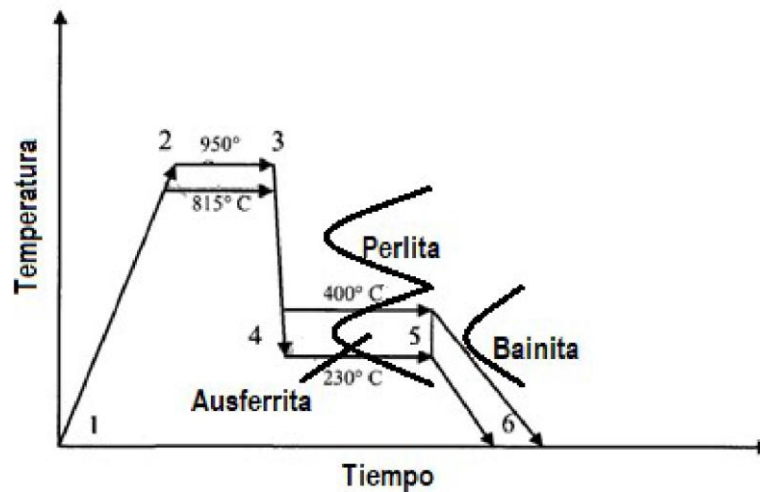


Figura 19. Diagrama de proceso del tratamiento de austemperizado.

En la figura 19 se observa que el segmento representa el calentamiento hasta la temperatura de austenitizado, donde se mantiene la pieza hasta alcanzar la homogeneización de austenita en toda la pieza representada por el segmento 23, alcanzada a austenización en punto 3, se tiene un descenso en la temperatura marcada por el segmento 34 donde inicia el austemperizado de la pieza que se trabaja en los rangos de 230- 400°C por un tiempo de permanencia marcada por el segmento 45, el tratamiento de austemperizado termina antes de iniciar la transformación a bainita, donde se inicia el enfriamiento a temperatura ambiente desde la temperatura de austemperizado marcada por el segmento 56 [47,48].

Las propiedades mecánicas de HDA pueden ser muy variadas dependiendo de los elementos aleantes, la temperatura y tiempo de austemperizado. En la tabla 6 se enlistan las propiedades mecánicas de los grados de HDA que existen en el mercado.

Tabla 6. Propiedades mecánicas de HDA acordes con la ASTM.

PROPIEDADES MECÁNICAS	GRADOS DE HDA				
	I	II	III	IV	V
Resistencia a la tensión (MPa)	850	1050	1200	1400	1600
Módulo de Young	65.1	64	63.2	62.4	62.1
Elongación (%)	11	10	7	5	3
Dureza (HB)	269-321	302-363	341-444	388-477	444-555
Energía de impacto (J)	100	80	60	35	N/A
Resistencia a la compresión (MPa)	1300	1600	1900	2200	2500

6.5.4.1 PRIMERA ETAPA AUSTENITIZACIÓN

La austenita juega un papel importante en el procesamiento de aleaciones ferrosas, y las condiciones de la austenización se controlan para optimizar los subsecuentes procesos. La austenización ha sido optimizada a lo largo de las décadas para composiciones químicas específicas. Como tal no hay una microestructura ideal de la austenita para cada aplicación [49].

El tratamiento térmico de austenización consiste en calentar la aleación dentro de un intervalo de temperatura entre 815-950°C, (conocido como temperatura crítica) con la finalidad de formar estructuras cristalinas homogéneas [50].

A estas temperaturas tendremos la disolución de ferrita y perlita para formar la fase austenítica, esto se logra ya que al cambiar la red cristalina del hierro α que es cúbica centrada en el cuerpo (BCC) pasamos a una estructura cúbica centrada en

las caras (FCC) la cual tiene mayor espacio para disolver los átomos de carbono, como se muestra en la figura 20.

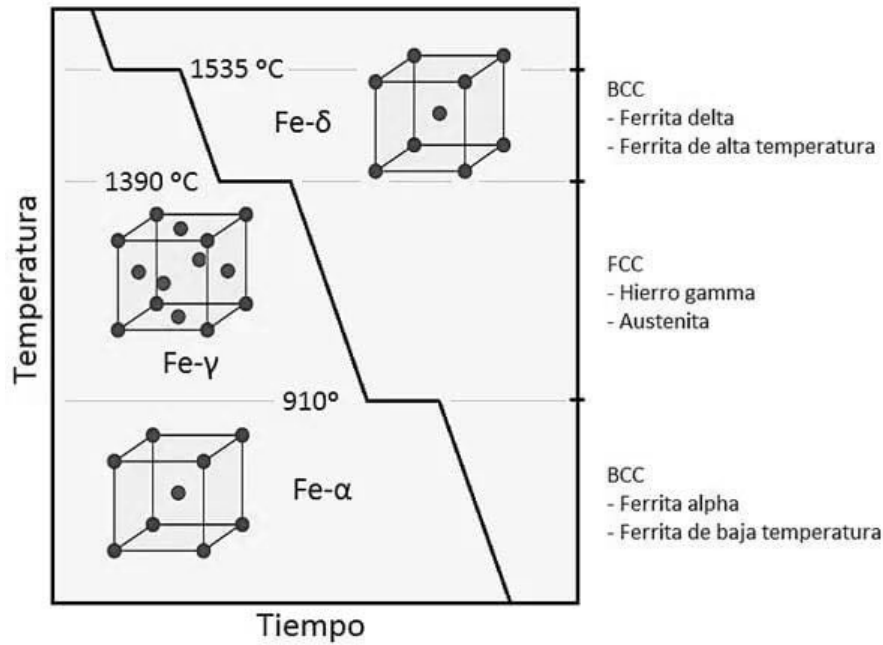


Figura 20. Estructuras cristalinas hierro [51].

Al llegar a la temperatura de austenitizado es importante mantenerla para disolver carbono proveniente de los nódulos de grafito en austenita, además disolver de manera uniforme elementos aleantes en la matriz austenítica. La temperatura y tiempo de duración del austenitizado es controlado para asegurar la formación del grano austenítico y contenido uniforme del carbono [52].

6.5.4.1.1 Temperatura y tiempo de austenización

En términos de austenización la microestructura depende de las temperaturas de transformación y del rango de crecimiento del grano austenítico [53].

La temperatura de austenización trabaja en el rango de 880°C a 950°C, esto para alcanzar la fase austenítica que se observa en la figura 21, al aumentar la temperatura se provoca un crecimiento del grano austenítico lo que ocasiona un descenso en los valores de las propiedades mecánicas [54].

La temperatura de austenitizado se calcula con base en las temperaturas críticas que son A_{c1} y A_{c3} ; A_{c1} representa la temperatura en la que la perlita es transformada en austenita durante el calentamiento; A_{c3} representa la temperatura final donde la ferrita es completamente transformada en austenita [55].

Al trabajar con aceros hipereutectoides a 725°C la perlita cambia a austenita, conforme la temperatura aumenta por encima de 725°C la cementita comienza a disolverse en austenita, cuando esto ocurre se ha alcanzado la temperatura A_{cm} , donde toda la cementita disuelve en 100% austenita, dichos cambios de temperatura se muestra en la figura 21 [56].

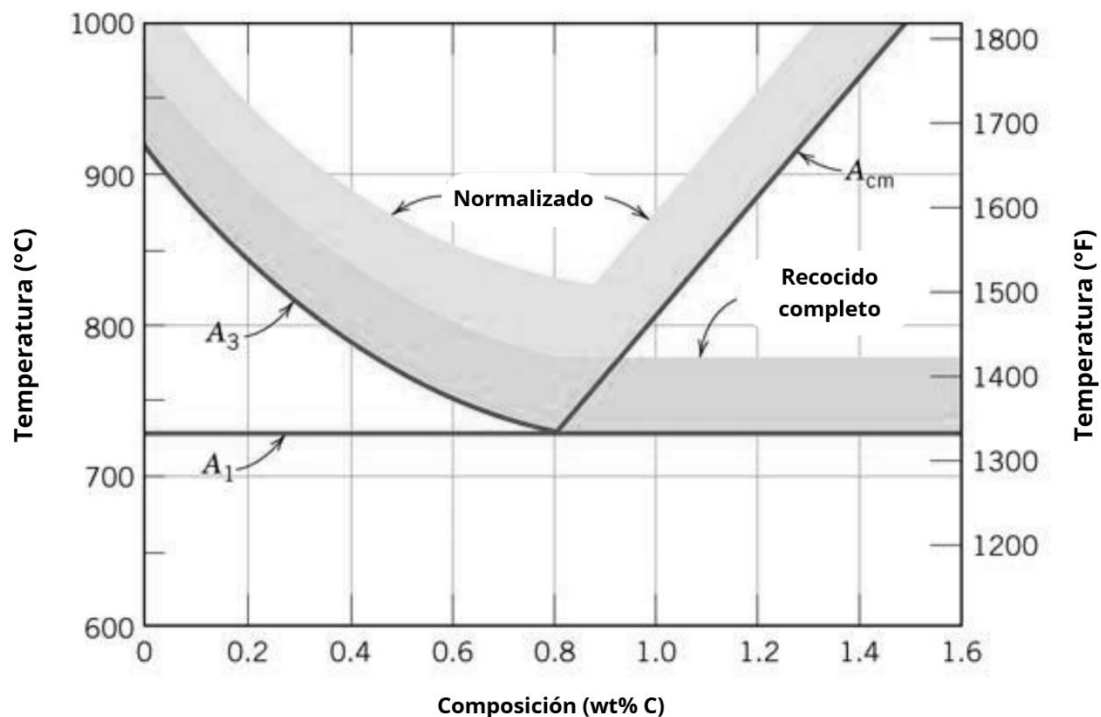


Figura 21. Cambios y temperaturas de austenización en el diagrama binario Fe-C [57].

El tiempo de austenitizado se ve afectado por la microestructura de la matriz y el conteo de nódulos de grafito. Una matriz perlítica es austenitizada rápidamente y

desarrollará un contenido de carbono uniforme, porque la perlita contiene una cantidad sustancial de carbono combinado en la forma de cementita. Una estructura ferrítica requiere mayor difusión de carbono desde los nódulos de grafito hasta la matriz, estas grandes distancias de difusión requieren de mayor tiempo.

De acuerdo con algunos investigadores [58-61] tiempos largos de austenitización no tienen ningún beneficio en las propiedades del hierro dúctil austemperizado, por esto una vez alcanzado el contenido de carbono en equilibrio en la austenita, tiempos más largos de austenitización significarán pérdida de energía y mayor gasto en el proceso.

A tiempos y temperaturas de austenitizado notablemente mayores el contenido de austenita incrementa, pero su estabilidad disminuye ya que se forman granos equiaxiales de gran tamaño con un alto contenido de carbono y debido a su tamaño y forma es más difícil que estos se enriquezcan en carbono durante el austemperizado, el centro de estos granos permanece bajo el contenido de carbono y tiene a transformar a martensita durante el enfriamiento [62,63].

6.5.4.2 SEGUNDA ETAPA AUSTEMPERIZADO

La segunda parte del tratamiento es el austemperizado que es un tratamiento térmico isotérmico [64] obteniendo una microestructura inmersa en una matriz ausferrítica compuesta por ferrita acicular y austenita retenida con alto contenido de carbono [65]. El tratamiento térmico de austemperizado para obtener un HDA se basa en 2 etapas de reacción mostradas en las ecuaciones 2 y 3.



Durante la primera reacción ocurre la transformación ausferrítica, resultando en una microestructura compuesta de grafito esferoidal [66,67], la segunda etapa se obtiene al dejar el material un largo tiempo en el horno lo que provoca que la austenita retenida con alto contenido de carbono se descomponga en ferrita y

carburos de hierro, lo cual deteriora las propiedades mecánicas del HDA [68]. El periodo entre la primera y segunda reacción es conocido como la ventana óptima de proceso, en donde se encuentran las propiedades mecánicas óptimas.

La cantidad de nódulos, su tamaño, forma y distribución, así como la morfología de la ferrita y finalmente la cantidad de austenita retenida con alto contenido de carbono determinan las propiedades de los HDA [69].

6.5.4.2.1 Temperatura y tiempo de austemperizado

Durante el proceso isotérmico, la ferrita acicular empieza a nuclear alrededor de los nódulos de grafito debido al alto potencial de energía como se observa en la figura 22. Posteriormente las acículas de ferrita empiezan a crecer y la austenita rica en carbono se forma con la difusión de los átomos de carbono.

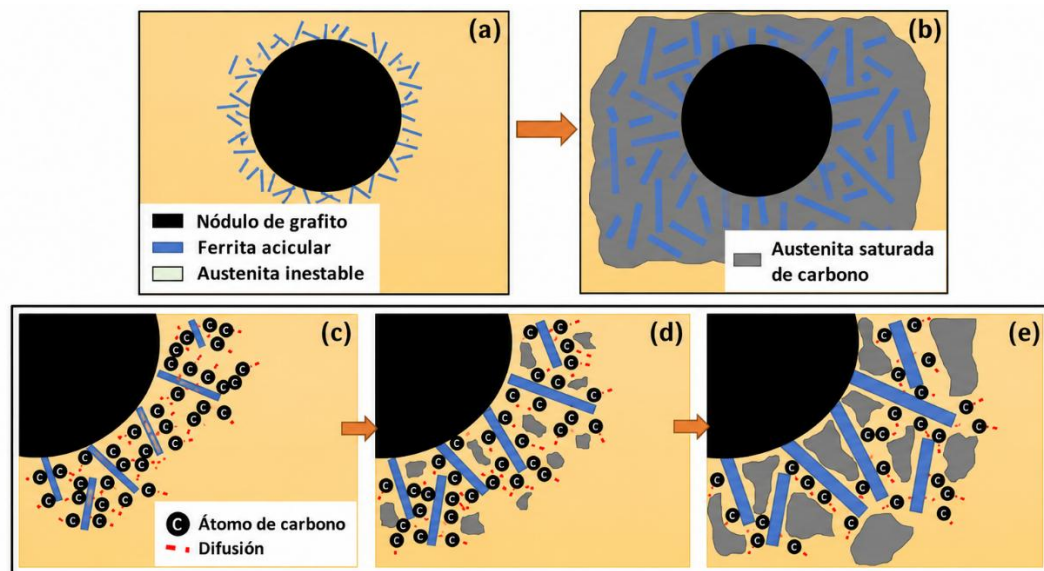


Figura 22. Formación de la estructura ausferrítica. a) Nucleación de las plaquetas de ferrita. b) Microestructura ausferrítica e (c)-(f) Crecimiento de la ferrita acicular y formación de la austenita retenida con alto contenido de carbono [70].

Las propiedades del HDA pueden ser modificadas si se cambia la temperatura de austemperizado. De acuerdo con estudios, la dureza y la resistencia a la tensión disminuye y la ductilidad incrementa sus valores cuando se aumenta la temperatura

de austemperizado, esto puede ser interpretado debido a que la austenita retenida en carbono se transforma en ferrita acicular lo que provoca que las láminas de ferrita incrementen su tamaño [71,72].

Para producir un HDA con alta resistencia y mejor resistencia al desgaste, pero una baja tenacidad y elongación, temperaturas por debajo de 350°C deben ser ocupadas [73,74].

A bajas temperaturas de austemperizado las plaquetas de ferrita son más finas ya que no se dio el tiempo de generar nucleación y crecimiento de las plaquetas [75], además el volumen de austenita retenida con alto contenido de carbono es mayor debido a que la ferrita ocupa menos área en la matriz dejando más espacio para la austenita [76], en la figura 23 se muestra el aumento en las plaquetas de la ferrita acicular conforme se aumenta la temperatura de austemperizado.

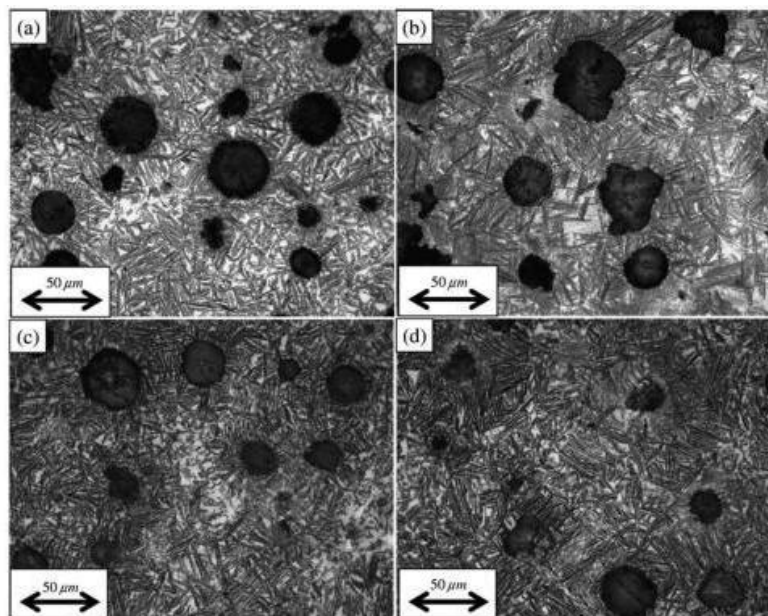


Figura 23. Evolución morfológica de ausferrita con el cambio de temperatura de austemperizado. a) Austemperizado a 350°C con 90 min b) Austemperizado a 370°C con 90 min c) Austemperizado a 390°C con 90 min d) Austemperizado a 410°C con 90 min [74].

Cuando la transformación isotérmica se realiza a temperaturas muy cerca a la temperatura de inicio de formación de la martensita (M_s), la relajación de las dislocaciones disminuye y aumenta la resistencia mecánica de la austenita madre,

esto restringe los puntos de nucleación de la ferrita bainítica forzándola a crecer con espesores cada vez más pequeños.

6.5.4.3 Ventana óptima de proceso

El proceso de austemperizado puede ser implementado en dos etapas, la primera un proceso de austenitizado a una temperatura de 850-950°C por un tiempo de 2 horas, después lleva a un austemperizado donde las temperaturas oscilan en 250 y 400°C manteniéndose isotérmicamente por 2 horas para después ser enfriado por aire, durante este proceso ocurren dos etapas de transformación [77].

El rango en el que la austenita se transforma en ausferrita es más alto en las celdas eutécticas (alrededor de los nódulos de grafito) que en las áreas intercelulares debido a que la segregación donde es obtenida se da desde la solidificación del hierro dúctil [78].

Esto provoca que no se logre una matriz totalmente ausferrítica en el hierro dúctil austemperizado, por ejemplo, largos tiempos de austemperizado provoca el inicio de la segunda etapa de reacción en las celdas eutécticas, que resulta en un descenso del volumen fracción de austenita retenida con alto contenido de carbono y por lo tanto menor tenacidad del material [79].

En contraste, un tiempo corto de austemperizado puede ocasionar una reacción incompleta de la fase en las áreas intercelulares. El resultado es que la austenita no se satura con carbono y se transforma en martensita a temperatura ambiente. Martensita es perjudicial para la ductilidad del hierro dúctil austemperizado, dichos lapsos de tiempo y microestructuras se pueden visualizar en la figura 24.

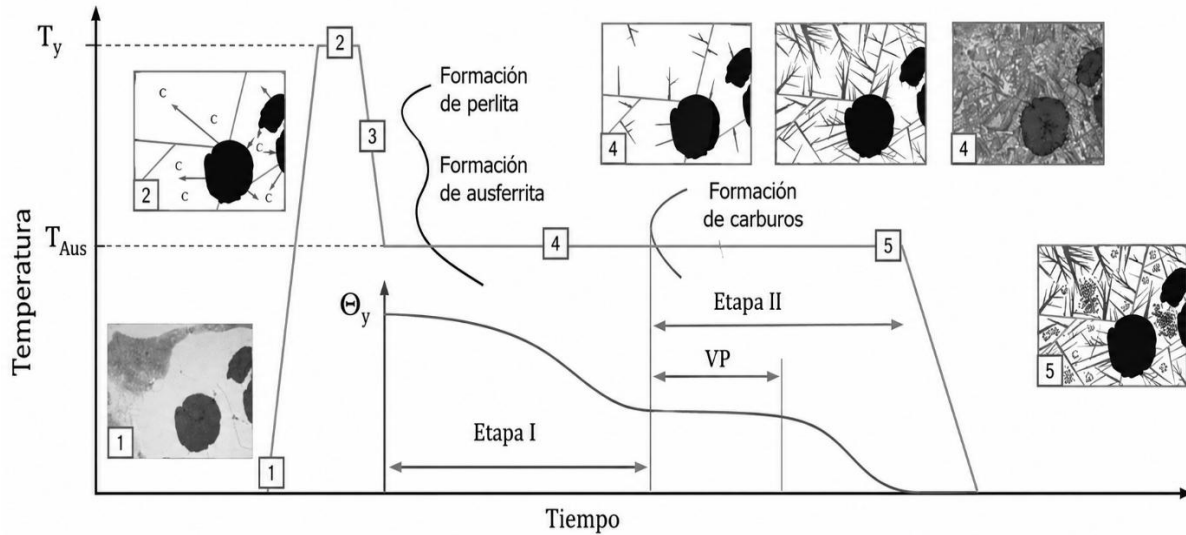


Figura 24. Evolución de microestructuras conforme avanza el tiempo y temperatura de austemperizado [80].

Las propiedades mecánicas óptimas de los hierros dúctiles austemperizados pueden lograrse si el tratamiento térmico de austemperizado es trabajado en un estricto lapso de tiempo y temperatura llamado “ventana óptima de proceso” [81].

La ventana óptima de proceso consiste en dos curvas: t_1 (límite inferior) y t_2 (límite superior), como se muestra en la figura 25. La curva t_1 es el tiempo en el que existe un 3% de martensita en la microestructura, mientras que la curva t_2 es el tiempo en el que el 10% de la austenita retenida con alto contenido de carbono se transforma en ferrita acicular y carburos a un tratamiento isotérmico, el tiempo existente entre estas dos curvas se denomina ventana óptima de proceso.

Hierro nodular		1	2	3
Ventana de austemperizado	Inicio	○	●	◐
	Fin	□	■	◑

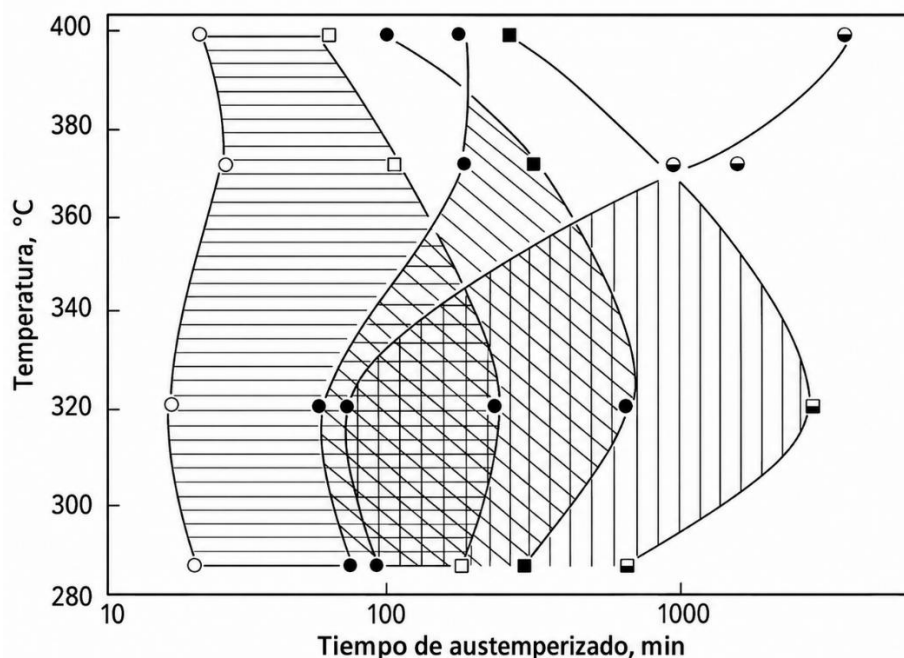


Figura 25. Ventana óptima de austemperizado acorde a tiempo y temperatura [82].

6.5.4.4 Elementos de aleación en el hierro dúctil austemperizado.

La adición de elementos aleantes al HDA es muy importante debido a que se aumenta la austemperabilidad y la templabilidad de los hierros dúctiles [83-86], pero cambia la primera y segunda etapa de reacción de austemperizado lo que modifica la ventana óptima de proceso. Además, la segregación y formación de carburos son otros problemas que se tienen con los elementos aleantes, a continuación, se enlistan los elementos aleantes usados en los HDA y su respectivo efecto [87].

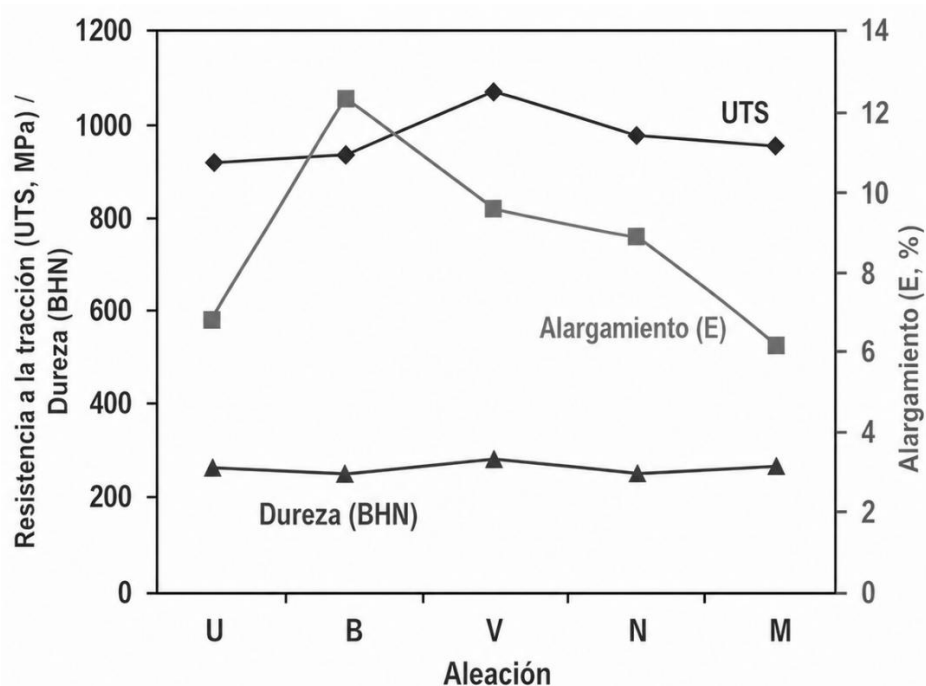
Niobio

Generalmente el niobio es un fuerte formador de carburos [88]. Está demostrado que incrementando el porcentaje de niobio arriba de 0.85% la morfología del grafito

y la célula eutéctica son refinadas [87]. Además, el espacio laminar de la perlita se reduce, debido al descenso de la temperatura eutéctica.

La adición de niobio conduce a la formación de la fase NbC la que provoca la mejora de dureza y resistencia al desgaste.

En HDA aleados con 0.0435% de Nb los valores de UTS incrementan en un 5% y la elongación decrece un 25% en comparación con otros HDA como se muestra en la figura 26 [89].



Composiciones (% en peso):

Aleación U:	Fe-3.55C-2.36Si-0.27Mn-0.02Ni
Aleación B:	Fe-3.56C-2.34Si-0.32Mn-1.41Ni
Aleación V:	Fe-3.59C-2.47Si-0.27Mn-1.43Ni-0.10V
Aleación N:	Fe-3.56C-2.36Si-0.26Mn-1.40Ni-0.043Nb
Aleación M:	Fe-3.50C-2.40Si-0.27Mn-1.42Ni-0.30Mo

Figura 26. Propiedades mecánicas del HDA aleado con diferentes elementos [90].

Manganeso

Este elemento es el segundo más influyente para incrementar la austemperabilidad y la templabilidad de un hierro dúctil después de molibdeno, es un formador de carburos y segrega en la celda eutéctica durante la solidificación [91].

En el tratamiento térmico de austemperizado el manganeso retarda ligeramente la primera etapa del proceso, lo que provoca que la segunda etapa también presenta un ligero retraso en su cinética [92].

Silicio

El silicio es el elemento aleante más importante en los HDA y su efecto en la difusión del carbono es mayor que cualquier otro elemento. Es un estabilizador de ferrita y su solubilidad en ferrita guía a una mejora de la resistencia y dureza y reducción de la ductilidad [93].

Se ha demostrado que tiene un gran rol en evitar la formación de carburos en el austemperizado de 300 a 370°C. Silicio segrega en la celda eutéctica cerca de los nódulos de grafito.

La primera etapa de reacción de austemperizado ligeramente retarda con la adición de silicio [94,95].

Cromo

El Cromo es un elemento que mejora la resistencia a la corrosión, es un estabilizador de ferrita. Es un formador de carburos tendencia que se ve en la tabla 7 [96].

Tabla 7. Tendencia a formar carburos en porcentaje.

V	Cr	Mn	Cu	Ni	Al	Si
<2	<1	<0.35	<0.25	0.2 a 0.35	0.3 a 0.4	>1

Cromo incrementa la velocidad de la reacción uno por lo tanto la ventana óptima de proceso estará en un menor tiempo, lo que provoca que la segunda reacción llegue antes [97,98].

Un estudio [99] mostró que para un HDA con 0.2% de Cr a un austemperizado de 350°C, la ventana óptima de proceso está en 180 y 200 minutos, incrementando el porcentaje de cromo a 0.4% cambia el tiempo de la ventana óptima de proceso a un rango de 60- 120 minutos y finalmente con 0.6% Cr el rango se encontraba de 15-60 minutos.

Níquel

El níquel es el tercer elemento más influyente para incrementar la austemperabilidad, es un estabilizador de austenita lo que reduce la temperatura de austenitización. No tiene efecto en la ventana óptima de proceso, pero si aumenta la cantidad de fase de la austenita retenida con alto contenido de carbono [100].

Molibdeno

Mo es el elemento más influyente para incrementar la austemperabilidad y la templabilidad en hierros dúctiles, lo que hace que sea necesario en secciones gruesas. Es un elemento formador de carburos [101-104].

En el tratamiento térmico de austemperizado no presenta efecto en el tiempo de reacción de la primera y segunda etapa lo que conlleva que no hay efecto en la ventana óptima de proceso [105].

En la tabla 8 se muestra la composición química recomendada para los HDA, en la que se puede observar el contenido máximo de elementos aleantes, así como los porcentajes de elementos primarios.

Tabla 8. Porcentajes recomendados de elementos aleantes.

Elemento	Rango recomendado (% Peso)
C	3.4-3.7
Si	2.5-3.2
Mo	Máx 0.3

Mn	Máx 0.3
Ni	Máx 2
Cu	Máx 0.8
Sn	Máx 0.02
P	Máx 0.03
S	Máx 0.3
Cr	Máx 0.1
Ti	Máx 0.04
V	Máx 0.1
Al	Máx 0.5
B	Máx 0.0002
Pb	Máx 0.0002

7. ANTECEDENTES

La producción de hierros dúctiles austemperizados consiste en someter un hierro dúctil a dos tratamientos térmicos el primero de ellos un austenitizado que consiste en llevar la matriz microestructural a la fase de austenita. Sheikh, M.H. [73] estudió el efecto de la temperatura de austenitizado con un rango de 850°C a 925°C, revelando que la resistencia a la tensión tuvo un incremento a los 900°C, pero tuvo un decrecimiento a los 925°C.

El segundo tratamiento de austemperizado es el más estudiado a nivel mundial. Cruz et al. [106] trabajo con árboles de levas aleados con 0.2 y 0.3% de Vanadio, los cuales fueron austemperizados a 265°C y 305°C. Las muestras fueron estudiadas en una prueba de desgaste para evaluar la función y durabilidad del material. Los HDA tratados a 265°C mostraron una microestructura constituida por ausferrita que es ideal para la obtención de una mejor resistencia al desgaste, los resultados mostraron que a un tiempo de 265% y un porcentaje de vanadio del 0.2% se tienen las mejores condiciones de desgaste con menores pérdidas de volumen con 0.39 mm³.

Cruz et al. [107] evaluaron dos HDA aleados con cromo 0.2 y 0.4% para evaluar Resistencia al desgaste, dureza, tenacidad y elongación, las muestras fueron tratadas a 265 y 305°C durante 30,60,90 y 120 minutos, la ventana óptima de proceso se encontró entre 60 y 120 minutos mientras que la mayor cantidad volumen fracción de ausferrita fue a los 90 minutos. La dureza con mayor valor (49 HRC) y mejor resistencia al desgaste (0.252 mm³) fueron obtenidos en la muestra tratada a 265°C y 90 minutos con un contenido de cromo de 0.4%, la mejor elongación (4.2%) y tenacidad (22.91 J) fue en la muestra tratada a 305°C a 90 minutos.

Colín et al. [108] evaluaron árboles de levas aleados con 0.2 y 0.3% de vanadio, austemperizados a 265 y 305°C durante tiempos de permanencia de 30, 60, 90 y 120 minutos, el volumen fracción de austenita retenida con alto contenido de carbono fue estudiado mediante la técnica de caracterización de difracción de rayos

X y el resultado arrojó que el mayor volumen fue a 90 minutos para ambos tiempos de austemperizado, las propiedades mecánicas que fueron evaluados son dureza, resistencia a la tensión, dureza y tenacidad, los cuales los mejores valores se obtienen para la muestra tratada a 265°C y 90 minutos de tratamiento aleado con 0.3% de V, la resistencia a la tensión fue de 1200 MPa mientras que la dureza y tenacidad fueron de 47 HRC y 26 J respectivamente.

Bendikien et al. [109] evaluaron la influencia de la temperatura de austemperizado y propiedades mecánicas de un HDA. El austemperizado se enfocó en 3 diferentes temperaturas 270, 300 y 330°C, las muestras se alearon con Ni, Cu y Mo. Se observa que la dureza disminuye conforme se aumenta el tiempo de austemperizado de 55.7 a 44.5 HRC.

Ahmed et al. [110] desarrollaron HAD aleados con níquel, cobre y niobio. Metalográficamente se muestra que a un contenido de 0.1% de Nb aumenta la cantidad de grafito en la celda eutéctica además de que refina la estructura de grafito. El estudio de dilatometría demuestra que las partículas de NbC actúan como sitios de nucleación para el grafito y ferrita, por lo tanto, la adición de Nb acelera la formación de ausferrita durante la etapa de austemperizado.

Tyrala et al. [111] evalúan el volumen fracción de la austenita retenida con alto contenido de carbono en el tratamiento térmico de austemperizado, los resultados muestran que el volumen de austenita en los HDA pueden ser inequívocamente determinado en la segunda etapa del austemperizado, la estimación del volumen fracción de austenita durante la primer etapa de transformación es obstaculizada por un error de los diferentes factores de dispersión magnética relacionada con las fases de ferrita y martensita.

Konca et al. [112] evaluó el efecto de elementos aleantes como Ni, Cu y Mo en la austemperabilidad de un hierro dúctil grado GGG-60, las temperaturas de austemperizado trabajadas para el material fueron de 290°C, 320°C y 350°C. Se obtuvo que el austemperizado a 290°C incrementó la dureza del GGG-60 aleado con Ni-Cu en un 44% en comparación con el hierro dúctil base. En el caso de la

combinación Mo-Ni-Cu el incremento de la dureza alcanzó casi un 80% a la misma temperatura de trabajo.

Liu et al. [113] estudiaron la relación de los parámetros de producción, microestructura y propiedades mecánicas de HDA. La temperatura de austemperizado afecta directamente a la microestructura con una duración mínima de 60 minutos, pero los cambios no son significativos cuando se excede un poco más el tiempo. El HDA exhibe una fuerte combinación de propiedades mecánicas con una resistencia a la tensión máxima de 1348 MPa y una tenacidad de 70 J cuando la muestra fue austemperizada a 300°C por 60 minutos.

Sckudlarek et al. [114] caracterizaron los efectos de la temperatura y tiempo de austemperizado en la microestructura y propiedades mecánicas de un hierro dúctil aleado con 0.35% Nb a dos temperaturas de austemperizado de 320 y 360°C por tiempos de tratamiento de 15, 30, 60 y 90 minutos. La adición de Niobio fue efectiva para homogeneizar el tamaño y distribución de los nódulos de grafito manteniendo la nodularidad por encima del 90%, incrementando el volumen fracción de perlita y además la formación de carburos de niobio dispersos en la matriz y los nódulos de grafito. La adición de niobio aumentó la resistencia a la tensión y el límite elástico, pero disminuyó la elongación.

Pereira et al. [115] evaluaron las propiedades mecánicas y microestructurales de un HDA aleado con Cu-Ni-Mn-Mo. El austemperizado se trabajó a 10 minutos a 290, 320 y 350°C para el ciclo I para un segundo ciclo el austemperizado fue a 60 minutos a 380°C. Las medidas de dureza Brinell, elongación límite elástico y resistencia a la tensión para el ciclo I fueron de 288 HB, 5.0%, 840 MPa Y 988 MPa respectivamente y para el ciclo II fueron de 264 HB, 5.9%, 717 MPa y 876 MPa.

Souza et al. [116] examinaron un hierro dúctil aleado uno con cromo y otro con Niobio, para la condición de fundición (matriz ferrítica-perlítica) la adición de niobio no mejoró la resistencia al desgaste, mientras que el hierro dúctil aleado con 1% Cr exhibió un incremento considerable en la resistencia al desgaste. En los HDA con Nb mostró una mejor resistencia al desgaste que la fundición base.

Chen et al. [117] evaluaron el efecto de la adición de niobio en la microestructura del grafito, bainita y la transformación de fases, los efectos del niobio influyen en la cinética de la perlita y además en la transformación bainítica, se encontró que la adición de niobio en un rango de 0.2-0.5% se obtiene un mejor valor de dureza, resistencia al desgaste y tenacidad.

Yang et al. [118] trabajaron con diferentes contenidos de cobre que fueron añadidos dentro de un hierro dúctil austemperizado para mejorar la resistencia a la corrosión y resistencia al desgaste, con el contenido de Cu incrementando, la resistencia a la corrosión del HDA bajo un medio ácido incremento, cuando el Cu tenía un porcentaje de 1.5% la resistencia al desgaste fue el óptimo.

Penghui et al. [119] precalentaron un hierro dúctil con una microestructura de perlita fina para que las partículas de Fe_3C fueran retenidas, después del austemperizado, se obtiene una matriz fina de ausferrita con una longitud de 1-3 μm , la razón principal de este refinamiento es el incremento de los sitios de nucleación para los granos Austeníticos y el retardo del efecto del cromo en su crecimiento.

A partir de la revisión bibliográfica realizada, se observa que la mayoría de las investigaciones sobre hierros dúctiles austemperizados se han enfocado en evaluar el efecto de elementos aleantes como Cu, Ni, Cr, Mo y V sobre la microestructura, las propiedades mecánicas y la resistencia al desgaste. Sin embargo, los estudios relacionados con la adición de niobio son aún limitados y se concentran principalmente en su influencia sobre la nodularidad, la formación de carburos y la resistencia mecánica, existiendo escasa información sobre su efecto combinado con diferentes temperaturas y tiempos de austemperizado, así como sobre la relación simultánea entre microestructura, estabilidad de la austenita retenida, propiedades mecánicas y comportamiento tribológico.

En este contexto, la presente investigación aporta una correlación integral entre el contenido de niobio, la evolución de la microestructura ausferrítica y las propiedades mecánicas y tribológicas del hierro dúctil austemperizado. Asimismo, se propone una ventana de procesamiento basada en temperaturas de austemperizado de 250,

300 y 350 °C y tiempos entre 15 y 90 minutos, que permite identificar las condiciones más favorables para maximizar la resistencia mecánica, la tenacidad y la resistencia al desgaste. Los resultados obtenidos contribuyen al entendimiento de los mecanismos microestructurales asociados a la precipitación de NbC y a la estabilización de la austenita retenida, proporcionando información útil para la optimización industrial de componentes sometidos a condiciones severas de carga y desgaste.

8. DESARROLLO EXPERIMENTAL

La metodología experimental propuesta para el presente trabajo de investigación consta de varias fases y caracterizaciones microestructurales, mecánicas y de proceso del tratamiento térmico, dichas actividades se enlistan de manera general en la figura 27.

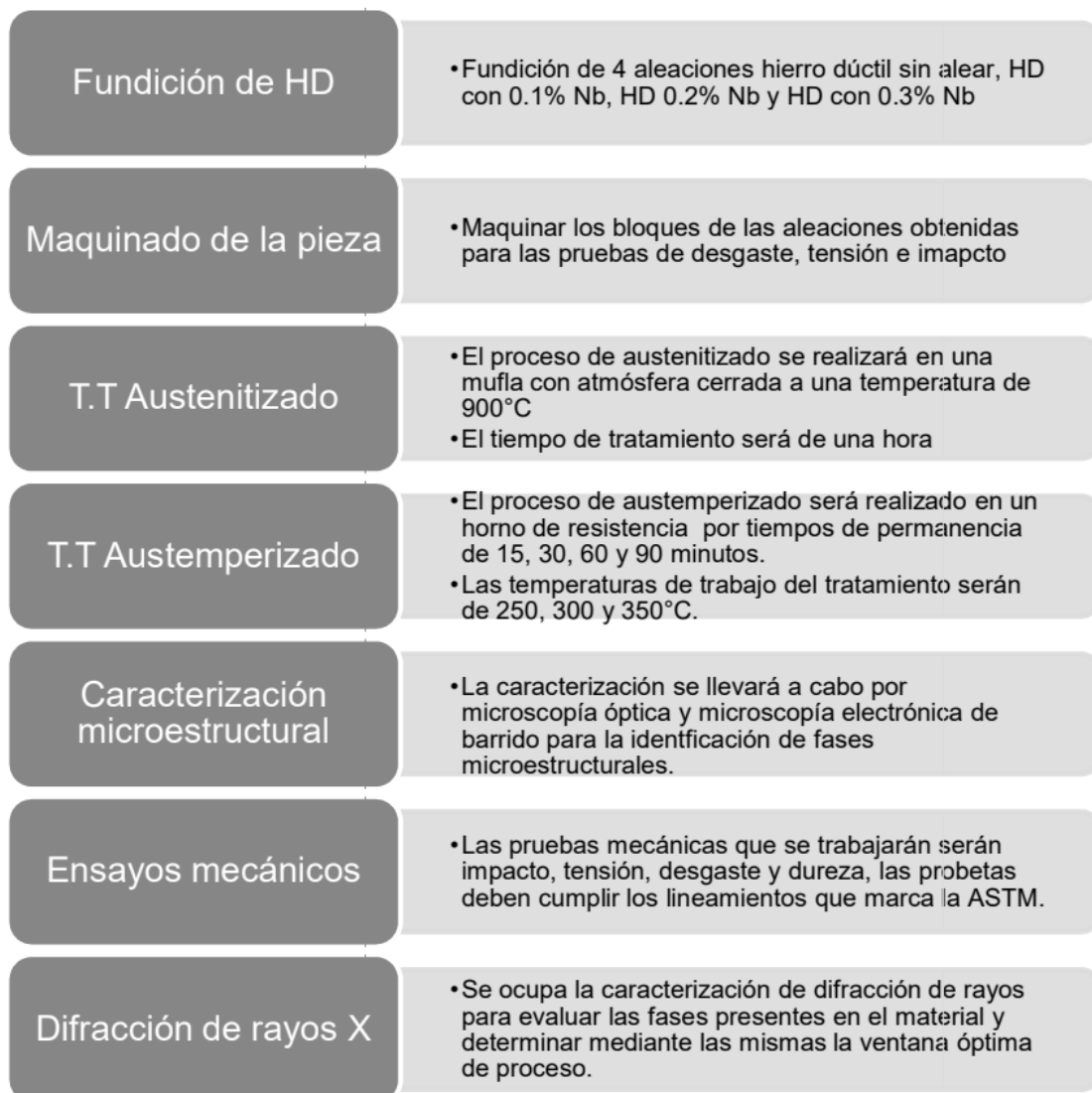


Figura 27. Desarrollo experimental del proyecto de investigación.

8.1 Probetas pruebas mecánicas

Las probetas que se ocupan para los ensayos mecánicos cumplen la normativa establecida por la ASTM.

Para la prueba de desgaste se requiere el maquinado que se observa en la figura 28, la cual cumple con lo indicado en la norma ASTM G 132-96 (2018) que marca las condiciones de trabajo para la prueba de abrasión.

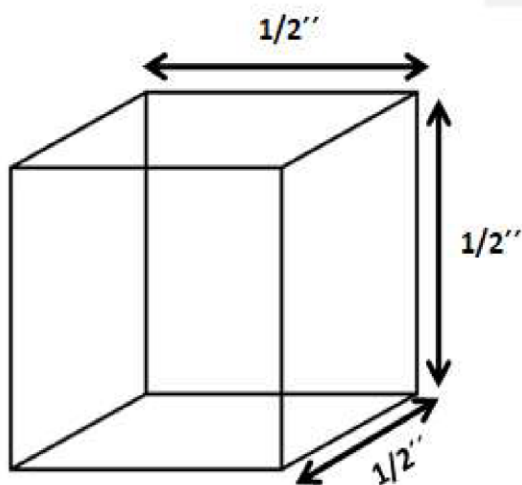


Figura 28. Probeta para desgaste acorde a la ASTM G132-96.

En el ensayo de impacto el cual se rige por la norma ASTM E23, el cuál marca una hendidura de 2 cm de profundidad justo a la mitad de la probeta (27.5 mm) con una abertura de 45°, dicha probeta se aprecia en la figura 29.

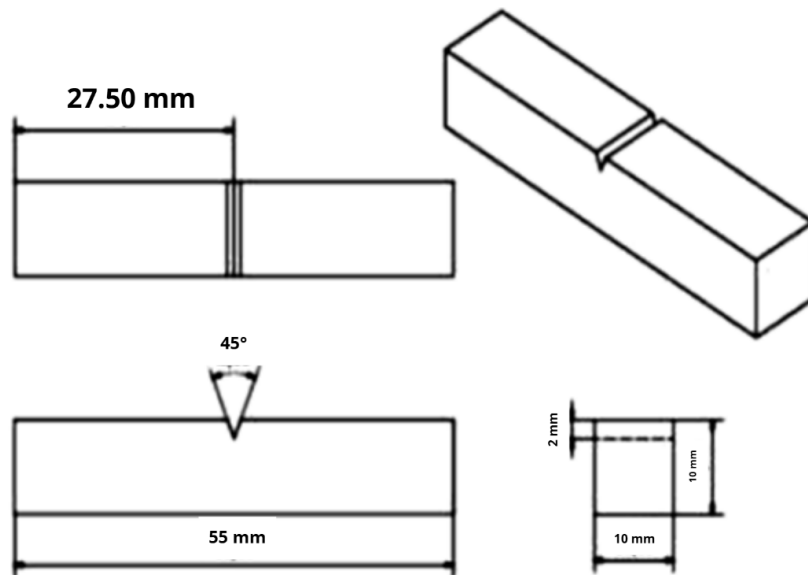


Figura 29. Probeta para prueba de impacto Charpy acorde a la ASTM E23 [52].

Las especificaciones de proceso y de la probeta para el ensayo de tensión están dadas por la norma ASTM E8/E8M-13a, dicha probeta se observa en la figura 30.

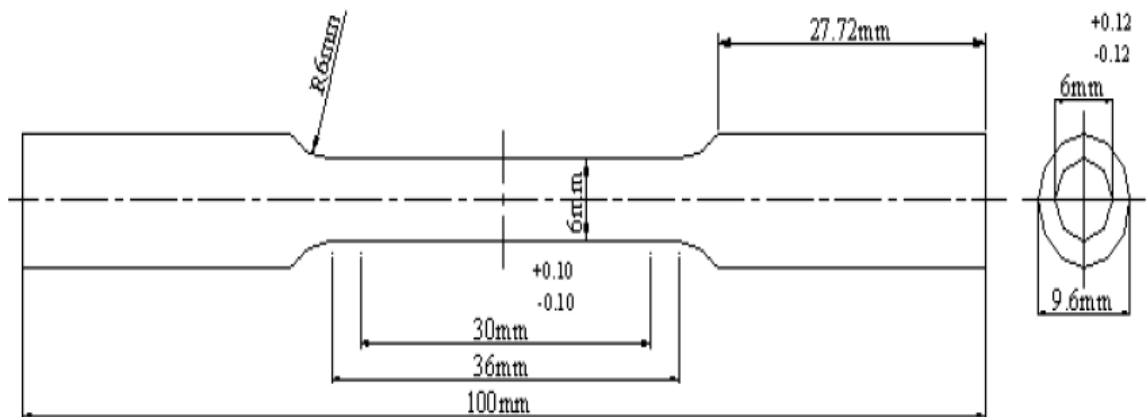


Figura 30. Probeta para prueba de tensión acorde a la norma ASTM E8/E8M-13a.

8.2 EQUIPOS

8.2.1 Microscopio metalográfico

Para la observación de las fases microestructurales presentes en el hierro dúctil y el hierro dúctil austemperizado se emplea un microscopio óptico Keyence vhx-6000 como el que se muestra en la figura 31.



Figura 31. Microscopio óptico metalográfico marca vhx-6000.

8.2.2 Microscopio electrónico de barrido

Para complementar el estudio de las fases microestructurales y realizar mediciones de plaquetas de ferrita acicular y austenita retenida, además de sacar un análisis químico puntual a diferentes fases de la muestra se empleó el microscopio electrónico JEOL IT 300 como se muestra en la figura 32, que permite la observación y estudio de muestras sólidas mediante la producción de imágenes de alta resolución de la topografía superficial de una muestra.



Figura 32. Microscopio electrónico de barrido marca JEOL IT 300.

8.2.3 Difractómetro de rayos X

El estudio de difracción de rayos X se llevó a cabo en un equipo de marca Inel modelo equinox 2000 que se muestra en la figura 33, el cual aplica detección simultánea en el rango de 2θ en un intervalo de $0-110^\circ$, aplicando una radiación monocromática de $\text{Co K}\alpha$ a un voltaje de 220 V.



Figura 33. Difractómetro de rayos X.

8.2.4 Durómetro

El ensayo de dureza se realizó en una máquina universal marca Bühler, la cuál puede identificar durezas en la escala Rockwell, el indentador ocupado fue el de diamante y se aplicó una fuerza de 150 kgf, lo que dio como resultado una dureza Rockwell C ocupada para materiales ferrosos de alta dureza, el equipo se muestra en la figura 34.



Figura 34. Durómetro Rockwell.

8.2.5 Máquina de impacto Charpy

Para el ensayo mecánico de impacto fue necesario trabajar con una máquina de impacto Charpy la cual se puede observar en la figura 35, en el cual se colocaron las probetas mostradas en la figura 29 que cumplen la norma ASTM E23.



Figura 35. Máquina de impacto Charpy.

8.2.6 Máquina de desgaste por bloque de anillo

Para la prueba de desgaste por bloque de anillo se ocupó una máquina marca TE 53 SLIM Multi-Purpose friction and wear tester que se observa en la figura 36, la

probeta que fue ensayada se muestra en figura 28 y está bajo la norma ASTM G132-96 (2018).

El equipo trabaja a un rango de velocidad de 30 a 850 rpm y en un intervalo de carga de 42 a 750 N, el anillo ocupado para la aplicación de desgaste es un acero con dureza de 65 HRC de 60 mm de diámetro.

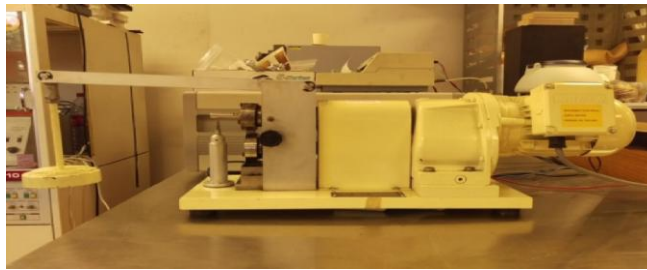


Figura 36. Máquina SLIM Multi-Purpose friction and wear tester.

8.2.7 Máquina de tensión universal

Para realizar la prueba de tensión que se rige por la norma ASTM E8/E8M-13a, y que pueda trabajar con la probeta de la figura 30 fue necesario ocupar una máquina universal de ensayo que se muestra en la figura 37.



Figura 37. Máquina de tensión universal.

8.3 Fabricación hierro dúctil

La fabricación del material se realizó en el laboratorio de pirometalurgia del Instituto de Ciencias Básicas e Ingenierías. La fusión se realizó en un horno de inducción marca “Faraday inducción” con capacidad de 30 kilos como el que se muestra en la figura 38.



Figura 38. Horno de inducción.

Para el proceso de nodulización se ocupó el método Sándwich, en el que se empleó una olla de reacción que se muestra en la figura 39 que fue pre-calentada y en el fondo contiene la ferroaleación FeSiMg que fue cubierta por troquelado de acero para evitar una reacción violenta del baño líquido con la ferroaleación.



Figura 39. Olla de reacción para proceso sándwich.

La materia prima usada en el proceso de fusión y de nodulización se enlista a continuación.

ACERO 1018

Barras de 2 pulgadas como se muestra en la figura 40 que cumplen la norma AISI SAE 1018 con la composición química que se muestra en la tabla 9.

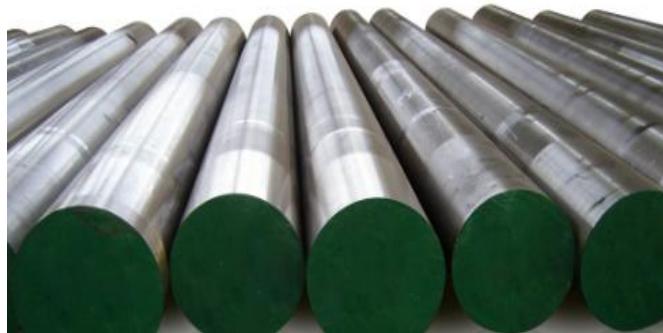


Figura 40. Barras de 2" de acero 1018.

Tabla 9. Composición química del acero 1018.

COMPOSICIÓN QUÍMICA	
Elemento	Porcentaje (%)
Hierro	Balance
Carbono	0.18
Manganeso	0.6
Fósforo	0.02
Azufre	0.02

GRAFIMAC (Grafito bajo azufre)

Grafito de tamaño 3/16" x 1/8" que se muestra en la figura 41, con el siguiente análisis químico que se presenta en la tabla 10.



Figura 41. GRAFIMAC (Grafito bajo azufre).

Tabla 10. Composición química GRAFIMAC (Grafito bajo azufre)

COMPOSICIÓN QUÍMICA	
Elemento	Porcentaje (%)
Carbono	99

Azufre	0.05
Materia volátil	0.68
Ceniza	0.24
Humedad	0.08

Ferro Silicio 75%

Ferroaleación con alto contenido de silicio que favorece la precipitación del grafito, se observa en la figura 42, su análisis químico se muestra en la tabla 11.



Figura 42. Ferrosilicio 75%.

Tabla 11. Composición química Ferrosilicio 75%.

COMPOSICIÓN QUÍMICA	
Elemento	Porcentaje (%)
Silicio	76.64
Azufre	0.0038
Aluminio	1.27
Carbono	0.096

Fósforo	0.022
---------	-------

Ferro Niobio

Ferroaleación de niobio con tamaño de 2"x 1", mostrado en la figura 43 para realizar el balance de Niobio, la composición se muestra en la tabla 12.



Figura 43. Ferroniobio.

Tabla 12. Composición química Ferroniobio.

COMPOSICIÓN QUÍMICA	
Elemento	Porcentaje (%)
Hierro	Balance
Niobio	64.68
Aluminio	0.71
Silicio	2.66
Tantalio	0.14
Fósforo	0.17

Azufre	0.06
Carbono	0.18
Manganeso	0.14
Titanio	0.35
Estaño	0.04

Ferro Silicio Magnesio 6-8 (Nodulizante)

Ferroaleación ocupada para la nodulización del grafito, se muestra en la figura 44, la composición química se muestra en la tabla 13.



Figura 44. Ferro silicio magnesio 6-8.

Tabla 13. Composición química de Ferro silicio magnesio 6-8.

COMPOSICIÓN QUÍMICA	
Elemento	Porcentaje (%)

Hierro	Balance
Silicio	42.13
Magnesio	7.02
Aluminio	0.72
Calcio	1.35

Las ecuaciones que se ocuparon para la adición de ferroaleaciones y grafimac en el proceso de fusión se muestra en la ecuación (4), donde C son los kilogramos que se desea obtener del material en kilogramos, D es el porcentaje que se requiere del elemento en la aleación, M el porcentaje presente del elemento en la aleación antes del ajuste, P es el porcentaje del elemento aleante presente en la ferroaleación y R el rendimiento que se tiene del proceso de fundición. Dicha ecuación es válida para saber la cantidad a adicionar de grafimac, Fe-Nb, Fe-Si y FeSiMg

$$Kg_{Material} = \frac{C * D * M}{P * R} * 100 \quad (4)$$

Para el Magnesio se requiere un cálculo previo que se muestra en la ecuación (5) donde se obtiene la cantidad de Magnesio puro a adicionar, en donde se requiere el porcentaje de azufre en la carga, el porcentaje de magnesio residual que usualmente se ubica entre 0.03 a 0.05% y el porcentaje de recuperación de magnesio esperado para el proceso.

$$Mg = \frac{\frac{3}{4}(\%S) + \%Residual\ de\ Mg}{\%Mg\ esperado} \quad (5)$$

El balance de carga se realizó trabajando con la olla de reacción que tiene capacidad 20 kilos los datos se muestran en la tabla 14.

Tabla 14. Ajuste de carga horno.

MATERIAL	MASA (Kg)
----------	-----------

Acero 1018	18
Fe-Si	0.37
Grafimac	0.78
Escoriador	0.2

Una vez que se fundió el acero 1018 se procede a realizar la carga de Fe-Si, Grafimac en ese orden.

Para realizar los ajustes de niobio para formar aleación de Hierro dúctil 0.1, 0.2 y 0.3% Niobio se realizan los siguientes ajustes de ferro niobio mostrados en la tabla 15.

Tabla 15. Adición de Fe-Nb para ajuste químico.

Aleación	Adición de Fe-Nb (g)
HD-0.1% Nb	27.6
HD-0.2% Nb	55.2
HD-0.3% Nb	105

En la olla de reacción donde se llevó a cabo la nodulización del material se hace el siguiente ajuste de carga que se muestra en la tabla 16.

Se agregó Fe-Si para favorecer la inoculación del hierro dúctil, se beneficia la creación de sitios de nucleación en los cuales el grafito precipita e inicia la formación de nódulos. El Fe-Si-Mg inicia el proceso de nodulización, dicha ferroaleación debe ser cubierta por troquelado de acero para evitar el contacto directo del baño líquido con el magnesio, ya que provoca una reacción muy violenta, además da el tiempo necesario para inocular el baño metálico.

Tabla 16. Adición de material en la olla de reacción.

MATERIAL	MASA (Kg)
----------	-----------

Fe-Si-Mg	0.56
Fe-Si	0.21

Durante el proceso de vaciado se tomaron muestras para realizar análisis químico de las diferentes aleaciones, las cuales se solidifican de manera rápida para evitar la segregación de los elementos aleantes. Los análisis químicos fueron analizados por un espectrómetro de chispa, dichos resultados se muestran en la sección de resultados.

8.4 Tratamientos térmicos

Para el tratamiento térmico de austemperizado se requieren dos hornos el primero sirvió para realizar el austenitizado de la pieza y el segundo para el austemperizado, para el austenitizado se trabaja a una temperatura de 900°C durante un tiempo de una hora en una mufla FD 1500 Barnstead como se muestra en la figura 45.



Figura 45. Mufla Barnstead.

Para el tratamiento térmico de austemperizado se requiere una mufla marca Marla como se muestra en la figura 46, las muestras se trataron a 250, 300 y 350°C durante un intervalo de tiempo de 15, 30, 60 y 90 minutos, esto mientras las piezas están sumergidas en un baño de sales compuesta por una relación 50-50 de nitrato de sodio y nitrato de potasio, con esta relación de sales se tiene el punto de fusión a 220 °C, por lo que los tratamientos térmicos se realizaron sin inconveniente.



Figura 46. Mufla Marla.

8.5 Caracterización del material.

En el presente apartado se muestran las condiciones de caracterización microestructural y mecánica de los hierros dúctiles y los hierros dúctiles austemperizados aleados con niobio y sin alear.

8.5.1 Estudio metalográfico

Para el estudio metalográfico se seccionaron las piezas en cortadora de metales adicionando constantemente agua con refrigerante para evitar que se eleve la temperatura del material y para no formar fases microestructurales que puedan modificar las propiedades del material.

Posteriormente se realizó el desbaste de las piezas mediante papel abrasivo con tamaño de grano desde 50 hasta 2500, el desbaste se realizó en pulidoras metalográficas, trabajando a 300 revoluciones por minuto y aplicando una presión uniforme a lo largo de la pieza esto para evitar que el grafito se desprenda de los nódulos y aparezca desvanecido a lo largo de la metalografía para posteriormente aplicar un pulido con pasta de diamante de 1 y 0.5 μm .

Para el ataque metalográfico se usaron dos reactivos el primero de ellos en dos concentraciones que es el nital al 2 y 4% esto con el objetivo de visualizar las fases de perlita, ferrita y la ausferrita, ya que el nital oscurece la perlita y la ferrita acicular lo que permite contrastar con las demás fases presentes.

El segundo reactivo metalográfico que se ocupó es el persulfato de amonio al 10% calentado a 70° C para poder oscurecer toda la matriz excepto los carburos que se visualizan de color blanco.

Para el estudio de la morfología y distribución de los nódulos se dejan las probetas en condición de pulido.

8.5.1.1 Microscopía óptica

Mediante esta técnica de caracterización se observaron las fases microestructurales presentes en el material para realizar un estudio cualitativo y cuantitativo del material, se tomaron diferentes micrografías de las muestras aplicando diferentes aumentos que van desde los 10x hasta los 2000x empleando un microscopio óptico que se visualiza en la figura 13.

Para la metalografía cuantitativa se ocupó el software image J con las micrografías obtenidas del microscopio óptico, esto con la finalidad de realizar el estudio morfológico de los nódulos y la cuantificación de fases microestructurales.

En lo que respecta al análisis de la morfología nodular, para el porcentaje de nodularidad se ocupó la ecuación (6) donde A_A es el área de los nódulos aceptados y A_{NA} el área de los nódulos no aceptados.

$$\%Nod = \left(\frac{A_A}{A_A + A_{NA}} \right) \cdot 100 \quad (6)$$

Para determinar que nódulos son aceptados y cuales no se ocupa la ecuación (7) en la que se expresa el grado de esferoididad, la cual requiere el área (A) y el perímetro (P) de los nódulos que tengan un diámetro mayor a 10 μm ya que menor a ese rango son consideradas inclusiones presentes en la aleación, si la esferoididad es mayor a 0.65 se consideran nódulos aceptados, mientras que menor a este valor son nódulos no aceptados.

$$SSF = \frac{4\pi A}{P^2} \quad (7)$$

Otro valor que se estudia a los nódulos de grafito presentes en la aleación es la distancia inter-nódulo, el cual indica la distancia de difusión que tiene el grafito, para obtener ese valor se ocupa la ecuación (8) donde se requiere el tamaño promedio de los nódulos (NS_{prom}) y el perímetro (P).

$$\lambda_G = 55.4 \left(\frac{NS_{prom}}{P^2} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (8)$$

Para determinar el tamaño de nódulo se ocupa la ecuación (9) que se muestra a continuación, en donde se requiere el área de los nódulos con un diámetro mayor a 10 μm .

$$NS_{prom} = 2\sqrt{A\pi^{-1}} \quad (9)$$

8.5.1.2 Microscopía electrónica de barrido

Esta técnica permite calcular el espaciamiento interlaminar de la perlita mediante el método de Voort et al. [120] in dónde un círculo es colocado en una micrografía de gran magnificación y se contabiliza el número de intersecciones de las láminas de cementita, teniendo estos valores se ocupa la ecuación (10), dónde D es el diámetro del círculo, n el número de intersecciones y M la magnificación de la micrografía.

$$S = \frac{\pi D}{nM} \quad (10)$$

8.5.1.3 Difracción de rayos X

Con la difracción de rayos X se obtienen las fases microestructurales presentes además de realizar un análisis cuantitativo de la austenita retenida con alto contenido de carbono con el fin de verificar a que tiempo y temperatura de austemperizado se obtiene el mayor porcentaje de austenita, para este estudio se ocupa un equipo marca Inel modelo equinox 200 que se muestra en la figura 33, el cual aplica una radiación monocromática de cobalto K_{α} la cual aplica una detección de manera simultánea en el rango 2θ para un rango de 0 a 110° con una duración de 30 minutos por muestra para poder definir bien las intensidades de los picos de difracción.

Para la cuantificación de austenita con alto contenido de carbono se ocupa el procedimiento empleado por Putatunda et al. y Bedolla et al. [121,122], en el que se requieren intensidades, ángulos de difracción y longitud de onda, aplicados en la ecuación (11).

$$V_{\gamma} = \frac{1 - V_c}{1 + \left(\frac{\sum I_{\alpha}}{\sum I_{\gamma}}\right) \left(\frac{\sum R_{\gamma}}{\sum R_{\alpha}}\right)} \quad (11)$$

Dónde V_c es el porcentaje de otras fases presentes en el hierro dúctil austemperizado (carburos y grafito), I_{α} e I_{γ} son las intensidades de los planos hkl de la ferrita (α) y la austenita (γ), respectivamente, R_{α} y R_{γ} son valores calculados acorde a la ecuación (12)

$$R = \left(\frac{1}{v^2}\right) [|F|^2 p (1 + \cos^2 2\theta) / (\sin^2 \theta \cos \theta)] (e^{-2M}) \quad (12)$$

Donde v es el volumen de la celda unitaria, F es el factor de estructura por conjugado complejo, p es el factor de multiplicidad de la reflexión (el número de planos cristalográficos que producen reflexiones de la misma intensidad debido a la

simetría), θ es el ángulo de Bragg y e^{-2M} es el factor de temperatura de Debye-Waller donde M es una función que se calcula ocupando la ecuación (13), donde B es una constante del hierro dúctil que depende de la temperatura de Debye y λ es la longitud de onda de la fuente de radiación.

$$M = B \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2} \quad (13)$$

8.5.2 Caracterización mecánica

Las pruebas mecánicas que se trabajaron en los materiales fueron las de dureza, desgaste, impacto y tensión todo en función de las normas ASTM E8, ASTM E23 y ASTM G132.

8.5.2.1 Ensayo de desgaste

El ensayo de desgaste se llevó a cabo bajo las siguientes condiciones, se aplicó una velocidad de 200 revoluciones por minuto y una carga de 49 N, haciendo contacto con un anillo de acero con dureza de 65 HRC con un diámetro de 60 mm, las muestras del ensayo se analizan y realiza su respectiva medición de la huella provocada a los 3000 metros.

La resistencia al desgaste es una propiedad que está ligada con la dureza del material en cuestión [105] y para cuantificar el volumen perdido al terminar el ensayo de desgaste se ocupó la ecuación (14), donde D es el diámetro del anillo, t el ancho del bloque y b el ancho promedio de la huella de desgaste.

$$Volumen\ perdido = \frac{D^2 t}{8} \left[2 \frac{b}{D} - \sin \sin \left(2 \frac{b}{D} \right) \right] \quad (14)$$

8.5.2.2 Ensayo de dureza

Para obtener los valores de dureza se ocupó un durómetro universal marca Buehler, que se muestra en la figura 34. Con los antecedentes que se tienen del material de

valores elevados de dureza es conveniente trabajar la dureza Rockwell C que requiere un indentador de diamante el cual aplica una carga de 150 Kg_f, se realizan un total de 10 indentaciones por muestra en distintas zonas del material esto con el objetivo de calcular un valor promedio y desviación estándar de la dureza.

9.5.2.3 Ensayo de impacto

Este ensayo permite cuantificar la tenacidad del material, para ello es necesario maquinar probetas que cumplan la norma ASTM E23, dichas probetas se muestran en la figura 29.

Las probetas se montaron en una máquina de impacto Charpy mostrada en la figura 35.

8.5.2.4 Ensayo de tensión

Los ensayos de tensión se realizaron en una máquina universal de tensión que se muestra en la figura 37, la cual aplica un esfuerzo con un desplazamiento de mm/min, los resultados de la prueba se grafican para obtener el módulo de elasticidad, resistencia máxima a la tensión y el límite elástico.

Para la realización de esta prueba se ocuparon muestras que cumplen la norma ASTM E8/E8M-13^a y se muestran en la figura 30.

9. RESULTADOS

9.1 Fundición hierro dúctil

Las cuatro aleaciones fueron producidas en un horno de inducción que se muestra en la figura 38 incorporando, acero 1018, grafito, FeSi y FeNb. La nodularización del grafito se logra mediante la adición de FeSiMg que reacciona con el metal fundido para promover la formación de grafito nodular. La composición química de las cuatro aleaciones se muestra en la tabla 17. Las cuatro aleaciones están en el rango de un hierro hipereutéctico. Así mismo mantener el CE en un rango por debajo de 4.6% propicia una mejor distribución y morfología de los nódulos de grafito [123].

Tabla 17. Composición química de los hierros dúctiles.

Elemento (wt. %)	Aleación 1	Aleación 2	Aleación 3	Aleación 4
C	3.76	3.62	3.71	3.67
Si	2.54	2.64	2.51	2.61
Mn	0.38	0.32	0.37	0.32
S	0.011	0.01	0.008	0.009
P	0.009	0.007	0.006	0.009
Nb	0	0.11	0.23	0.32
CE	4.60	4.50	4.55	4.54

9.2.1 Hierro dúctil sin alear y aleado con niobio antes del tratamiento térmico

9.2.1.1 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL

En condiciones de colada se visualiza una matriz de ferrita y perlita en la que en la que se tiene un aumento significativo de la fase perlítica con la adición de niobio

como se observa en la tabla 18 generando un material con mayor dureza y resistencia al desgaste, en cuestión de los carburos se tiene un aumento con la adición de niobio pasando de 0.53% en el hierro dúctil sin alear a 2.48% con el hierro dúctil aleado con 0.3% de Nb. El aumento de carburos y de perlita con la adición de niobio se ha reportado en distintos trabajos, Chen et al. [124] explicaron que el niobio permanece mayormente en solución sólida durante el enfriamiento de la austenita por lo que retrasa la transformación de fase y refina la estructura de perlita lo que provoca la estabilización de perlita, Souza [125] notó que la adición de Niobio incrementa el porcentaje de perlita.

La figura 47 muestra las fases microestructurales del material en condiciones de colada atacadas con Nital 3% para visualizar la perlita laminar con la ferrita y un ataque con persulfato de amonio al 10% calentado a 70°C para visualizar los carburos presentes en el material.

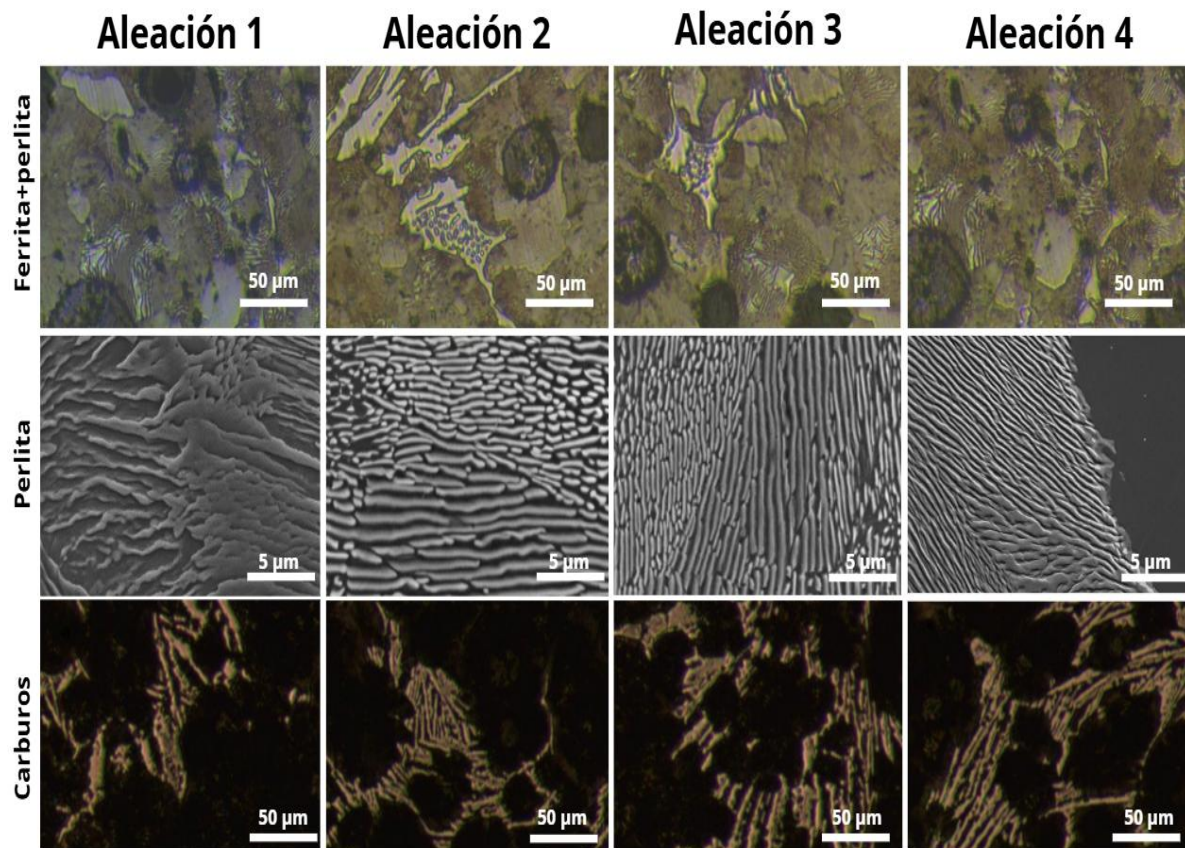


Figura 47. Fases presentes en las 4 aleaciones de hierro dúctil.

La microestructura de las cuatro aleaciones sin ataque químico para el estudio de nódulos se visualiza en la figura 48, donde se observa la metalografía en condiciones de pulido para poder visualizar los nódulos de grafito los cuales se estudia la morfología de estos, dichos resultados se observan en la tabla 18 donde se visualiza que conforme aumenta el porcentaje de niobio la nodularidad disminuye pasando de 87.23% en el hierro dúctil sin niobio a 81.90% con la adición de niobio en un 0.3%, por el contrario el tamaño de nódulo es mayor con la adición de niobio partiendo con un tamaño de 21.94 μm con 0% Nb a un 29.56, 26.56 y 23.2 μm con 0.1, 0.2 y 0.3% Nb respectivamente, un tamaño mayor de nódulo provoca que el conteo nodular tenga un descenso, esta relación de igual forma se aprecia en los resultados del conteo nodular teniendo el mayor conteo en el hierro dúctil con 0% niobio que es de 256.13 nod/mm² pasando a 113.75, 120.04 y 156.49 nod/mm² para los hierros dúctiles aleados con 0.1, 0.2 y 0.3% Nb respectivamente. Chen et al. [126] establecieron que las partículas de carburo de Niobio, así como otras partículas podrían mostrar un efecto perjudicial en la morfología del grafito y el tamaño, en su caso con un hierro dúctil sin niobio obtuvieron 90% de nodularidad pasaron a 85% con adición de niobio de 0.11%, mismo efecto con el conteo nodular al pasar de 290 nod/mm² a 220 nod/mm². Medeiros et al. [127] detallaron que conforme aumenta el porcentaje de niobio la nodularidad presenta un descenso pasando de 95% con un hierro dúctil sin niobio a 90% con un hierro dúctil aleado con 0.25% Nb y el conteo nodular aumenta de 138.3 nod/mm² sin niobio en la aleación a 119 nod/mm² con la aleación con 0.25% de Nb.

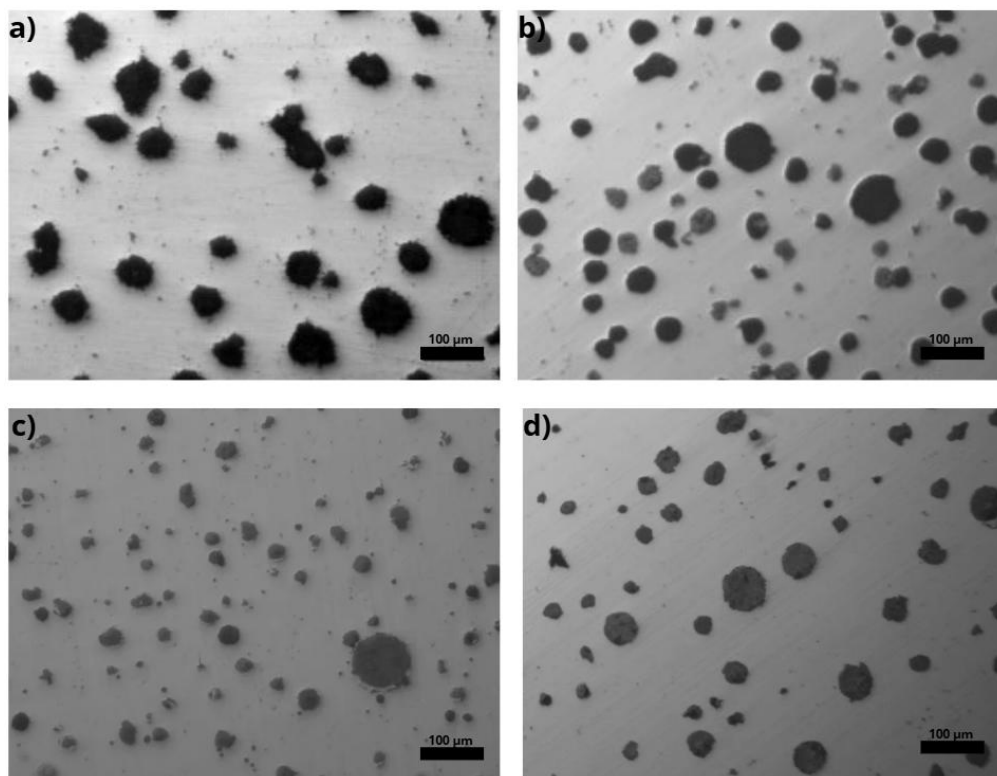


Figura 48. Nódulos en las aleaciones, a) HD 0% Nb, b) HD 0.1% Nb, c) HD 0.2% Nb, d) HD 0.3% Nb.

Tabla 18. Estudio nodular y metalográfico de las aleaciones.

Características	Aleación 1	Aleación 2	Aleación 3	Aleación 4
Tamaño de nódulo (μm)	21.72	29.96	26.56	23.23
Nodularidad (%)	87.23	81.5	81.65	81.9
Conteo nodular (nod/mm ²)	256.1	113.7	120.4	156.4
Distancia interpartícula (μm)	23.92	35.51	33.51	29.33
Grafito (%)	8	6.95	6.11	6.65
Carburos (%)	0.53	0.95	1.51	2.48
Perlita (%)	25.44	63.17	75	73.31
Ferrita (%)	66.03	23.42	17.38	17.54
Espaciamiento interlaminar de la perlita (μm)	1.21	0.82	0.76	0.73

9.2.1.2 PROPIEDADES MECÁNICAS

9.2.1.2.1 DUREZA

La dureza tiene una relación con la fase microestructural si el material tiene un porcentaje mayor de ferrita se tendrá un material con menor dureza, pero mayor ductilidad, pero si la proporción de perlita y carburos es mayor la dureza elevará sus valores, pero se tendrá un material menos dúctil, en la figura 49 se observa que conforme se adiciona niobio al material la dureza de este aumenta debido a la una mayor cantidad de carburos y perlita, pero ya no presenta un cambio significativo en la aleación que contiene 0.2% Nb y 0.3% Nb.

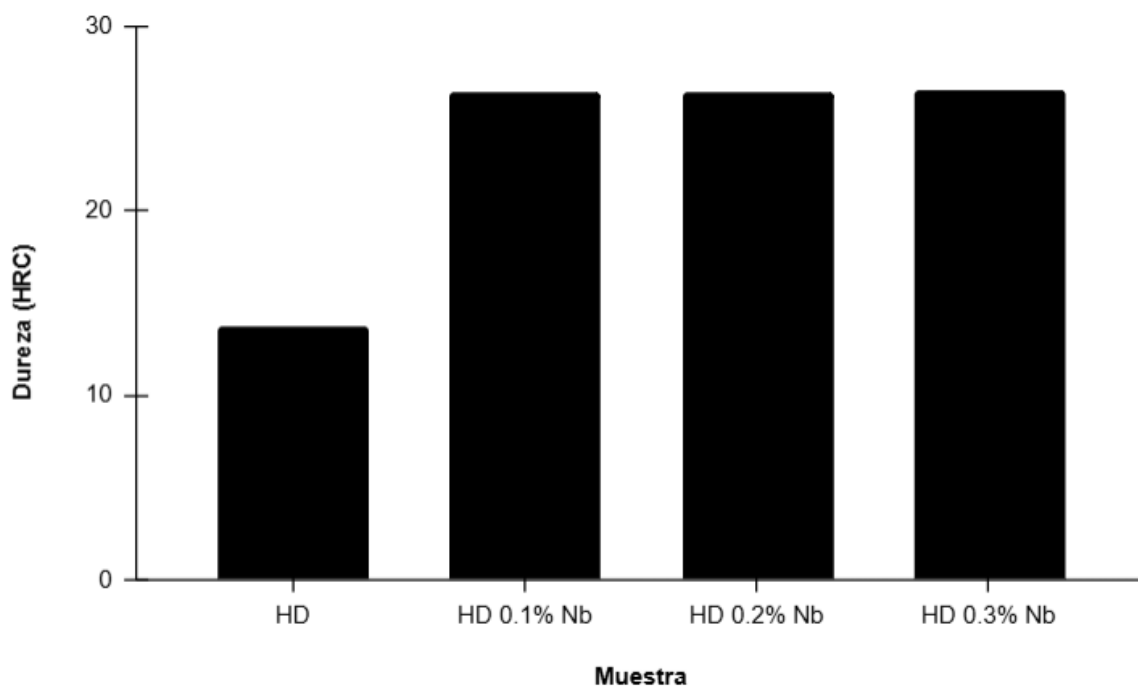


Figura 49. Valores de dureza Rockwell C de los hierros dúctiles.

En la figura 50 se observa el efecto que tiene el aumento de la dureza con respecto al porcentaje de carburos y perlita que presenta el material, en el hierro dúctil sin niobio los carburos y la perlita tienen los valores más bajos con 0.53 y 25.44%

respectivamente lo que propicia un material con mayor ductilidad y menor dureza se observa que la adición de niobio es un elemento estabilizador de la perlita, Wenbin et al. [128] detallaron que el incremento en la adición de Niobio refina las celdas eutécticas y reduce el espacio laminar de Fe_3C de la perlita debido al descenso de la temperatura eutéctica, Pan et al. [129] observaron que a una adición del 0.2% en un hierro gris incrementa el porcentaje de perlita y de igual forma se reducía el espacio laminar.

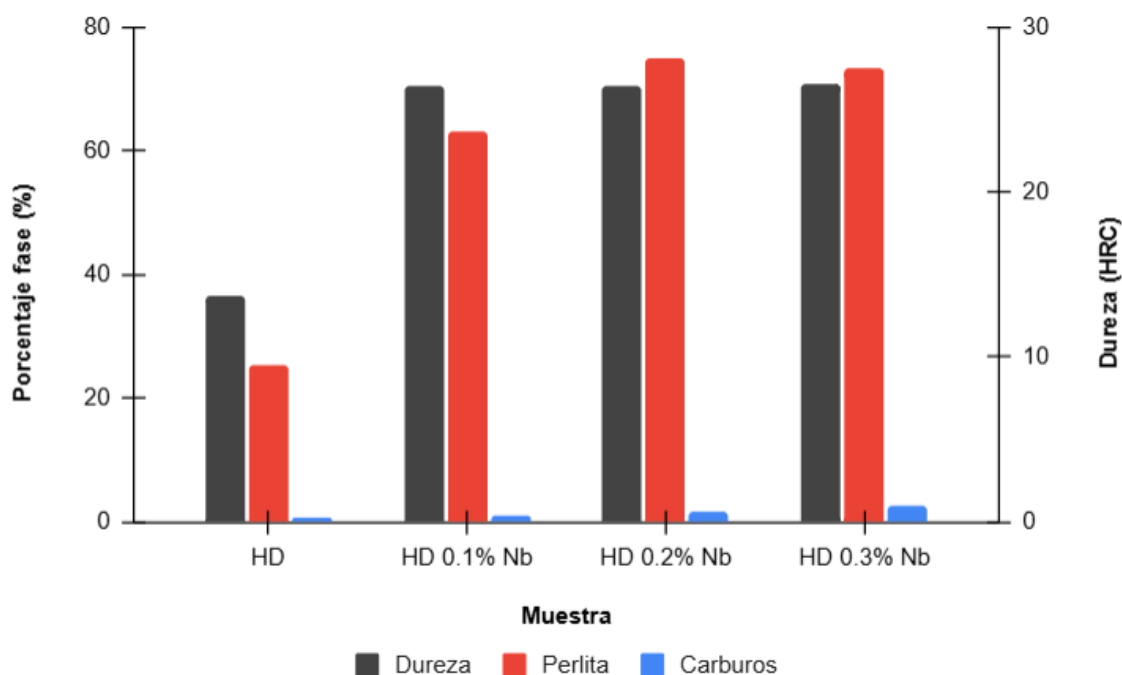


Figura 50. Relación de dureza con respecto a la perlita y carburos presente en las aleaciones.

9.2.1.2.2 DESGASTE

En la figura 51 se tienen los resultados de la prueba de desgaste en la que se observa un menor desgaste del material al adicionar niobio, la pérdida de volumen por desgaste disminuye en las aleaciones con mayor contenido de niobio. Este comportamiento puede explicarse, en primer término, por el incremento de la fracción perlítica que confiere mayor dureza a la matriz y, por lo tanto, una mayor

resistencia a la abrasión. De igual forma, los NbC actúan como refuerzos locales que dificultan la remoción de material durante el contacto con superficies duras. Adicionalmente, aunque el conteo nodular se reduce, la presencia de nódulos de grafito más grandes y espaciados limita la propagación de microfisuras en su periferia, retrasando el deterioro acelerado por desgaste.

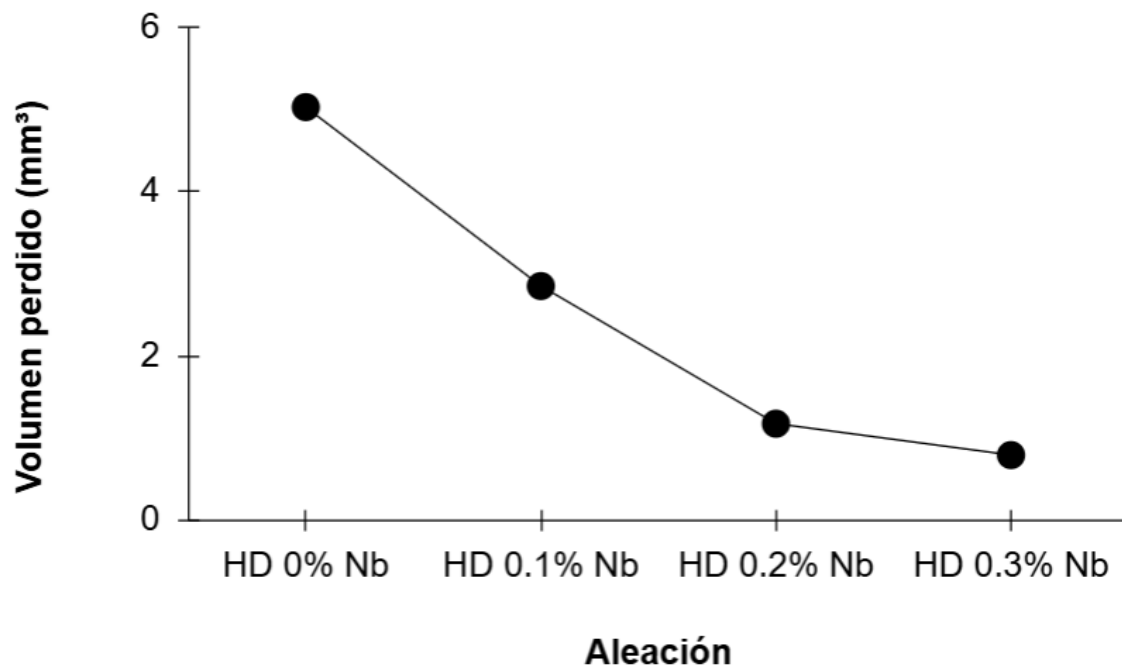


Figura 51. Volumen perdido por los hierros dúctiles.

Pimentel et al. evaluaron hierros dúctiles aleados con niobio con porcentajes que iban desde el 1% al 2.4% de igual forma se encontró que la resistencia al desgaste de las piezas es mayor conforme se va aumentando el porcentaje de niobio, esto se debe a que el mecanismo de desgaste de las piezas se ralentiza con la presencia de fases microestructurales con mayor dureza tales como la perlita pero en especial con los carburos, a mayor cantidad de carburos el desgaste del material será menor, en la figura 52 se tiene la relación que hay entre el porcentaje de carburos y el desgaste que tiene la pieza.

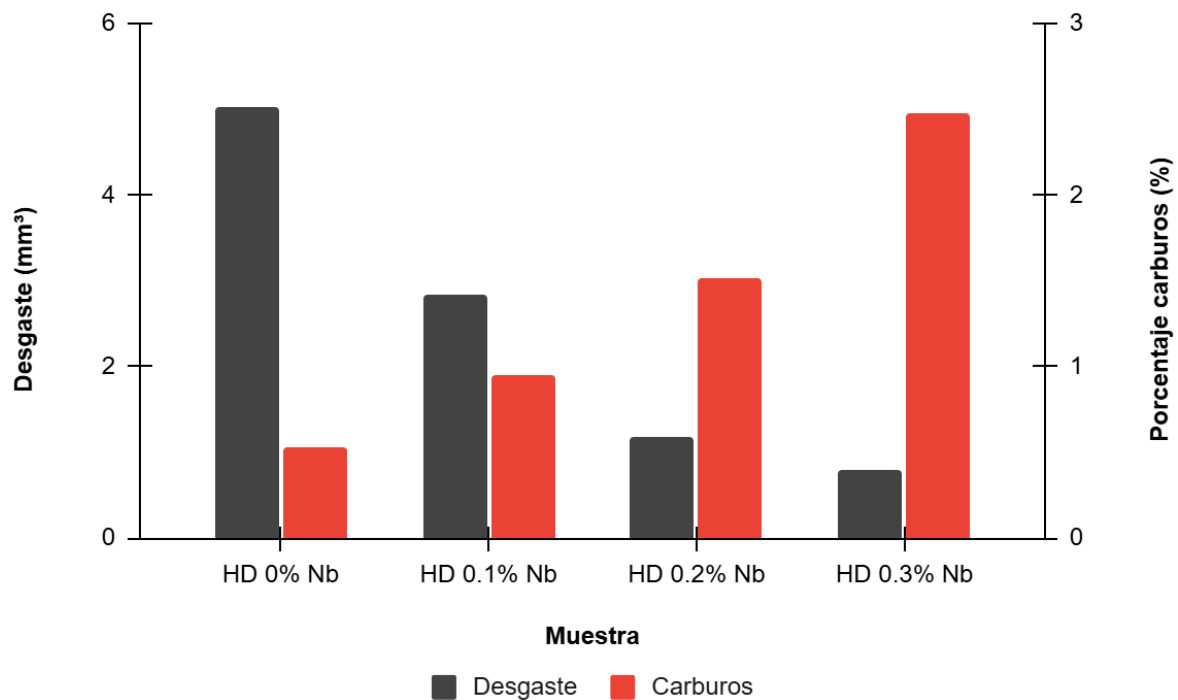


Figura 52. Relación de desgaste en función de la cantidad de carburos.

9.2.1.2.3 IMPACTO

Los resultados de la prueba de impacto Charpy se muestran en la figura 53. La tenacidad disminuyó progresivamente con el incremento del contenido de niobio, pasando de 10.45 J en la aleación 1 a 5 J en la aleación 4. Esta reducción se asocia con la mayor proporción de fases duras y frágiles, como la perlita y los NbC, que actúan como sitios preferenciales para la nucleación y propagación de grietas. Asimismo, la disminución en el conteo nodular y el aumento en la distancia interpartícula limitan la eficacia de los nódulos de grafito para desviar las trayectorias de grieta, facilitando una propagación más continua y rápida.

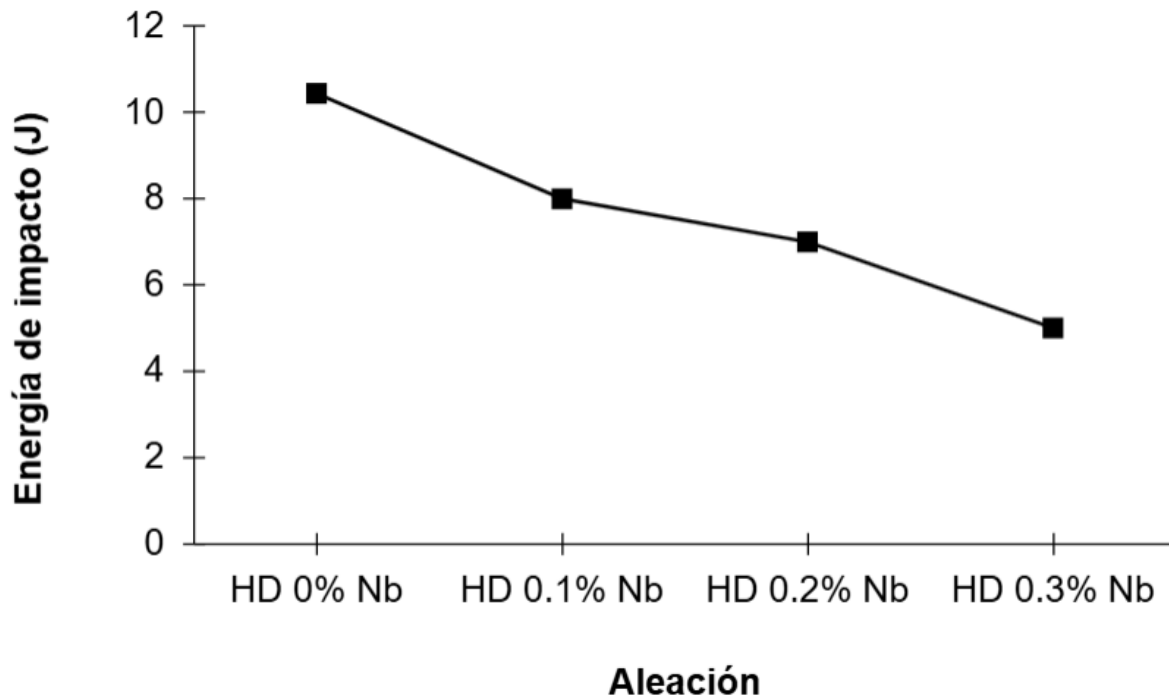


Figura 53. Resultados de prueba de impacto Charpy.

9.2.1.2.4 ENSAYO DE TENSIÓN

Las curvas esfuerzo-deformación provenientes de la prueba de tensión de los 4 hierros dúctiles con diferente porcentaje de niobio se muestran en la figura 54. Las curvas muestran un comportamiento mecánico relacionado por la deformación plástica de la matriz ferrítico-perlítica y la interacción con el grafito nodular. La adición de niobio produce un incremento progresivo en la resistencia mecánica del material derivado del aumento del porcentaje de perlita y de carburos tipo NbC lo que propicia un endurecimiento y barreras para el movimiento de dislocaciones esto acompañado de una reducción moderada en la elongación del material.

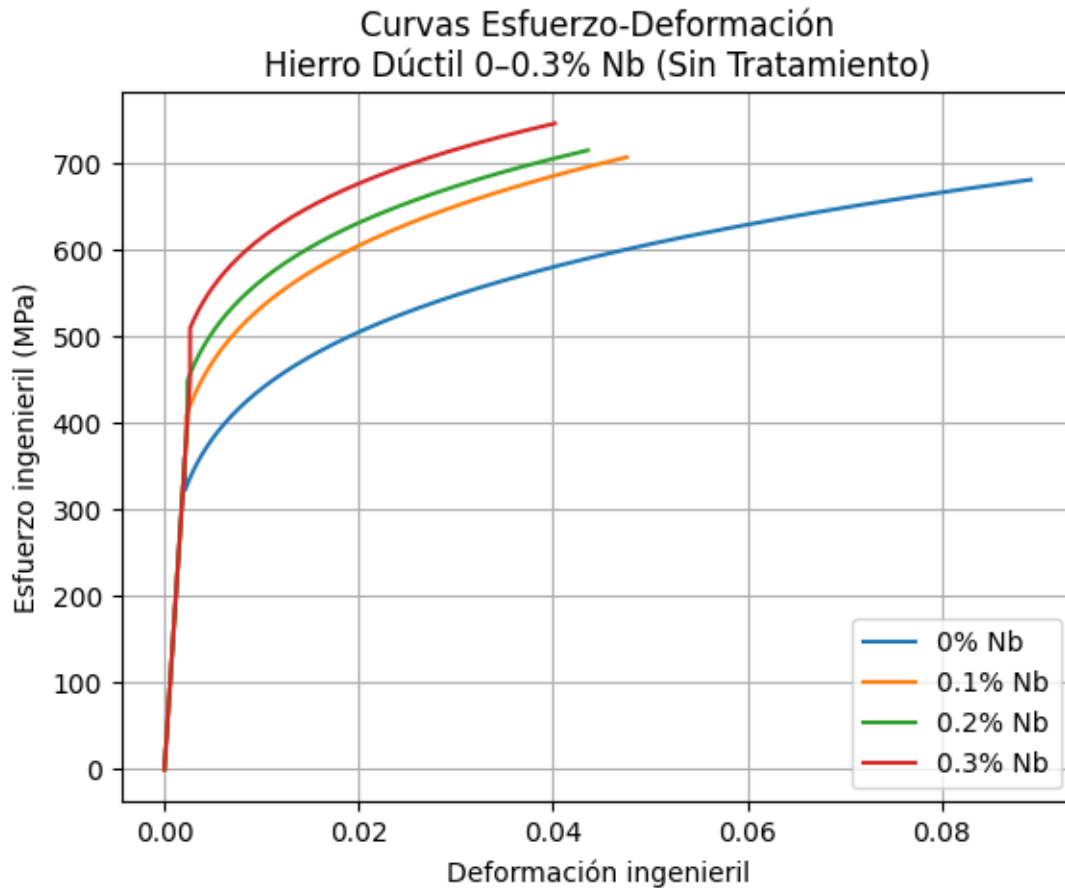


Figura 54. Curvas esfuerzo-deformación del hierro dúctil.

El aumento en la resistencia última a la tracción (UTS) y en el límite de fluencia (YS), que alcanzaron valores máximos en la aleación con 0.32% Nb (746 MPa y 449 MPa, respectivamente), como observa en la figura 55, se atribuye a la combinación de distintos mecanismos de fortalecimiento. El incremento en la fracción perlítica confiere una matriz más resistente, mientras que la dispersión de NbC en la microestructura actúa como obstáculo al movimiento de dislocaciones, produciendo un endurecimiento por dispersión que refuerza tanto la UTS como el YS.

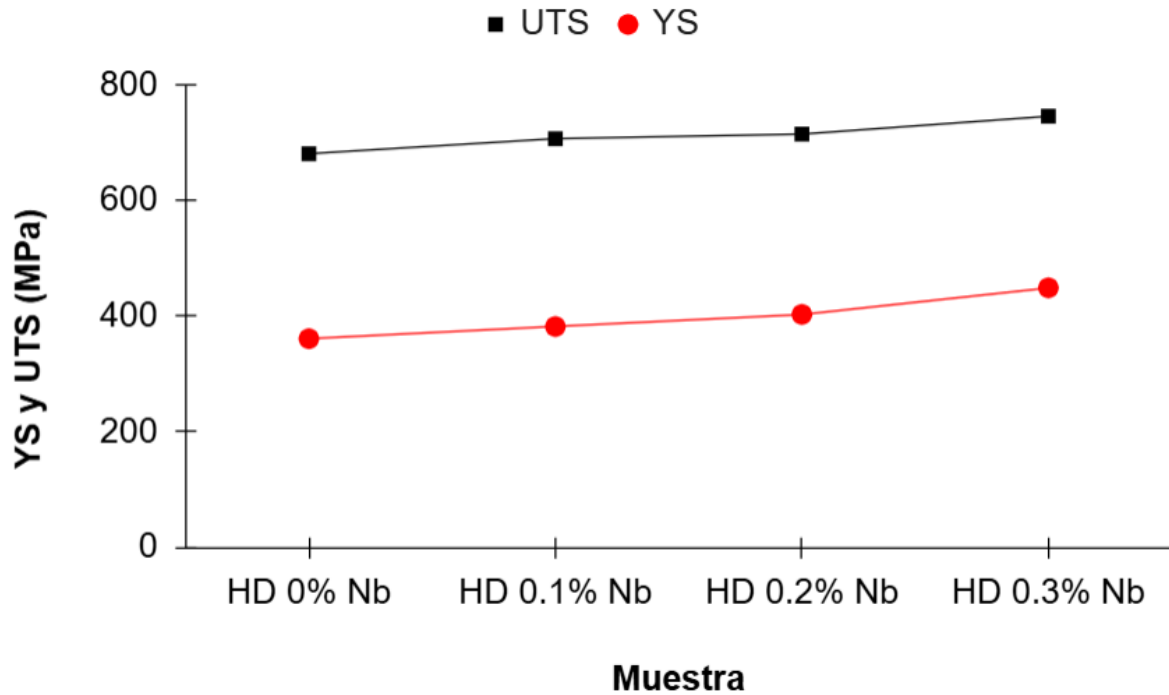


Figura 55. Resultados de resistencia última a la tensión y límite elástico.

En contraste, la elongación disminuye al aumentar el contenido de niobio, reduciéndose de 8.92% en la aleación 1 a 4.02% en la aleación 4 como se observa en la figura 56. Este efecto se relaciona con la presencia de fases más rígidas y menos dúctiles, como la perlita y NbC, así como con la reducción del conteo nodular y el aumento de las distancias interpartícula, que favorecen la concentración de tensiones y la aparición temprana de fracturas.

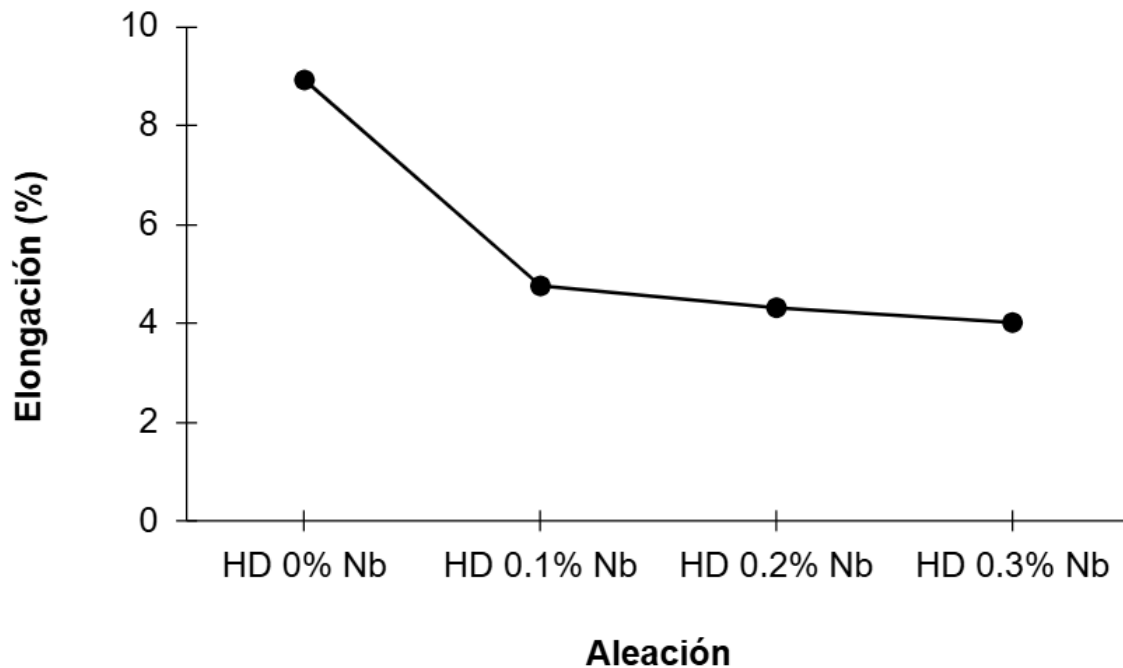


Figura 56. Porcentaje de elongación de las cuatro aleaciones.

9.2.2 Tratamiento térmico de austemperizado a 250°

9.2.2.1 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL

En la figura 57 se muestra las metalografías de las cuatro aleaciones después del tratamiento térmico de austemperizado revelando una matriz de ausferrita. La cual consiste en nódulos de grafito, austenita retenida con alto contenido de carbono (regiones blancas), la cual provoca un aumento en la ductilidad y la tenacidad del material, pero reduce la dureza y resistencia al desgaste. Por el contrario, la ferrita acicular (regiones oscuras) promueve una mejor dureza y resistencia al desgaste, reduce la ductilidad y tenacidad del material. A 250 °C de austemperizado se obtiene ausferrita fina en donde la nucleación de las placas de ferrita ocurre a una mayor proporción sin embargo el crecimiento de las agujas de ferrita acicular es lento debido a la baja movilidad atómica que existe a bajas temperaturas de austemperizado provocando agujas delgadas y finas, mientras que la difusión del

carbono a esta temperatura es limitada, por lo que el enriquecimiento de carbono en la austenita es menor, provocando que se tenga menor proporción de austenita como resultado microestructural se tiene alto volumen de ferrita acicular con agujas finas y delgadas y poca austenita retenida con alto contenido de carbono, teniendo un material con mayor dureza y resistencia pero menor ductilidad [130-132].

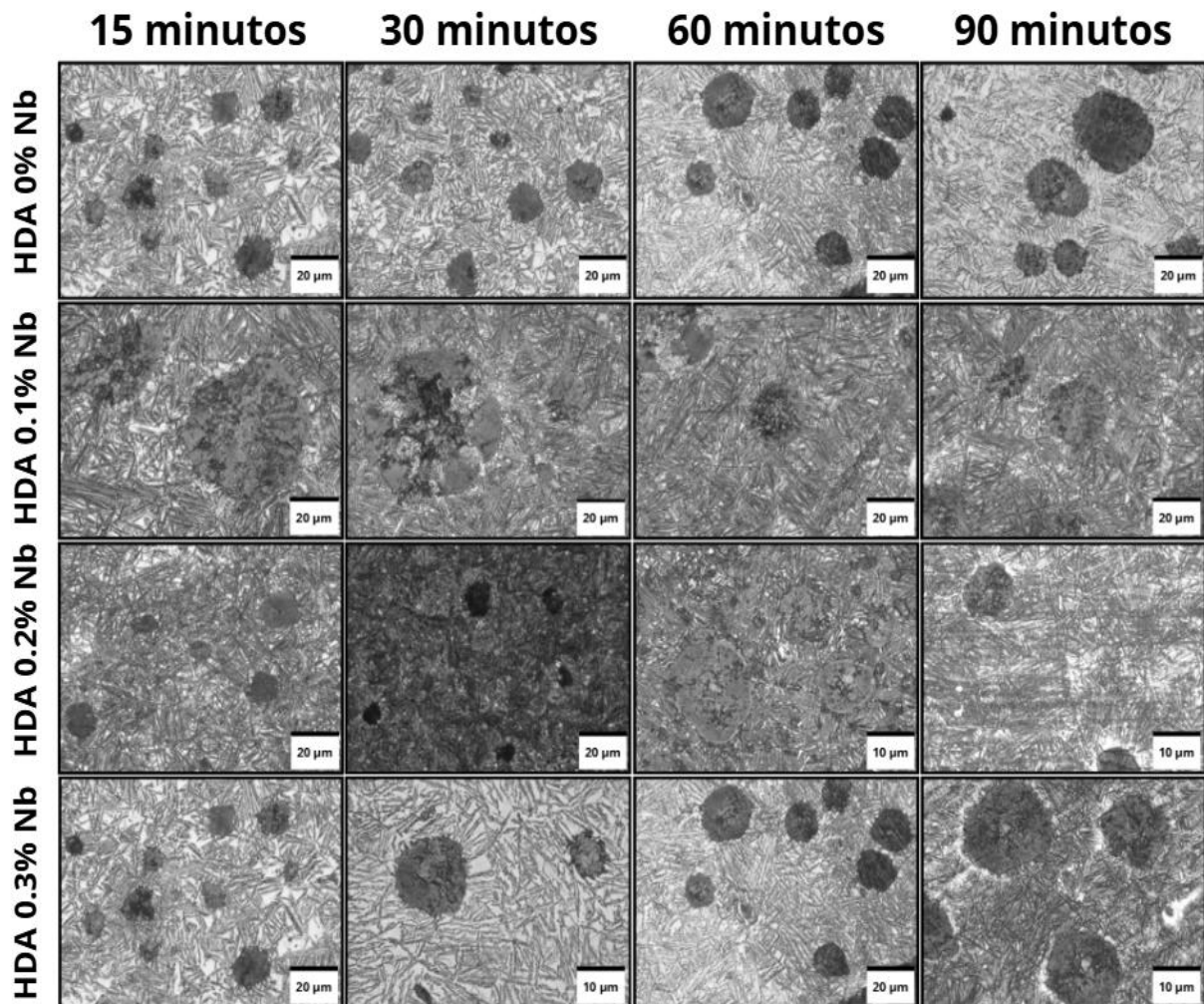


Figura 57. Microestructuras de los cuatro hierros dúctiles austemperizado a 250 °C en función del tiempo.

9.2.2.2 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Para la cuantificación de austenita retenida con alto contenido de carbono diversas técnicas pueden ser ocupadas, pero la más importante a nivel científico es mediante

la difracción de rayos X. Su importancia radica en que esta técnica permita identificar y cuantificar con precisión las fases presentes en la microestructura permitiendo distinguir entre cada una de las fases constituyentes de cada hierro dúctil austemperizado.

El empleo de DRX es fundamental ya que en ocasiones la austenita retenida con alto contenido de carbono se encuentra en volúmenes muy bajos y distribuida finamente, lo que resulta complejo de calcular mediante microscopía óptica. A través de esta técnica de caracterización se obtienen los picos característicos a la ferrita (cúbica centrada en el cuerpo) y la austenita (cúbica centrada en las caras) que se muestran en la figura 58, lo que permite aplicar la ecuación 11 presente en la sección anterior. En consecuencia, el uso de difracción de rayos X asegura resultados más representativos y objetivos que los propuestos por metalografía tradicional.

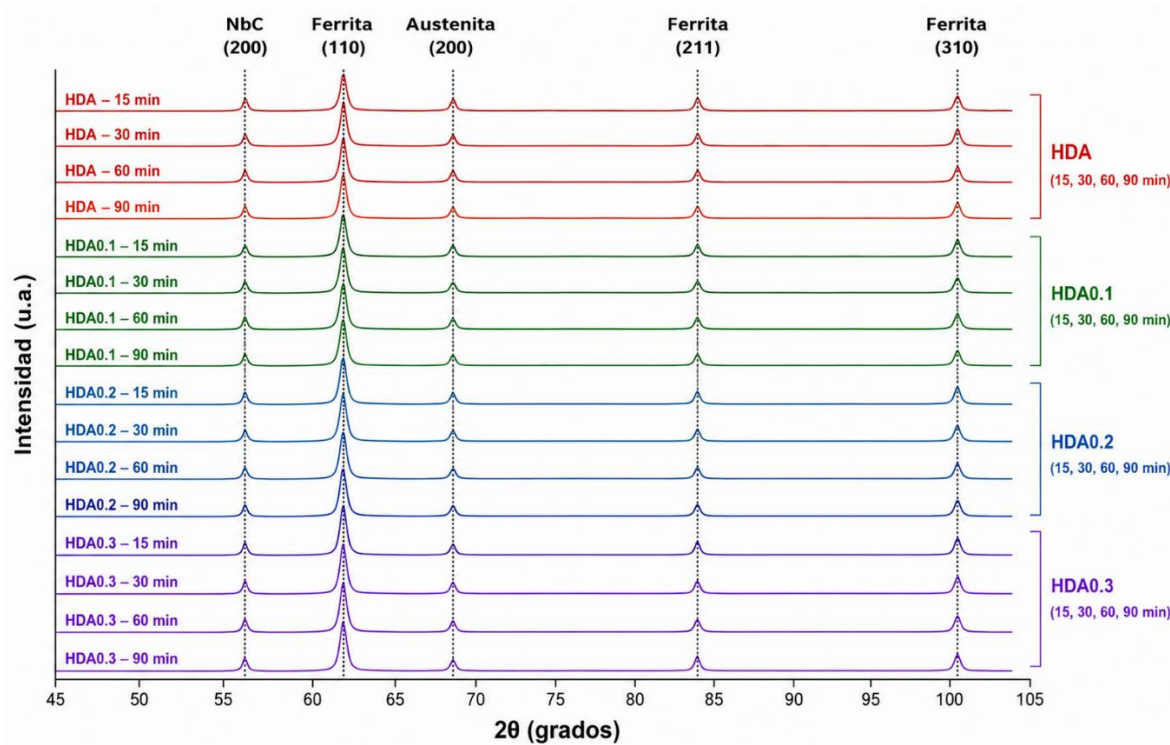


Figura 58. Difractogramas de rayos X de HDA a 250 °C.

La cantidad de la fase de austenita retenida con alto contenido de carbono a 250 °C de tratamiento térmico de austemperizado se muestra en la figura 59. La máxima cantidad de austenita se tiene en el HDA 0.3% Nb a 60 minutos con 42.79% mientras que la menor cantidad se tiene en la muestra con 0% Nb a 15 minutos (16.71%), esto se debe a que el niobio es un formador de carburos (NbC) y dichos carburos inhiben el crecimiento de ferrita acicular, esto ralentiza la transformación de austenita a ferrita acicular y austenita retenida con alto contenido de carbono, dejando más austenita retenida en la microestructura después del tratamiento térmico, esto combinado con la baja temperatura de tratamiento térmico (250 °C) se obtiene ferrita acicular fina y una mayor fracción de austenita retenida con alto contenido de carbono [133].

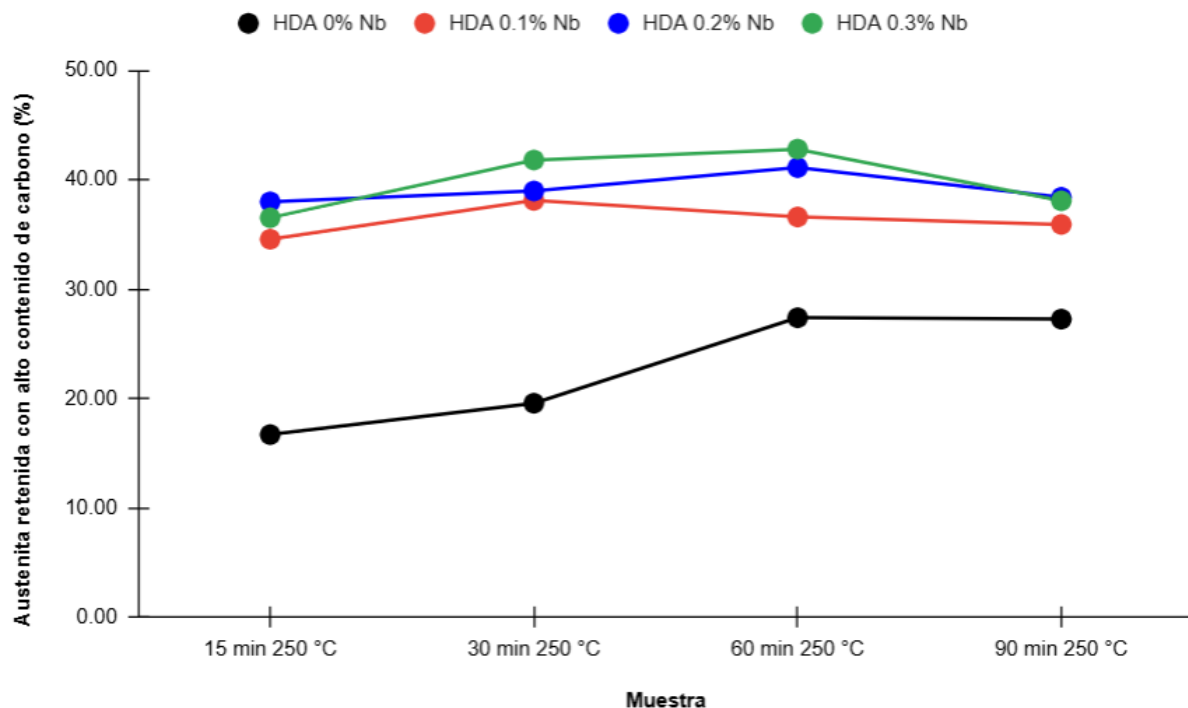


Figura 59. Porcentaje de austenita retenida con alto contenido de carbono en función del porcentaje de niobio y tiempo de austemperizado.

9.2.2.3 Propiedades mecánicas

9.2.2.3.1 Dureza

Los resultados de la prueba de dureza se observan en la figura 60, el valor más alto de dureza es el ADI 0% Nb a los 15 minutos (40.76 HRC) que coincide con la menor cantidad de austenita retenida con alto contenido de carbono para esa muestra (16.71%), esto se debe a la mayor cantidad de ferrita acicular una fase con alta densidad de dislocaciones lo que provoca una mayor resistencia al deslizamiento de planos cristalinos, acorde al mecanismo Hall-Petch, entre más fina sea la microestructura, mayor es la resistencia del material. En cuestión de los ADI con niobio se observa que la dureza del material es mayor conforme se tenga más porcentaje de niobio todo esto independiente del tiempo de tratamiento térmico de austemperizado, este comportamiento se tiene debido a la cantidad de carburos estables NbC que hay en el material, estos carburos tienen como característica una mayor dureza y resistentes al desgaste y al tener una dispersión en la matriz actúan como partículas de refuerzo [134,135]

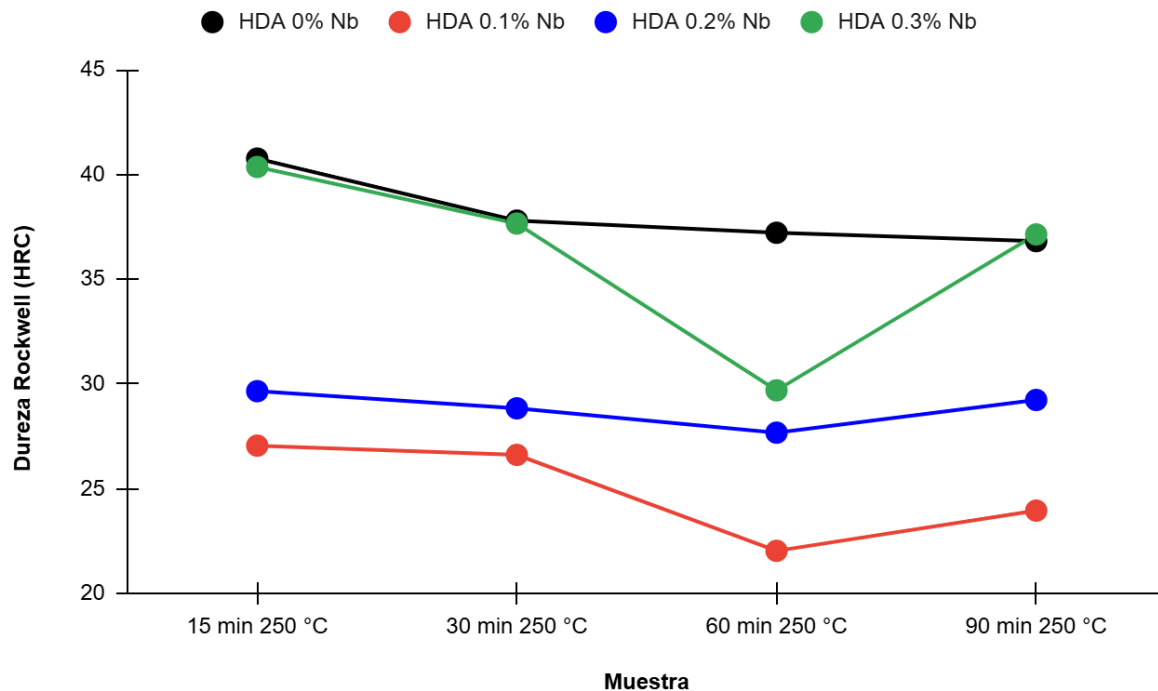


Figura 60. Resultados dureza Rockwell C, muestras tratadas a 250 °C

9.2.2.3.2 DESGASTE

En la figura 61 se observan los resultados de la prueba de desgaste expresados en valores de volumen perdido, el menor volumen perdido se tiene en la muestra con 0.1% Nb a 90 minutos con 1.08 mm^3 este resultado se relaciona con la cantidad de carburos que se adicionan en el material al entrar en la segunda reacción de austemperizado en donde la austenita retenida con alto contenido de carbono se descompone en carburos y ferrita bainítica ambas fases sirven como barrera al movimiento de dislocaciones sumado a la estructura de la ferrita acicular. Asimismo las muestras con niobio muestra una curva de crecimiento en el volumen perdido que alcanza su punto más alto a los 60 minutos con 1.14 , 2.14 y 1.72 mm^3 para 0.1, 0.2 y 0.3% Nb respectivamente para posteriormente a los 90 minutos los valores de volumen perdido disminuyen a 1.08 mm^3 para la muestra con 0.1% Nb, 1.36 mm^3 para 0.2% Nb y 1.41 mm^3 para 0.3% Nb esta mejor resistencia al desgaste se debe

a la formación de bainita (ferrita + carburos) microestructura típica de la segunda reacción de austemperizado.

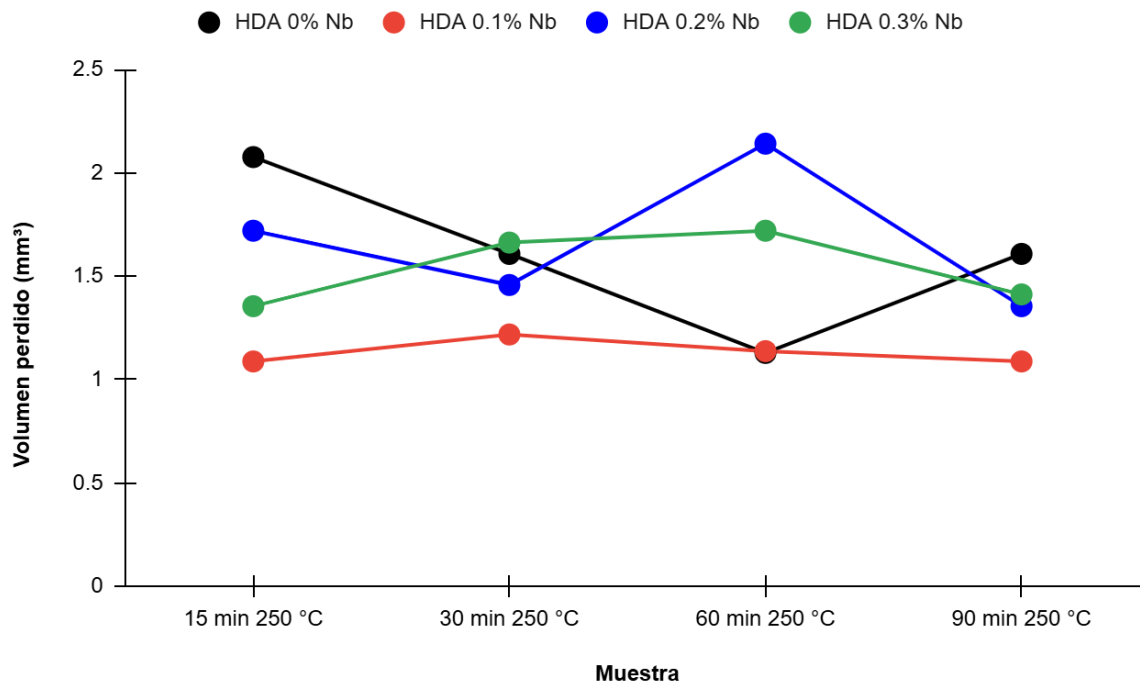


Figura 61. Volumen perdido de los HDA, en función del tiempo de austemperizado.

9.2.2.3.3 IMPACTO

Los resultados de la prueba de impacto Charpy se muestran en la figura 62, en la aleación sin niobio se observa que no existe una modificación marcada en la energía de impacto, para la muestra con 0.1% Nb se tiene una tendencia en la que la energía de impacto aumenta conforme avanza el tiempo de austemperizado esto se debe a una mayor cantidad de austenita con alto contenido de carbono que es una fase que disipa mejor la energía a lo largo de la matriz metálica, los mejores valores de

energía de impacto se tienen en las muestras con 0.2% Nb debido primordialmente a un balance entre la cantidad de NbC y de austenita retenida con alto contenido de carbono, los carburos actúan como sitios de iniciación de grietas lo que facilita la propagación de las mismas por otro lado la austenita al ser una fase con mejor ductilidad y menor dureza facilita la disipación de la energía entre la interfase austenita-nódulo.

Sin embargo, la aleación con 0.3% Nb sus valores de impacto son menores en relación a los HDA's con 0.1 y 0.2% Nb en todos los tiempos de austemperizado esta condición se debe a una mayor precipitación de carburos que generan una mayor cantidad de discontinuidades en la matriz que sirven como sitios de nucleación de grietas y reducen la absorción de energía durante la fractura.

En general, los resultados indican que existe un contenido óptimo de Nb (~0.2%) que maximiza la resistencia al impacto al equilibrar la microestructura ausferrítica y la precipitación de carburos. Contenidos inferiores no generan suficiente refinamiento, mientras que contenidos excesivos promueven fragilización por la formación de carburos secundarios [136].

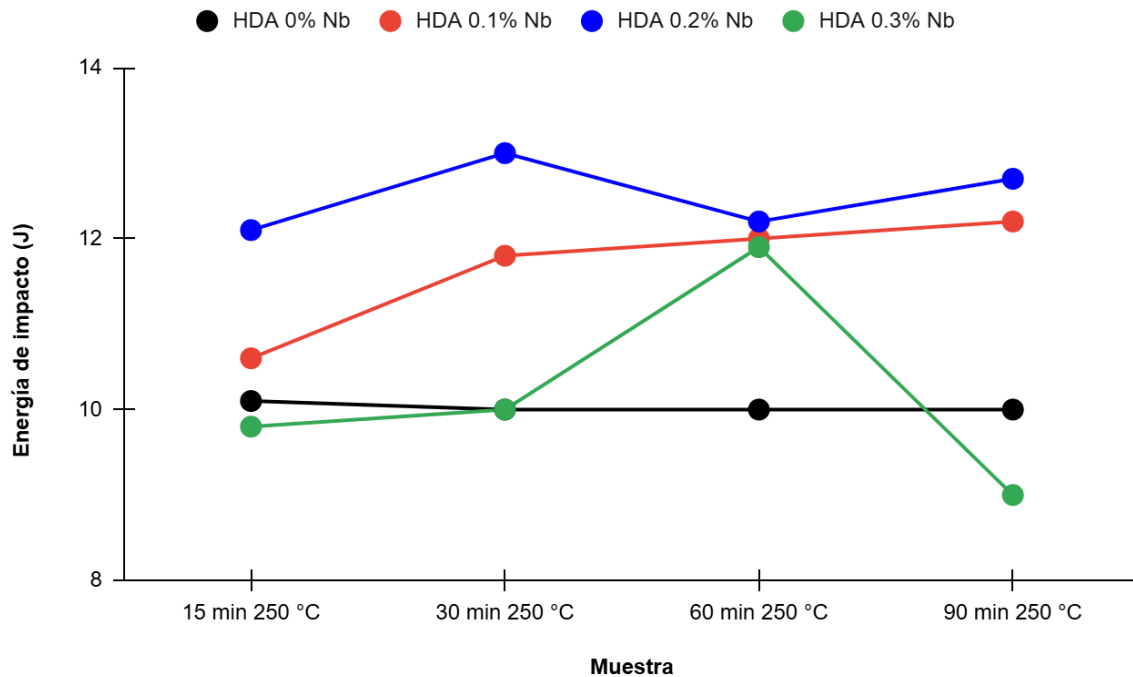


Figura 62. Resultados de energía de impacto Charpy muestras tratadas a 250 °C.

9.2.2.3.4 Tensión

Las curvas esfuerzo-deformación obtenidas para el hierro dúctil austemperizado a 250 °C muestran un comportamiento característico de HDA de baja temperatura donde se obtiene una microestructura de ausferrita fina con elevada resistencia mecánica y una limitada ductilidad como se muestra en la figura 63. En las curvas se puede observar una región elástica pronunciada, un elevado límite elástico y baja deformación total, en comparación con los HDA a mayores temperaturas (mayor a 300 °C) se tiene mayor resistencia última a la tensión, mayor límite elástico pero una menor elongación del material.

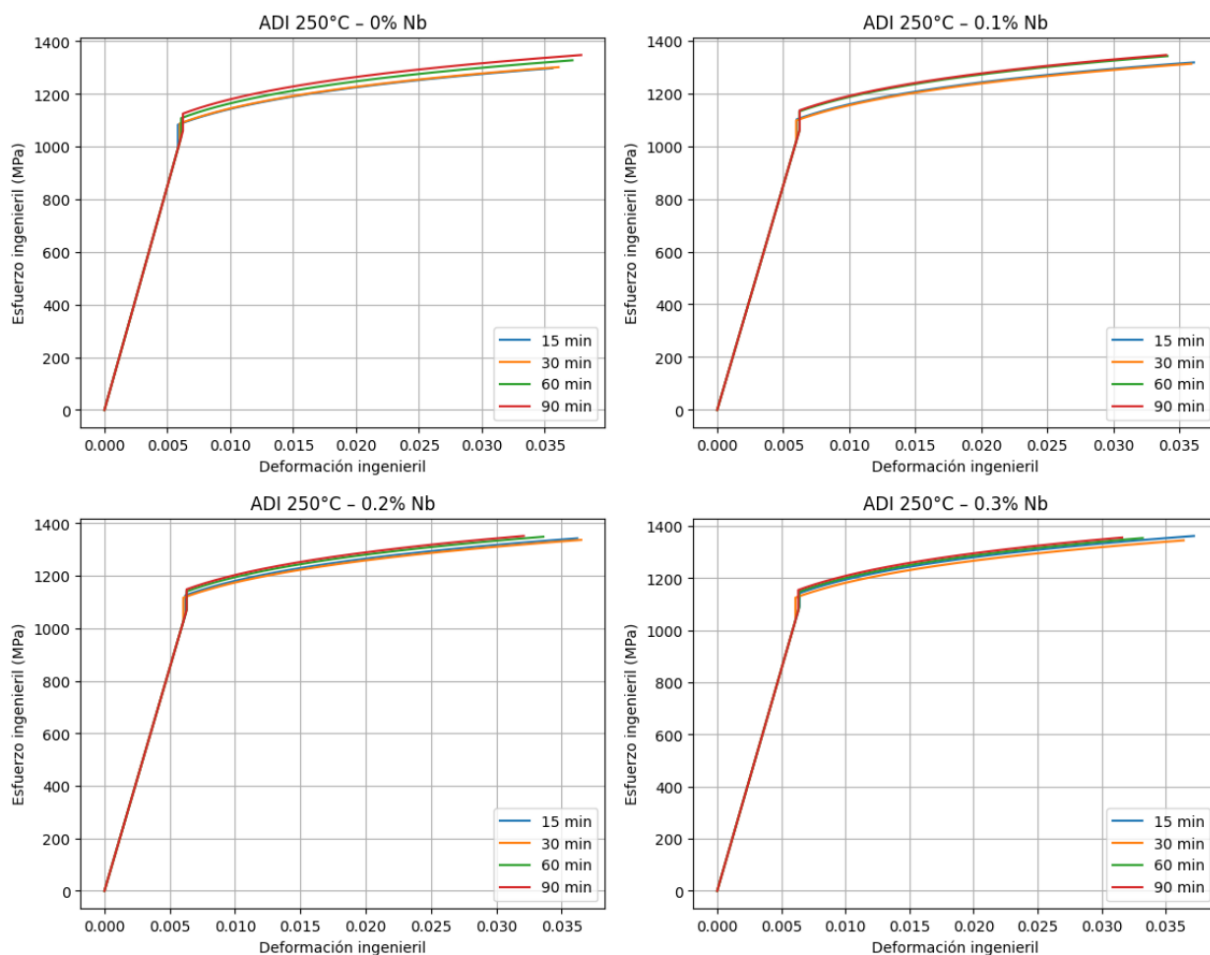


Figura 63. Curvas esfuerzo-deformación de los HDA tratados a 250 °C.

Los resultados de la resistencia última a la tensión en función del tiempo de austemperizado y del contenido de Nb se muestran en la figura 64 donde el contenido de niobio controla la resistencia del material principalmente por la refinación de la ferrita acicular y la evolución de la fracción y estabilidad de la austenita retenida con alto contenido de carbono.

La evolución de la resistencia última a la tensión está gobernada por la cinética de reacción del austemperizado. La adición de niobio intensifica el refinamiento microestructural y actúa como sitios de nucleación para la ausferrita, eso aunado a la precipitación de NbC generan un incremento sistemático en la resistencia mecánica. La ligera reducción que se tiene a los 30 minutos para las muestras con

contenido de niobio se debe a la mayor fracción de austenita retenida con alto contenido de carbono la cual es una fase con menor resistencia mecánica pero mayor ductilidad ya que esta fase facilita el movimiento de dislocaciones, al pasar a 60 y 90 minutos respectivamente se tiene un incremento en la resistencia debido a la redistribución del carbono a fases con mayor resistencia mecánica como la bainita (ferrita + carburos).

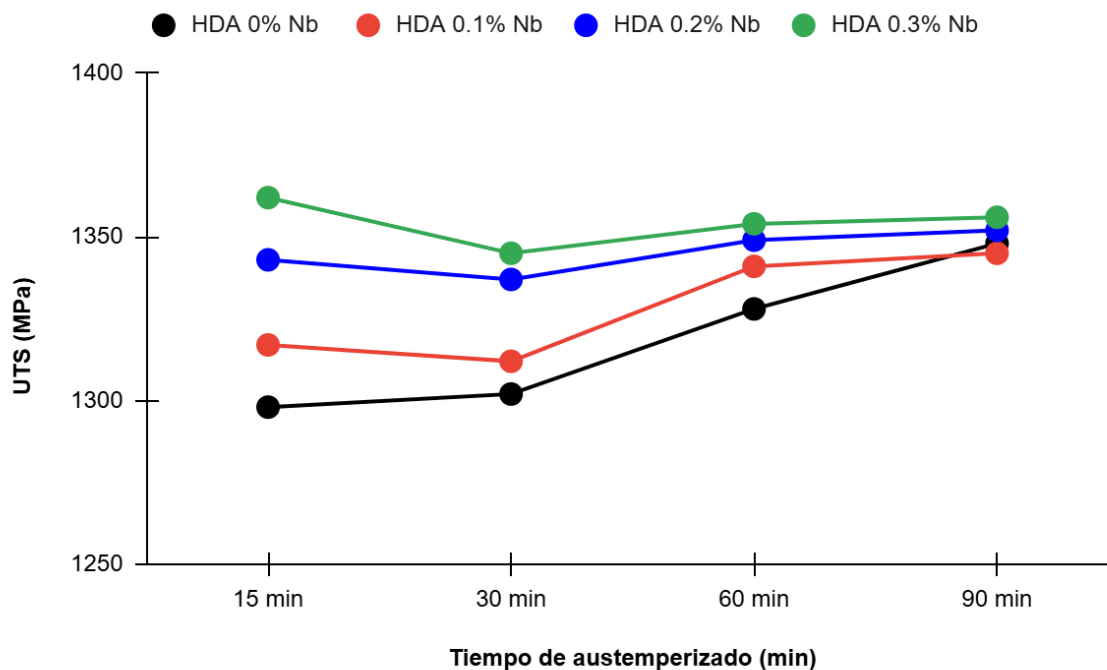


Figura 64. Resultados de la resistencia última a la tensión de los cuatro HDA a 250 °C.

En la figura 65 se tiene la evolución del límite elástico en función del contenido de Nb en el hierro dúctil y el tiempo de austemperizado refleja la dependencia de la resistencia inicial a la deformación plástica con la refinación microestructural y la densidad de interfaces ferrita-austenita retenida con alto contenido de carbono generadas durante la transformación cinética de la austenita a bajas temperaturas de austemperizado.

Las muestras si niobio presentan los menores límites elásticos esto se debe a la menor cantidad de carburos que actúan como puntos de reforzamiento del material e inhiben el movimiento de dislocaciones así mismo conforme el tiempo de austemperizado es mayor, genera un aumento en el límite elástico del material debido al aumento de densidad interfase y formación progresiva de ferrita bainítica fina lo que incrementa el número de obstáculos al movimiento de dislocaciones y una reducción de la fracción efectiva de matriz deformable.

Las muestras aleadas con niobio presentan un mayor límite elástico conforme el porcentaje de Niobio aumenta en la muestra esto se debe a la mayor presencia de NbC el cual incrementa la resistencia mecánica. De igual forma las muestras tratadas a 30 minutos presentan un menor límite elástico para que posteriormente aumente a 60 y 90 minutos este fenómeno físico se debe a la cinética de austemperizado, a los 30 minutos se tiene el final de la primera etapa donde se tiene el mayor porcentaje de austenita retenida con alto contenido de carbono, en dicha etapa se tiene una menor densidad efectiva de interfaces ferrita-austenita y una relajación parcial de tensiones internas, para que a los 60 y 90 minutos se tenga la segunda etapa de austemperizado donde exista un mayor porcentaje de bainita la cual contiene fases de carburos y ferrita, aumentando la resistencia mecánica del material.

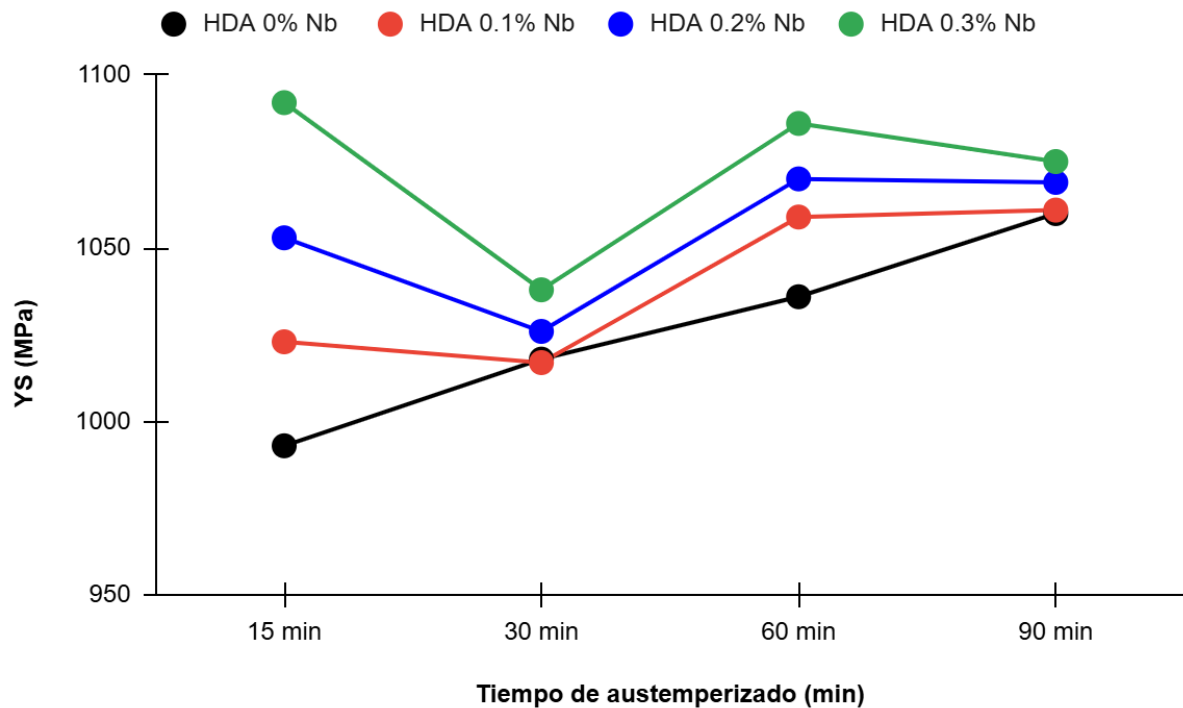


Figura 65. Límite elástico de las cuatro aleaciones en función del tiempo de austemperizado.

La variación en el porcentaje de elongación de los hierros dúctiles austemperizados tratados a 250 °C en función del tiempo y contenido de niobio se muestra en la figura 66. La evolución de la elongación en ADI austemperizado a 250 °C está gobernada por la interacción entre la refinación microestructural ausferrítica, la estabilidad mecánica de la austenita retenida y el endurecimiento por precipitación inducido por Nb. El máximo de elongación observado a 30 min en las aleaciones con Nb corresponde a una condición microestructural metaestable caracterizada por una fracción óptima de austenita retenida enriquecida en carbono que favorece el mecanismo TRIP y la deformación homogénea. La disminución posterior de la elongación a tiempos mayores se asocia con la transformación parcial de la austenita retenida, el incremento de la densidad interfacial ferrita–austenita y el endurecimiento por precipitación, lo que limita la capacidad de deformación plástica y consolida el carácter de ADI de alta resistencia.

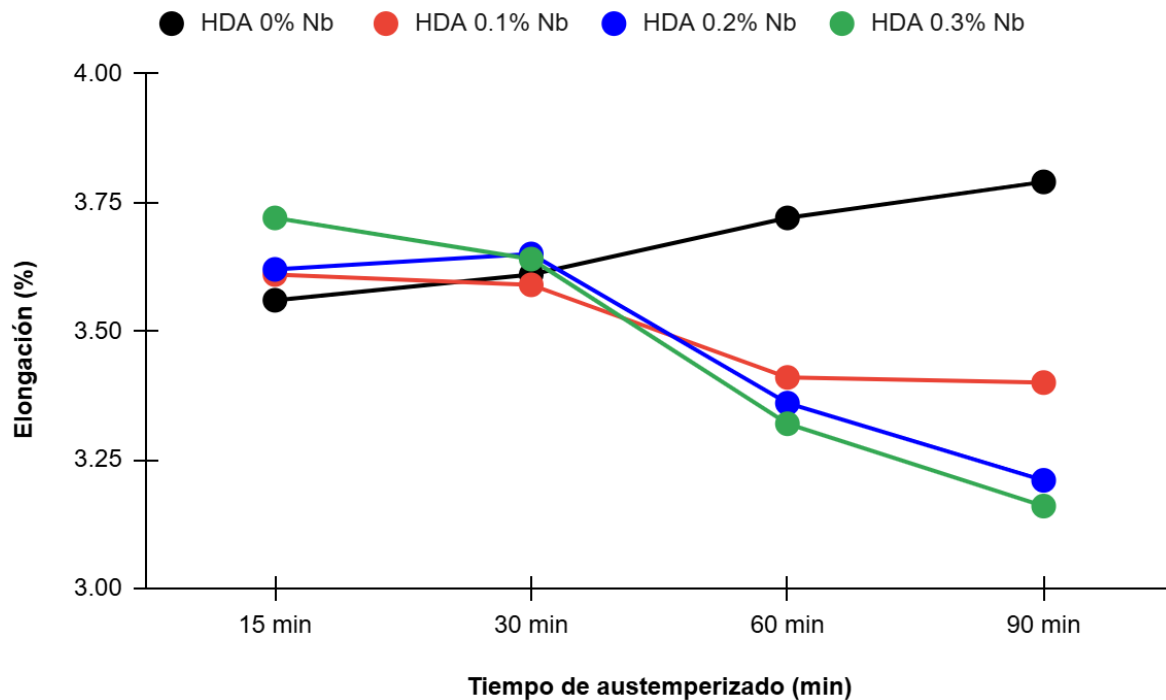


Figura 66. Porcentaje de elongación de los cuatro HDA tratados a 250 °C.

9.2.3 Tratamiento térmico de austemperizado a 300°

9.2.3.1 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL

El tratamiento térmico de austemperizado a 300 °C provoca una descomposición mayor de austenita con respecto a los 250 °C, produciendo mayor ausferrita gruesa como se muestra en la figura 67, la cual consiste en agujas más gruesas en la ferrita acicular y bloques de austenita retenida con alto contenido de carbono más extensos, lo cual modifica las propiedades mecánicas del material, la adición de niobio propicia un refinamiento por carburos de niobio que es provocado por la precipitación de NbC en el límite de grano de la fase austenítica restringiendo el crecimiento de granos y favoreciendo la nucleación de ferrita acicular, así mismo la adición de niobio provoca un retardo en la descomposición de la austenita, teniendo

una fase de austenita con mayor cantidad de carbono retenido y más estable, aumentando la tenacidad del material.

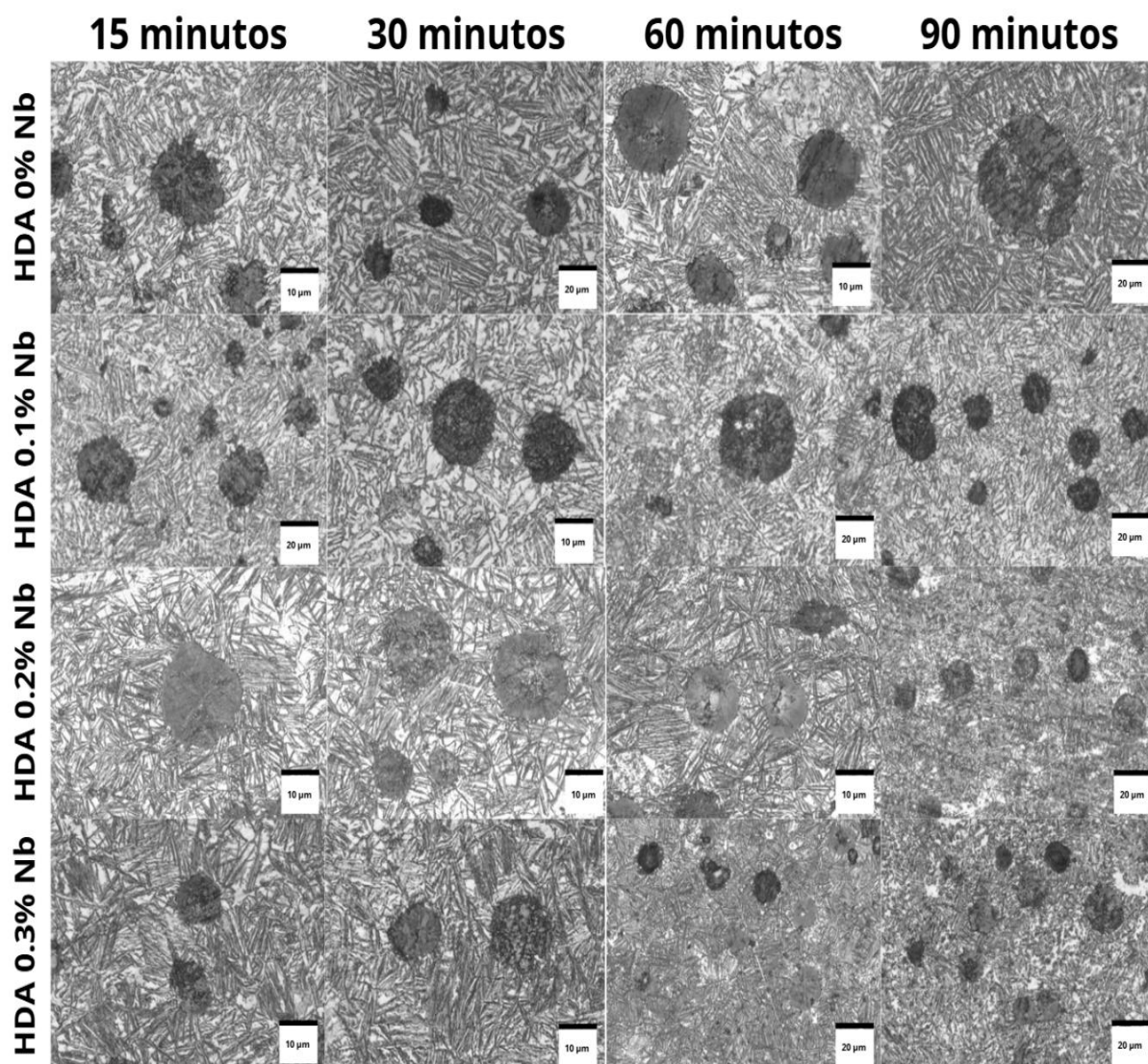


Figura 67. Microestructuras de los HDA tratados a 300 °C en función del tiempo de austemperizado.

9.2.3.2 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Los difractogramas de las muestras tratadas a 300 °C se observan en la figura 68, al realizar el análisis de los patrones de difracción se observa que las muestras tratadas a 300 °C cambian con respecto a la temperatura de 250 °C, primordialmente se tiene una menor intensidad en los picos correspondientes a la

ferrita y mayor intensidad a los picos pertenecientes a la austenita retenida con alto contenido de carbono, propiciado a que a 300 °C la difusión del carbono es más activa, lo que propicia una austenita remanente con mayor cantidad de carbono, de igual forma el enriquecimiento de carbono en la fase de austenita expande el parámetro de red provocando un deslizamiento de los picos en comparación con los que se tienen a 250 °C.

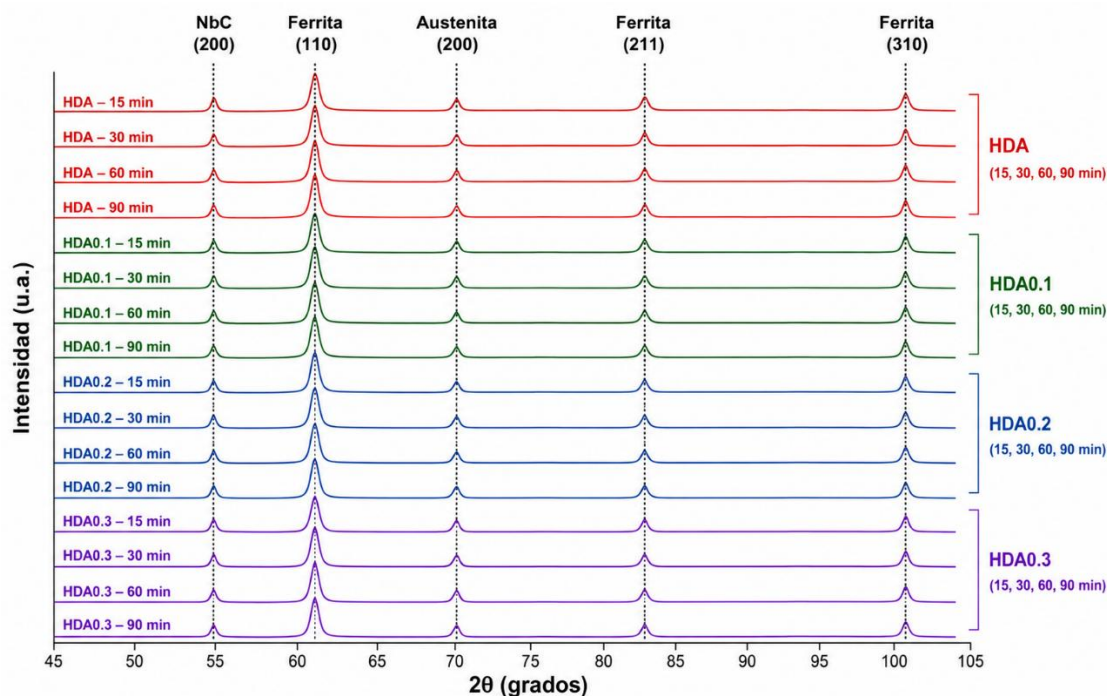


Figura 68. Difractogramas de los HDA a 300 °C de austemperizado.

En la figura 69, se muestra la cuantificación de austenita retenida con alto contenido de carbono a los 300 °C de austemperizado y diferentes porcentajes de niobio, se observa que de manera general la cantidad de austenita es mayor con respecto al tratamiento realizado a 250 °C teniendo el valor más alto a 30 minutos con 0.3% Nb (42.49%) esto se debe principalmente a dos factores el primero es que a mayor temperatura de austemperizado la difusión del carbono es mayor, el carbono expulsado por la ferrita es tomado por la austenita propiciado un mayor contenido de C y mejorando la estabilidad de la austenita retenida. El segundo factor es propiciado por la adición de Nb debido a la precipitación de NbC en las interfases

reducen la velocidad de crecimiento de placas de ferrita e inhibe la transformación de austenita a ferrita lo que induce a una mayor fracción de austenita retenida con alto contenido de carbono, de igual forma se observa que las muestras con adición de niobio presenta el mayor porcentaje de austenita retenida a los 30 minutos de tratamiento con respecto a la muestra sin niobio que tiene su mayor porcentaje de austenita (35.61%) a los 60 minutos esto debido a los cambios en la cinética de formación de la austenita retenida por acciones de los NbC que crecen los límites de grano limitando el crecimiento de la ferrita y aumentando la austenita remanente que se estabiliza con la adición de carbono.

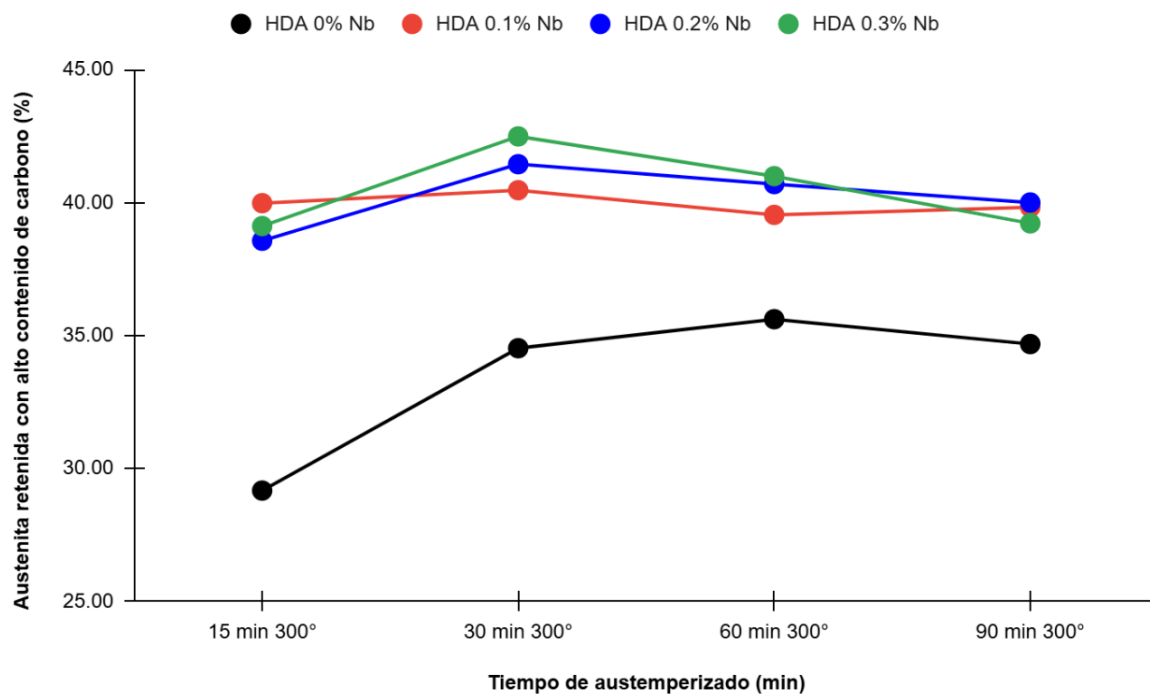


Figura 69. Porcentaje de austenita retenida con alto contenido de carbono de los HDA a 300 °C en función del tiempo y contenido de niobio.

9.2.3.3 PROPIEDADES MECÁNICAS

9.2.3.3.1 DUREZA

Los resultados de los ensayos de dureza se muestran en la figura 70, En la muestra si Nb se tiene un descenso gradual de la dureza que llega hasta los 60 minutos, esto se relaciona con la cantidad de austenita retenida con alto contenido de carbono que aumenta gradualmente hasta llegar a su porcentaje máximo a los 60 minutos (35.61%), este comportamiento se debe a que la austenita retenida al tener una estructura cristalina cúbica centrada en las caras, posee un mayor número de sistemas de deslizamiento con respecto a la ferrita acicular, esto provoca una mayor facilidad en el movimiento de dislocaciones y reduce la resistencia al deslizamiento plástica, posteriormente a los 90 minutos la dureza aumenta ligeramente (32.16 HRC) debido a que este tiempo ya se encuentra la segunda reacción de austemperizado, en el que la austenita retenida se descompone en ferrita bainítica y carburos, ambas fases con una mayor dureza que la austenita retenida. Las aleaciones con 0.1 y 0.2% Nb presentan una menor dureza que la aleación con 0% Nb esto se debe al mayor porcentaje de austenita retenida con alto contenido de carbono debido a los mecanismos de formación que produce los NbC, en lo que respecta a estas dos aleaciones las muestras con 0.2% Nb tienen mayor dureza con respecto a las que contienen 0.1% Nb debido a la mayor cantidad de NbC que se tienen estos carburos tienen una dureza mayor con respecto a las demás fases, además actúan como barreras para el movimiento de dislocaciones aunado a la distribución que tienen los NbC en la matriz del material. Finalmente, con 0.3% Nb la dureza es mayor con relación a las muestras con 0.1 y 0.2%, lo que muestra que el Nb propicia la formación de NbC aumentando la dureza compensando el efecto de una mayor formación de austenita retenida con alto contenido de carbono.

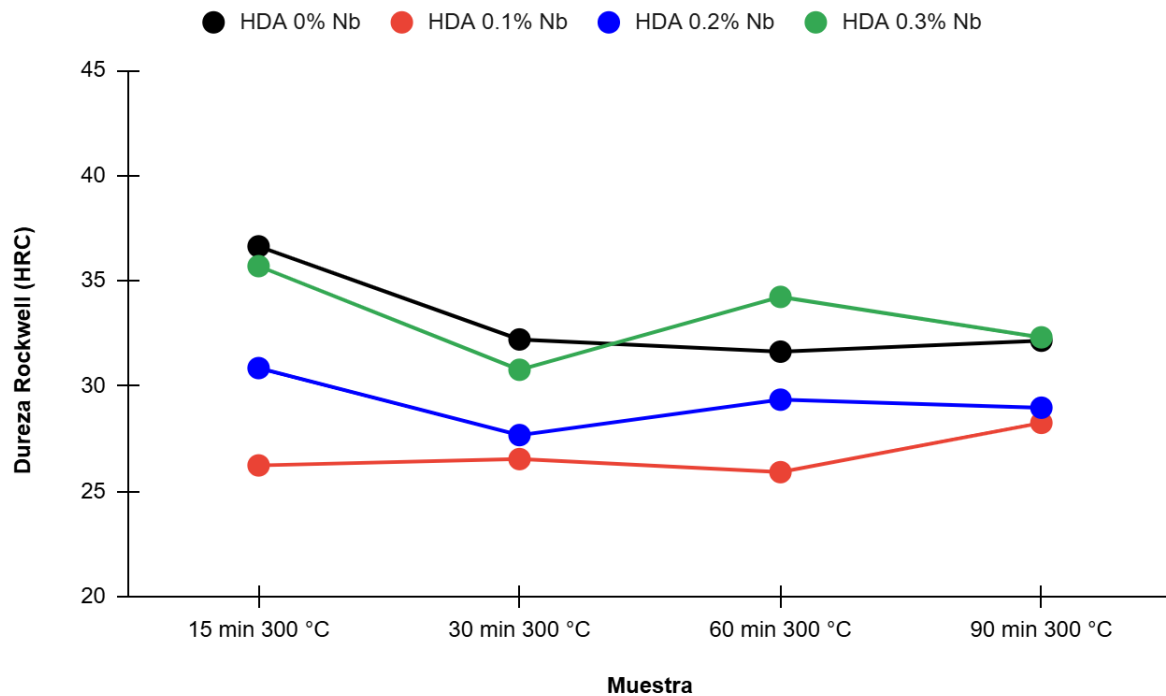


Figura 70. Resultados dureza Rockwell de los HDA tratados a 300 °C.

9.2.3.3.2 DESGASTE

Los resultados de volumen perdido en las pruebas de desgaste se observan en la figura 71, el material que menos volumen pierde son aquellas pertenecientes a la aleación con 0.1% Nb encontrando el menor volumen perdido a 15 minutos con 1.17 mm³, debido a una combinación de dos factores el primero la menor cantidad de austenita retenida con alto contenido de carbono con respecto a las otras dos aleaciones con niobio, al tener un menor porcentaje de esta fase se aumenta el porcentaje de ferrita acicular que está formada por agujas entrecruzadas que generan una microestructura densa y trabada, esta morfología inhibe la formación de surcos generados por la función abrasiva de la prueba de desgaste, esto con una proporción de NbC se tiene un mayor bloqueo de formación de surcos debido a que los NbC refuerzan la superficie del material y dificultan el microcorte por el mecanismo de desbaste [137]. En contraste la muestra que mayor volumen pierde al momento de la prueba de desgaste es a 15 minutos con 0% Nb, esto es derivado

de la ausencia de NbC que son partículas duras que protegen contra el desgaste [138].

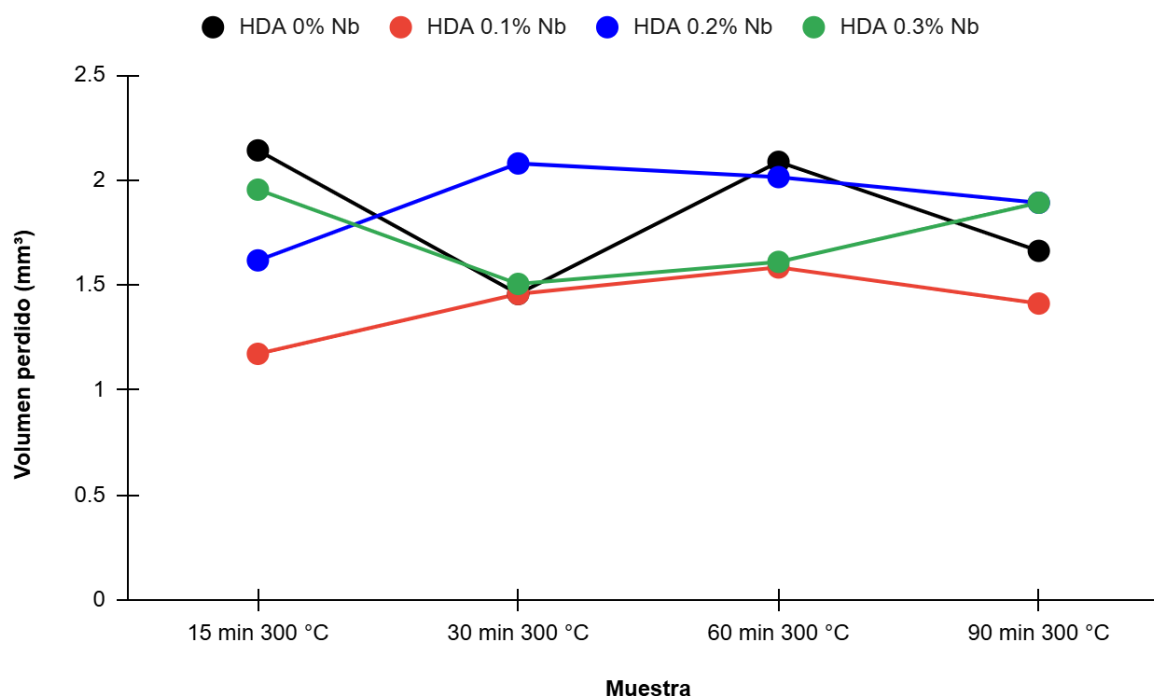


Figura 71. Volumen perdido por la prueba de desgaste de los HDA a 300 °C de austemperizado.

9.2.3.3.3 IMPACTO

En la figura 72, se muestran los resultados de la prueba de impacto Charpy, la mayor energía al momento de la fractura se registra en la muestra con 0.2% Nb a 60 minutos con 15 J, mientras que la menor energía absorbida fue a los 90 minutos con 0.3% Nb con 9.9 J, los valores elevados de la aleación con 0.2% Nb se debe a una combinación entre la ferrita acicular, la austenita retenida y los carburos de niobio, favoreciendo la absorción de energía, una mayor cantidad de austenita retenida propicia una mayor energía absorbida. Por el contrario, con 0.3% Nb se tienen los valores más bajos, aunque es el material con mayor cantidad de austenita retenida con alto contenido de carbono se tiene también la mayor cantidad de carburos que son sitios de iniciación para grietas además de un menor conteo

nodular y un ligero mayor tamaño de nódulo con respecto a la muestra con 0% Nb propicia menos sitios de barrera ante la disipación de la energía produciendo valores bajos de energía de impacto.

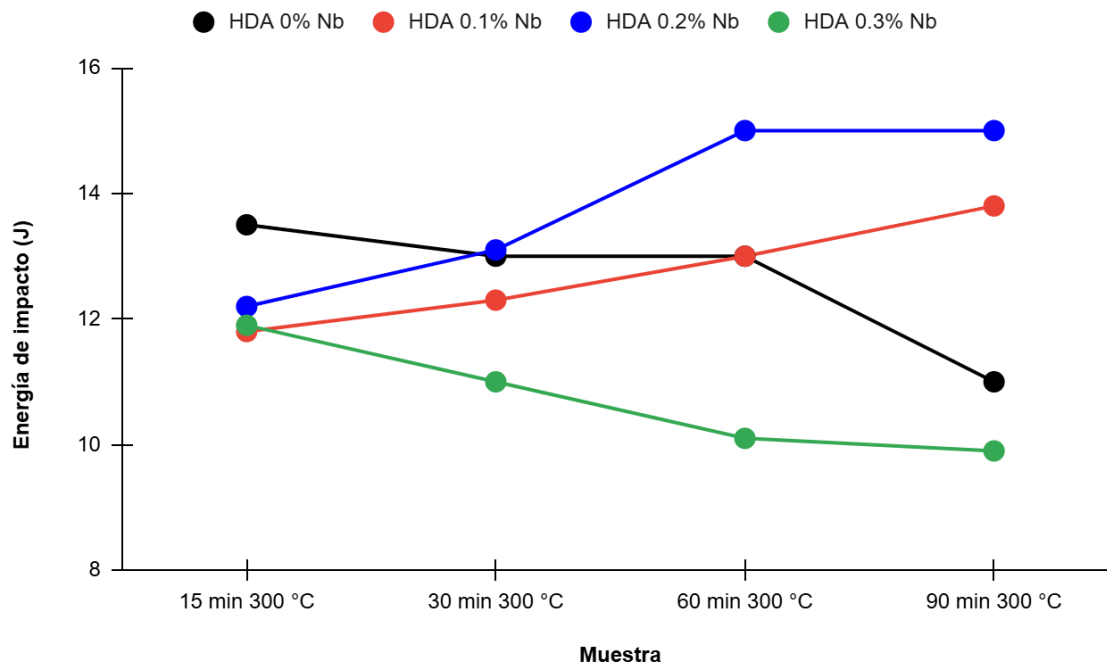


Figura 72. Resultados de prueba impacto Charpy de las muestras tratadas a 300 °C.

9.2.3.3.4 TENSIÓN

En la figura 73 se observan las curvas esfuerzo deformación de los hierros dúctiles austemperizados a 300 °C con los diferentes contenidos de niobio (0, 0.1, 0.2 y 0.3% Nb). La muestra con 0% Nb muestra una resistencia última a la tensión estable 1030-1040 MPa, con un incremento ligero en el porcentaje de elongación pasando de 4.8 a 4.95% y teniendo curvas similares en los diferentes tiempos de tratamiento térmico. La adición de niobio muestra un incremento progresivo en el límite elástico y la resistencia última a la tensión teniendo una máxima ductilidad generalmente a los 30 minutos. En comparación con los tratamientos térmicos realizados a 250 °C

los valores tanto de límite elástico y resistencia última a la tensión son menores debido a que existe una mayor fracción de austenita retenida con alto contenido de carbono propiciando una mayor capacidad de deformación plástica como se ve con el mayor porcentaje de elongación que se tiene a 300 °C en comparación a 250 °C.

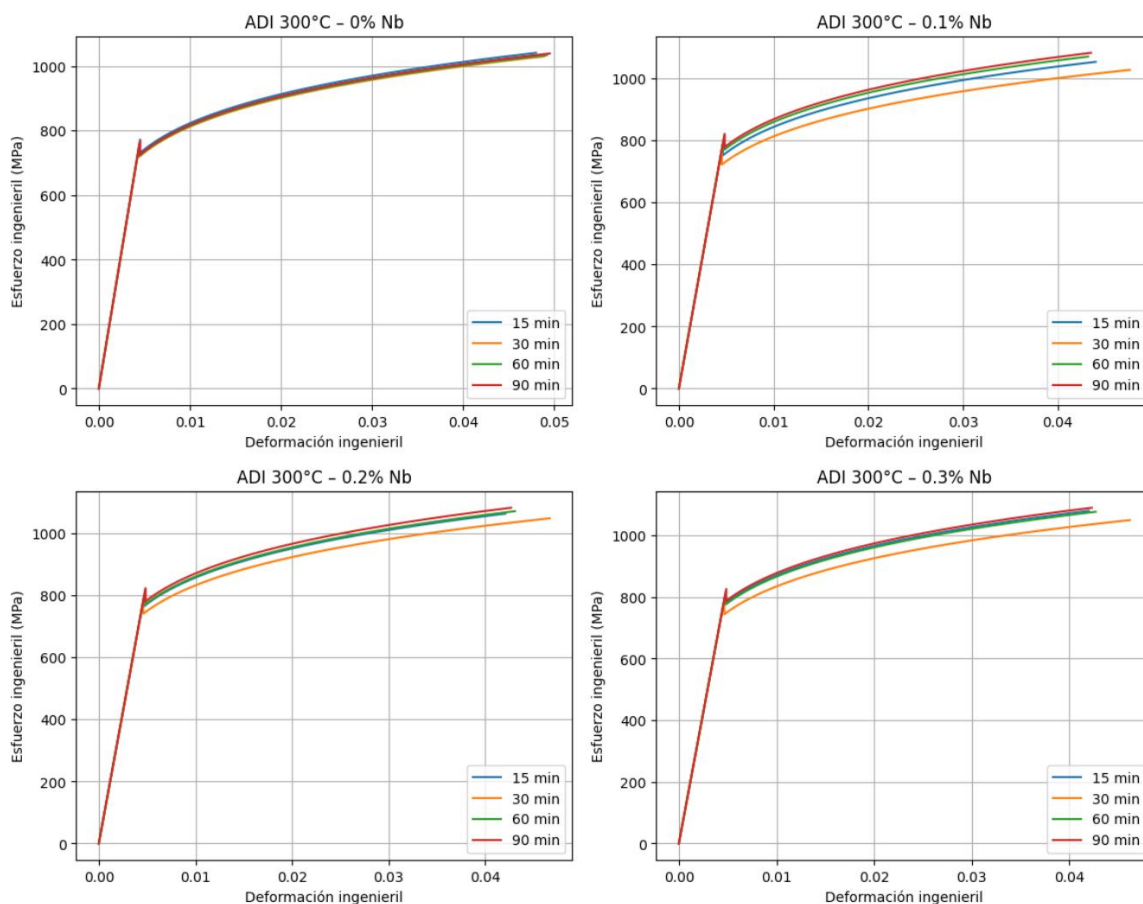


Figura 73. Curvas esfuerzo-deformación de los HDA a 300 °C de austemperizado.

Los resultados de la resistencia ultima a la tensión de las muestras trabajadas a 300 °C se muestran en la figura 74, se observa que los mayores valores se tienen en la muestra con 0.3% Nb, esto se debe a un mayor endurecimiento por precipitación de NbC y mayor densidad de sitios de nucleación los cuales actúan como barreras ante la aplicación de esfuerzos, en contraste las muestras con 0% Nb son los que tienen

menor resistencia última a la tensión debido a que dichas muestras tienen la menor cantidad de carburos propiciado así un material más dúctil.

El comportamiento en “V” observado en las 4 composiciones de manera más marcada en aquellas muestra que contienen niobio se debe a que a los 30 minutos se tiene el mayor porcentaje de austenita retenida con alto contenido de carbono (entre 40 y 43%) lo que propicia que el material tenga un comportamiento más dúctil, conforme avanza el tiempo de tratamiento térmico a 60 y 90 se tiene un descenso en el porcentaje de austenita retenida con alto porcentaje de carbono debido a que esta fase se descompone en ferrita bainítica y carburos metálicos lo que genera un aumento progresivo en la resistencia última a la tensión ya que estas dos últimas fases inhiben el movimiento de dislocaciones.

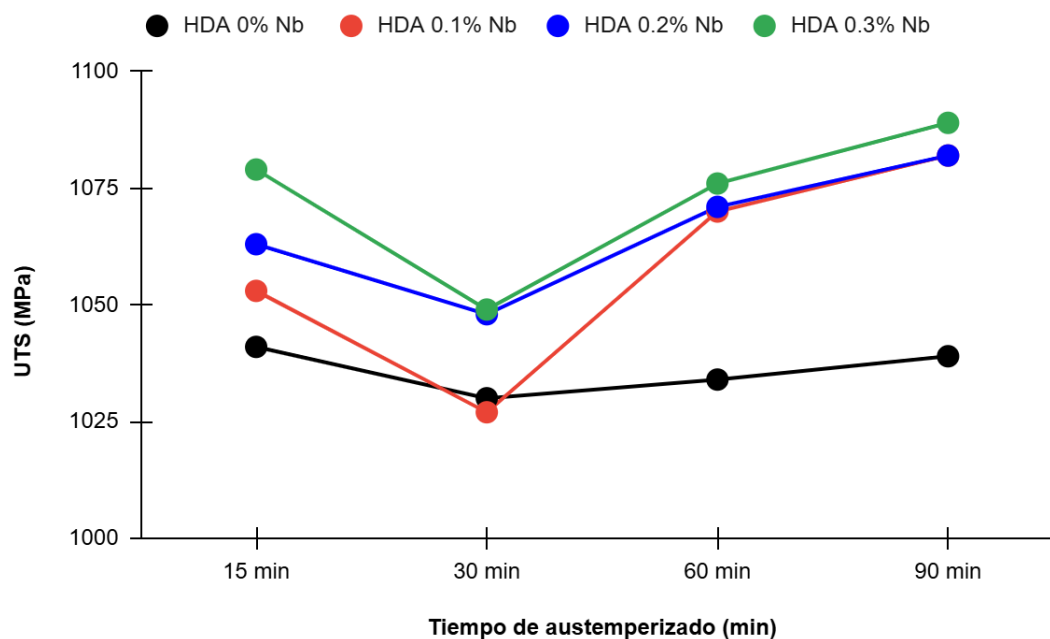


Figura 74. Resistencia última a la tensión de los HDA a 300 °C en función del tiempo de austemperizado.

En la figura 75 se tienen los resultados del límite elástico a 300 °C con los cuatro contenidos de niobio, los valores más bajos en los diferentes tiempos de tratamiento térmico se tienen en las muestras sin contenido de niobio esto se debe a la menor cantidad de carburos generados por el niobio, en contraste los mejores límites

elásticos se tienen en las muestras con 0.3% Nb debido a los mayores contenidos de NbC lo que da un material con mejor resistencia, se observa que conforme aumenta el contenido de niobio aumenta el límite elástico.

En función de los tiempos de austemperizado al igual que en la resistencia última a la tensión se tiene el mismo comportamiento en “V” alcanzado el valor más bajo a los 30 minutos para que progresivamente a los 60 y 90 minutos de tratamiento térmico aumente el límite elástico, dicho comportamiento está regido por el contenido de austenita retenida con alto contenido de carbono siguiendo la regla que a mayor porcentaje de austenita el material presenta menos resistencia.

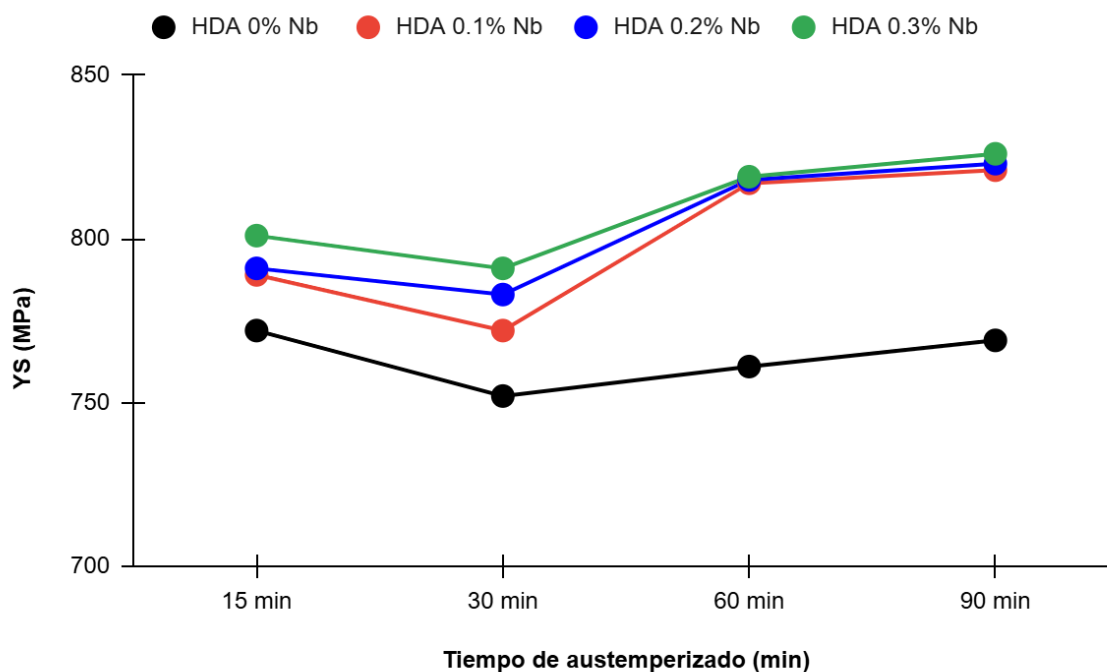


Figura 75. Límite elástico de los HDA tratados a 300 °C.

La figura 76 muestra la variación de la elongación en función del tiempo de austemperizado y el porcentaje de niobio en los hierros dúctiles austemperizado. El material sin Nb presenta la mayor elongación en todos los tiempos de tratamiento térmico alcanzando su valor máximo a 90 minutos con 4.9%, esto se debe a que la ausencia de niobio disminuye la formación de carburos propiciando una menor

restricción al movimiento de dislocaciones y una mayor continuidad de la matriz deformable, caso contrario las muestras que contienen niobio presentan la máxima elongación a los 30 minutos esto se debe a que en este tiempo se alcanza una fracción óptima de austenita retenida con alto contenido de carbono la cual esta fase propicia el movimiento de dislocaciones aumentando la elongación del material, consecuentemente se tiene un descenso en la elongación a los 60 y 90 minutos de tratamiento, esto se atribuye a la descomposición de la austenita retenida para dar como productos ferrita bainítica y carburos lo que incrementa la resistencia local y genera heterogeneidad en la deformación

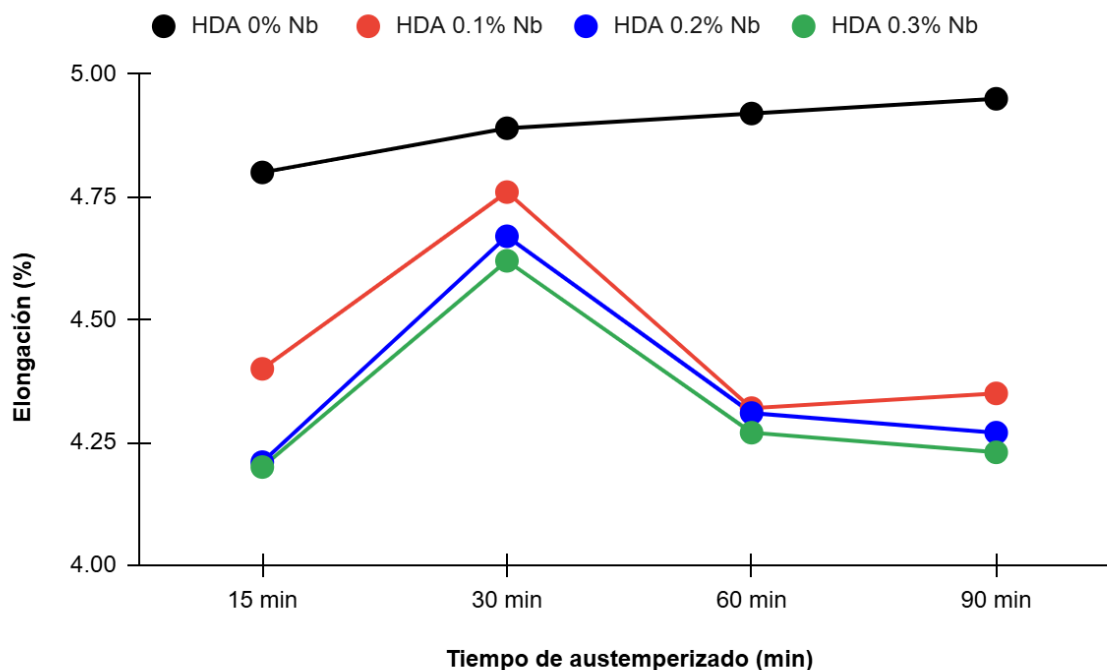


Figura 76. Porcentaje de elongación de los HDA a 300 °C de austemperizado en función del tiempo de austemperizado.

9.2.4 Tratamiento térmico de austemperizado a 350°

9.2.4.1 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL

La temperatura de austemperizado es una variable crítica que controla la morfología y cantidad de ferrita acicular, así como de la austenita retenida con alto contenido de carbono. Para el caso del tratamiento realizado a 350 °C, en la figura 77, se muestran las metalografías de los hierros dúctiles austemperizados a 350°C, siendo visible todavía la ferrita acicular y la austenita retenida con alto contenido de carbono. Como ya se observó en el cambio de temperatura de tratamiento de 250 a 300 °C donde se observa un ligero crecimiento en las agujas de ferrita acicular, así como un aumento significativo en el porcentaje fase de austenita retenida. Al aumentar la temperatura a 350 °C, la ferrita acicular aumenta notablemente su longitud y espesor, con arreglos menos compactos a diferencia de menores temperaturas y la austenita retenida aumenta su porcentaje de volumen en comparación con 250 y 300 °C, esto propiciado por las condiciones termodinámicas y cinéticas dadas a 350 °C, donde se tiene una mayor difusión del carbono permitiendo que se difunda más rápido hacia la austenita, estabilizándola y evitando su transformación en ferrita, a temperaturas bajas de austemperizado (250-300 °C) la nucleación de ferrita acicular es mayor, lo que genera agujas más finas y densamente distribuidas lo que no ocurre a temperaturas altas de austemperizado (≥ 350 °C), donde la velocidad de nucleación es menor pero aumenta la tasa de crecimiento de las agujas ferríticas, generando una ferrita acicular de mayor espesor pero de menor porcentaje volumen [139].

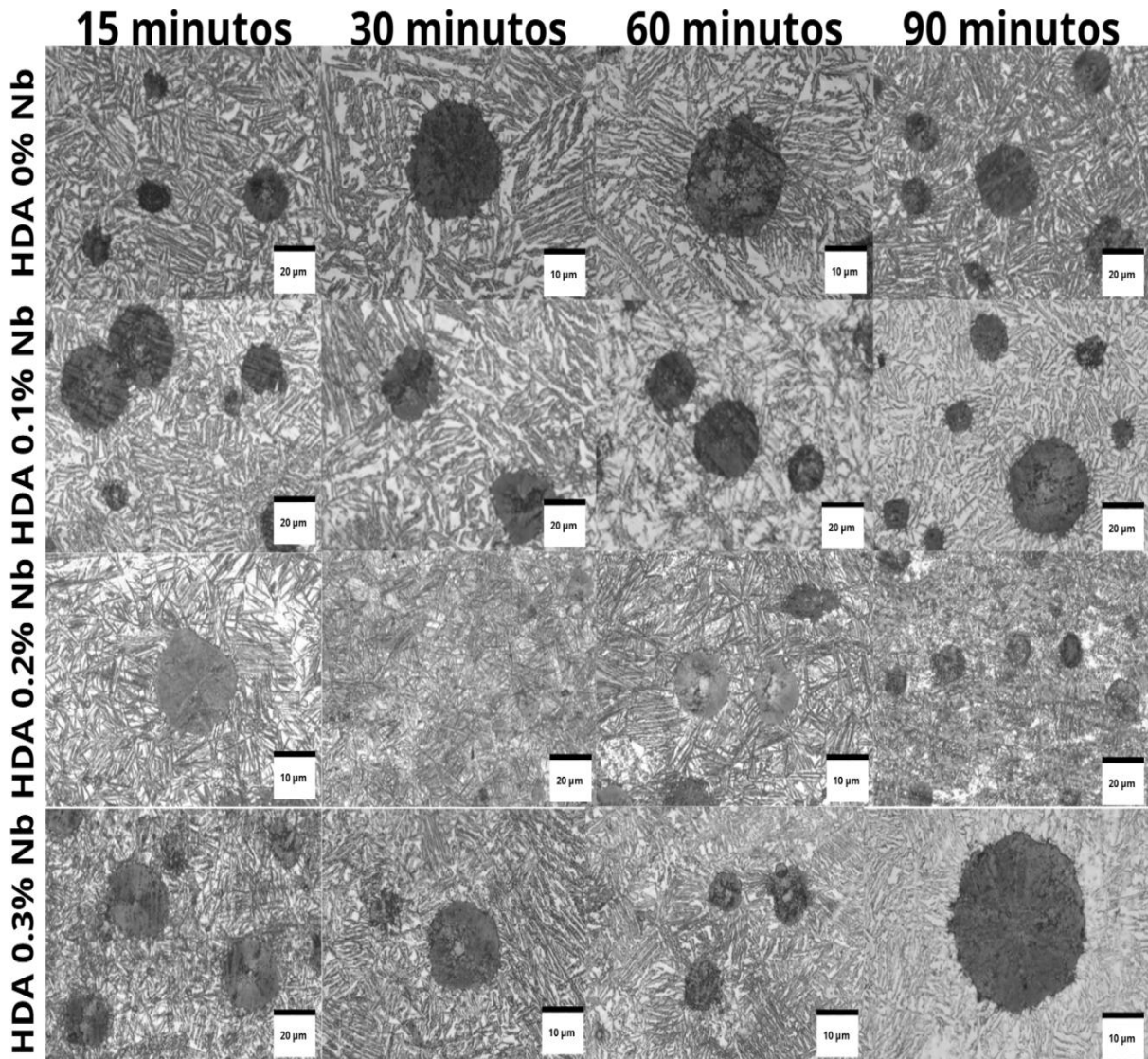


Figura 77. Microestructuras de los HDA a 350 °C en función del tiempo de austemperizado y contenido de niobio.

9.2.4.2 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La figura 78, muestra los diferentes patrones de difracción de los hierros dúctiles austemperizados con diferente composición de niobio, en el que se observa un incremento en la intensidad de los picos pertenecientes a la fase de austenita, confirmando que a esta temperatura se obtiene la mayor fracción de austenita retenida con alto contenido de carbono, así mismo los picos de austenita muestran un ligero ensanchamiento debido al enriquecimiento en carbono propiciado por las

condiciones cinéticas y termodinámicas del tratamiento térmico de austemperizado a elevadas temperaturas, por el contrario la intensidad de los picos pertenecientes a la fase ferrítica es menor en comparación con los tratamientos térmicos trabajados a menor temperatura.

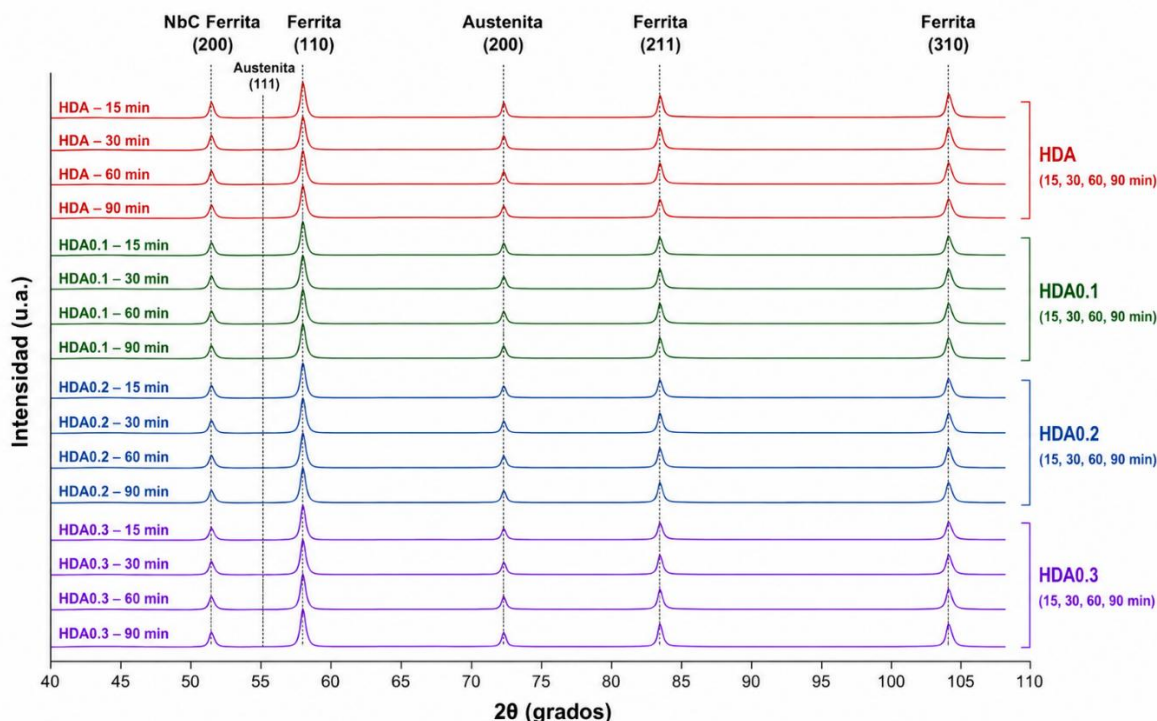


Figura 78. Difractogramas de los HDA tratados a 350 °C.

Los porcentajes de austenita retenida con alto contenido de carbono se pueden visualizar en la figura 79, se observa que en esta temperatura se tienen los mayores porcentajes de austenita en comparación con las temperaturas anteriores (250-300 °C) este comportamiento se da por la mayor movilidad del carbono a altas temperaturas lo que permite estabilizar mayor volumen de austenita, en lo que respecta a esta temperatura prevalece el efecto que a mayor contenido de niobio se tiene el mayor volumen de austenita retenida, en este caso es a los 30 minutos con la muestra con 0.3% Nb (43.62%), esto ocasionado por la cantidad de NbC que limitan el crecimiento de evitando la transformación de austenita a ferrita. De igual forma se observa que en las muestras aleadas con niobio se alcanza el máximo

porcentaje de austenita retenida a los 30 minutos (41.73% para 0.1% Nb, 41.99% para 0.2% Nb y 43.62% para 0.3% Nb) para que a los 60 minutos se tenga un ligero descenso en el porcentaje de austenita (39.67% para 0.1% Nb, 39.77% para 0.2% Nb y 41.91% para 0.3% Nb) esto se debe a que la ventana óptima de proceso se logra a los 30 minutos, posteriormente se da inicio con la segunda reacción de austemperizado donde se da la transformación de austenita retenida a ferrita bainítica y carburos, para la muestra sin niobio la ventana óptima de proceso se da a los 60 minutos (39.96%) y la segunda reacción se tiene a los 90 minutos (30.70%).

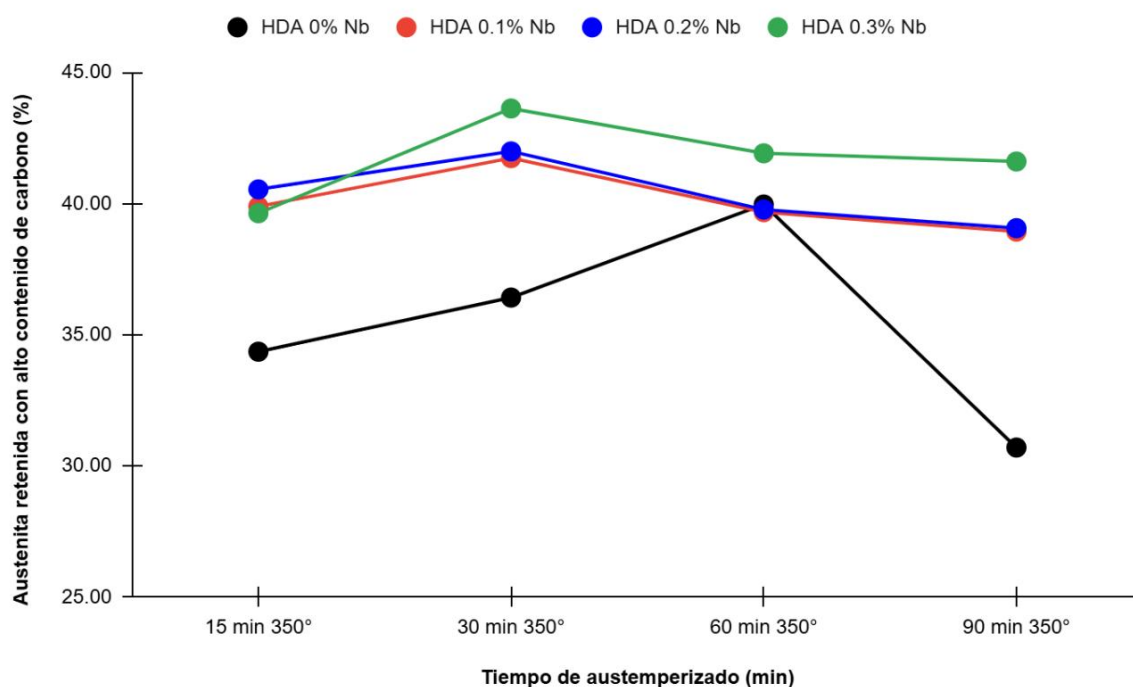


Figura 79. Porcentaje de austenita retenida con alto contenido de carbono de los HDA a 350 °C en función del tiempo.

9.2.4.3 PROPIEDADES MECÁNICAS

9.2.4.3.1 DUREZA

La evolución de la dureza en función del tiempo de austemperizado y contenido de Nb a 350 °C de tratamiento térmico se muestra en la figura 80, dichos resultados

refleja la transformación hacia una microestructura primero con mayor porcentaje de austenita retenida con alto contenido de carbono el cual tiene una menor dureza, para el caso de las muestras con 0.2 y 0.3% de Nb los valores más bajos de dureza se tienen a los 30 minutos (25.76 y 26.78 HRC, respectivamente) para que posteriormente a los 60 y 90 minutos la dureza aumenta progresivamente, esto se debe a que la austenita retenida se transforma en ferrita bainítica y carburos, ambas fases tienen una mayor dureza [140]. Para el caso de las muestras con 0 y 0.1% Nb dicho comportamiento se tiene a los 60 minutos (25.36 y 22.64 HRC, respectivamente) mostrando una demora en el proceso de finalización de la primera reacción de austemperizado y el inicio de la segunda reacción de austemperizado mostrando que a los 90 minutos se tiene el inicio de la segunda ventana de austemperizado [141].

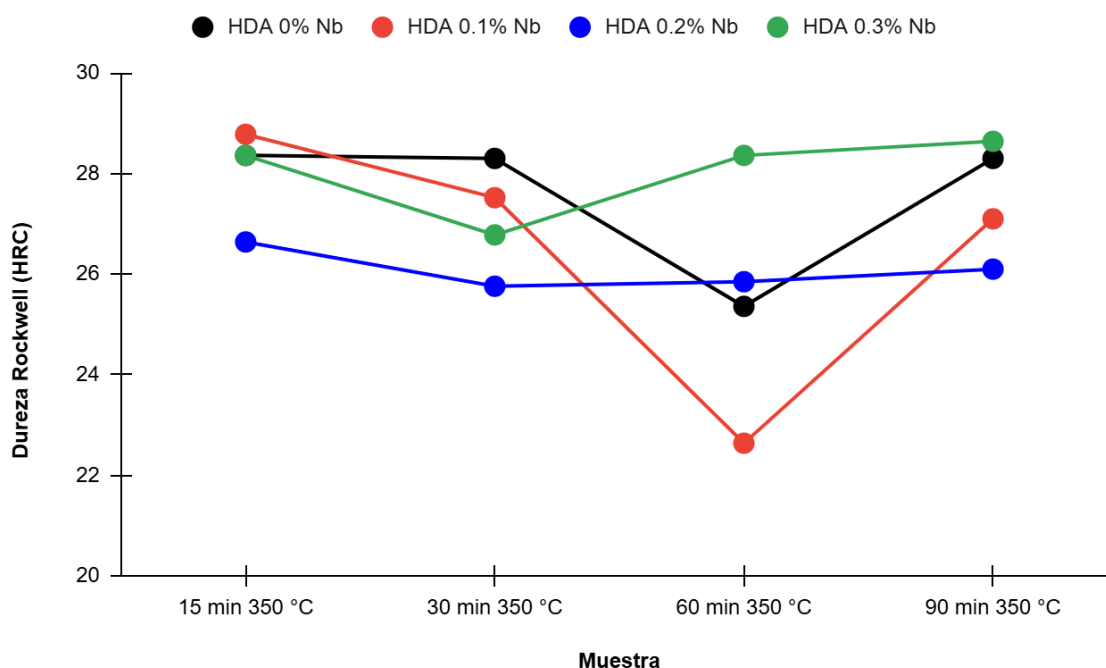


Figura 80. Resultados dureza Rockwell de los HDA a 350 °C de austemperizado.

9.2.4.3.2 DESGASTE

Los diferentes volúmenes perdidos de las muestras tratadas a 350 °C se observan en la figura 81, la muestra con 0.3% Nb presenta un menor volumen perdido en comparación con las demás aleaciones esto se debe al mayor porcentaje de carburos que se tiene en la aleación, los carburos al ser una fase que tiene una estructura cristalina compacta le proporcionan una alta dureza y excelente resistencia a la deformación plástica. En el caso del hierro dúctil austemperizado aleado con 0.2% Nb son los que presentan mayores volúmenes perdidos, esto se debe a una combinación de dos factores I) altos contenidos de austenita retenida con alto contenido de carbono, la cual es una fase con menor dureza y que su estructura cristalina (CCC), posee una alta densidad de planos de deslizamiento lo que la hace susceptible a la deformación plástica y II) su menor cantidad de carburos en comparación con la aleación con 0.3% Nb hace que existan menos barreras físicas frente al movimiento de dislocaciones y la penetración del abrasivo.

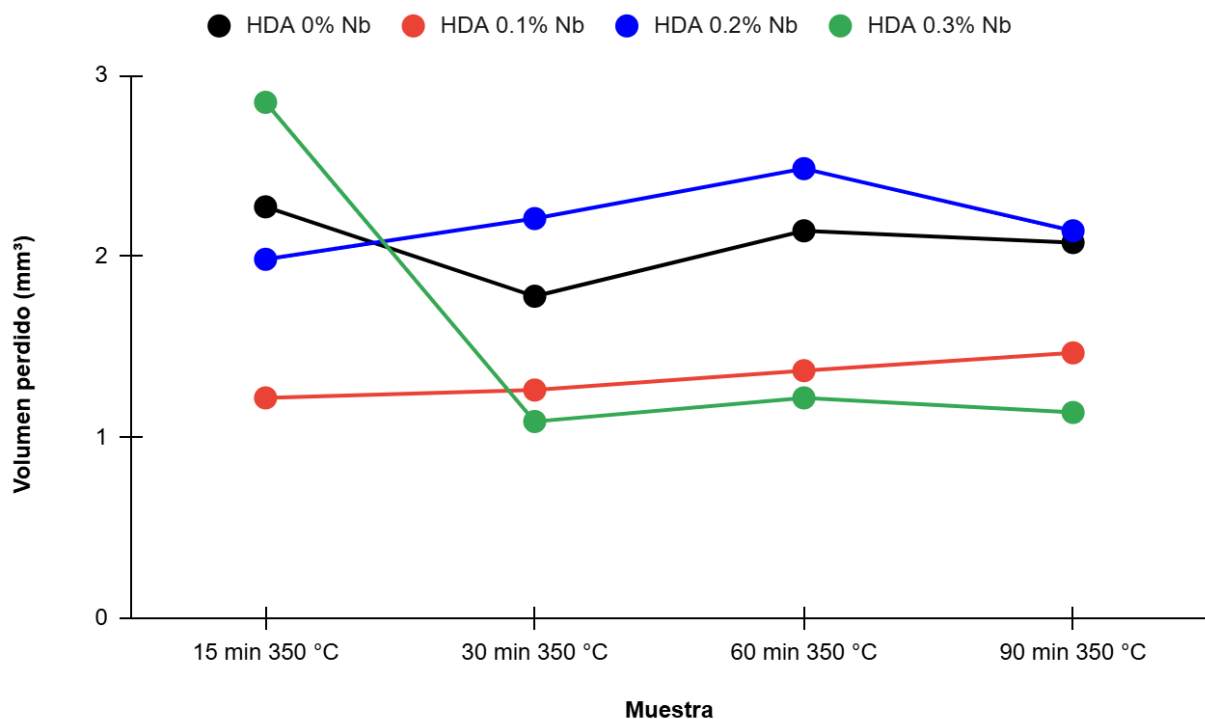


Figura 81. Volumen perdido de los HDA a 350 °C de austemperizado en función del tiempo.

9.2.4.3.3 IMPACTO

Los resultados de la prueba de impacto Charpy se aprecian en la figura 82, se tiene que los mejores resultados de energía de impacto se tiene en la muestra con 0.3% Nb alcanzando su valor máximo a 30 minutos esto se debe a que la proporción de austenita retenida con alto contenido de carbono es de los mayores que se tienen registrados (41.91%) la austenita retenida tiene una mejor dispersión de la energía en la fase nódulo-austenita, mejorando así sus valores, en contraste se observa que a menor porcentaje de niobio la energía de impacto va disminuyendo sus valores esto se debe a que un menor porcentaje de niobio propicia menos cantidad de carburos que sirven como sitios de nucleación para la austenita retenida con alto contenido de carbono y por ende se tiene una mayor proporción de ferrita acicular una fase más frágil y que son iniciadores de grietas donde se inicia la ruptura del material, el valor más bajo de energía de impacto se tiene a los 15 minutos en la muestra con 0% Nb, en el cual predomina una microestructura con mayor porcentaje de ferrita acicular y menor austenita retenida (16.71%). La ferrita acicular debido a su baja capacidad de deformación plástica y su limitada capacidad de absorber y redistribuir la energía al momento de la fractura reduce los resultados considerablemente esto a su estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo, posee un número reducido de sistemas de deslizamiento, lo que inhibe el movimiento de dislocaciones provocando una menor ductilidad.

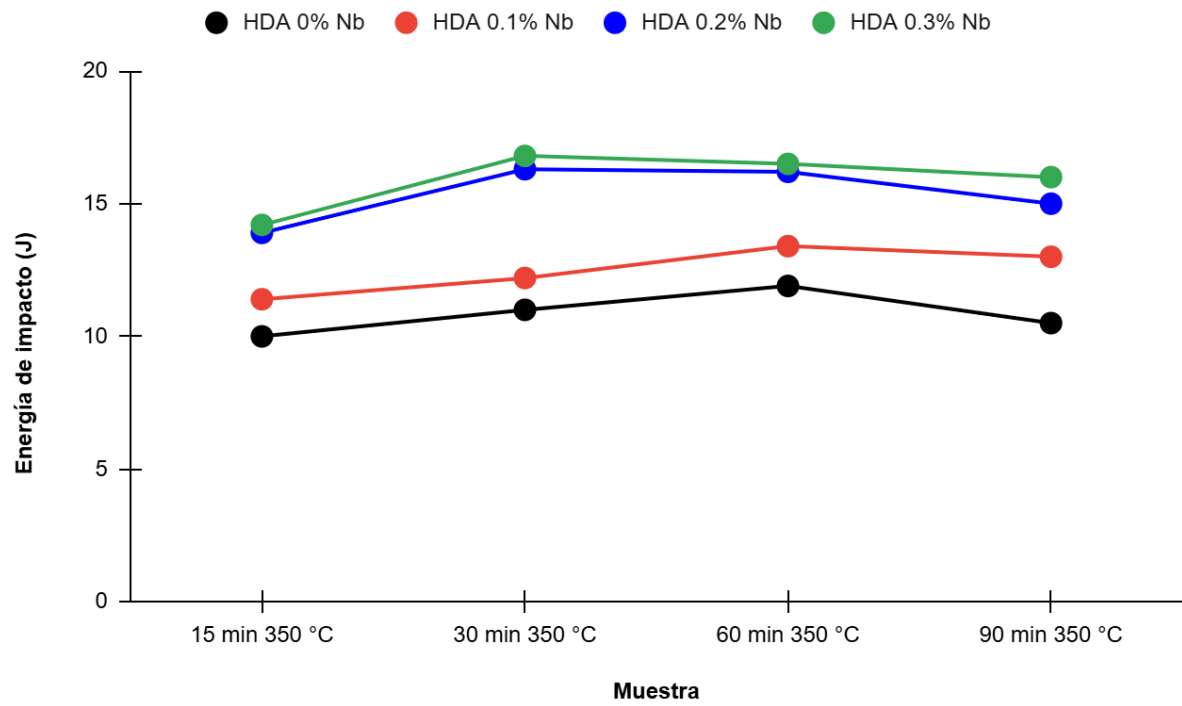


Figura 82. Resultados de energía de impacto Charpy de los HDA tratados a 350 °C de austemperizado.

10. CONCLUSIONES

La presente investigación demostró que la adición de niobio modifica significativamente la evolución microestructural y las propiedades mecánicas del hierro dúctil austemperizado. En condición de colada, el Nb promovió la formación de perlita y carburos, reduciendo la nodularidad y el conteo nodular, lo que evidencia su influencia sobre la solidificación y la microestructura final.

Durante el austemperizado, el niobio favoreció la estabilización de la austenita retenida y aceleró la transformación ausferrítica, atribuyéndose este comportamiento a la formación de precipitados NbC y a su efecto sobre la difusión del carbono. Como consecuencia, se observó un refinamiento microestructural que incrementó la resistencia mecánica y la dureza del material.

Los mayores niveles de resistencia se obtuvieron a 250 °C, debido a la formación de una microestructura ausferrítica fina y al endurecimiento por precipitación inducido por Nb. Por otro lado, los tratamientos realizados a 300 y 350 °C promovieron una mayor fracción de austenita retenida estable, favoreciendo la ductilidad y la absorción de energía durante el impacto.

La respuesta tribológica mostró que la resistencia al desgaste aumentó con el contenido de niobio y con la disminución de la fracción de austenita retenida, siendo las condiciones de austemperizado a 250 °C las más favorables para aplicaciones sometidas a desgaste. Sin embargo, el incremento de dureza asociado a la formación de carburos implicó una reducción de la tenacidad, evidenciando el compromiso entre resistencia al desgaste y comportamiento al impacto.

En conjunto, los resultados confirman que el niobio es un microaleante efectivo para optimizar el balance entre resistencia mecánica, tenacidad y resistencia al desgaste en hierros dúctiles austemperizados, mediante el control de la microestructura ausferrítica, la precipitación de NbC y la estabilidad de la austenita retenida.

11. REFERENCIAS

- [1] W. D. Callister Jr. and D. G. Rethwisch, *Materials Science and Engineering: An Introduction*, 9th ed. Hoboken, NJ, USA: Wiley, 2014.
- [2] S. H. Avner, *Introduction to Physical Metallurgy*, 2nd ed. New York, NY, USA: McGraw-Hill, 1974.
- [3] J. R. Gil, S. Barroso, and A. M. Camacho, *Introducción al conocimiento de los materiales y sus aplicaciones*. Madrid, España: UNED, 2010.
- [4] M. N. Salán, *Tecnología y transformación de materiales*. Catalunya, España: Universitat Politècnica de Catalunya, 2005.
- [5] L. A. Morales, F. Manríquez, and I. Terol, “Caracterización de nódulos de grafito usando la técnica de morfología matemática,” *Acta Microscópica*, vol. 18, pp. 174–184, 2009.
- [6] ASM International, *Metals Handbook*, 9th ed., vol. 9, *Metallography and Microstructures*. Materials Park, OH, USA: ASM International, 1985.
- [7] ASTM International, *Standard Test Method for Evaluating the Microstructure of Graphite in Iron Castings (ASTM A247)*. West Conshohocken, PA, USA: ASTM International, 2017.
- [8] E. Takeuchi, “The mechanism of wear of cast iron in dry sliding,” *Wear*, vol. 11, no. 3, pp. 201–212, 1968.
- [9] P. W. Leach and D. W. Borland, “The unlubricated wear of flake graphite cast iron,” *Wear*, vol. 85, no. 2, pp. 257–266, 1983.
- [10] ASTM International, *ASTM E10, Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials*. West Conshohocken, PA, USA: ASTM International, 2014.
- [11] ASTM International, *ASTM E8/E8M, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*. West Conshohocken, PA, USA: ASTM International, 2013.
- [12] R. Singh, *Applied Welding Engineering: Processes, Codes and Standards*. Oxford, UK: Butterworth-Heinemann, 2016.
- [13] ASM International, *Metals Handbook*, 9th ed., vol. 9, *Metallography and Microstructures*. Materials Park, OH, USA: ASM International, 1985.

- [14] ASM International, Cast Irons. Materials Park, OH, USA: ASM International, 1990.
- [15] J. P. Dong, H. G. Kim, and J. Y. Park, "A study of the oxidation of FeCrAl alloy in pressurized water and high-temperature steam environment," *Corrosion Science*, vol. 94, pp. 459–465, 2015.
- [16] R. Samira and N. E. Behzad, "Effect of microstructure and surface features on wetting angle of a Fe-3.2 wt% C.E. cast iron with water," *Applied Surface Science*, vol. 440, pp. 341–350, 2018.
- [17] M. X. Zhang, J. C. Pang, and Y. Qiu, "Thermo-mechanical fatigue property and life prediction of vermicular graphite iron," *Materials Science and Engineering A*, vol. 698, pp. 63–72, 2017.
- [18] D. R. Martin et al., "The Effect of Inoculation on Microstructure and Mechanical Properties of Ductile Iron," *IOSR Journal of Mechanical and Civil Engineering*, 2013.
- [19] O. Manzano, "Estudio del efecto de la densidad de nódulos sobre las propiedades mecánicas del DI," Tesis de maestría, Instituto Politécnico Nacional, México, 2010.
- [20] K. H. Jürgen, W. Cahn, and P. Veyssiére, *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, 1st ed. Oxford, UK: Pergamon, 2001.
- [21] D. M. Stefanescu, *Ductile Iron Handbook*. Materials Park, OH, USA: ASM International, 2005.
- [22] W. F. Gale and T. C. Totemeier, *Smithells Metals Reference Book*, 8th ed. Oxford, UK: Butterworth-Heinemann, 2004.
- [23] ASM Handbook Committee, *ASM Handbook*, vol. 1, Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys. Materials Park, OH, USA: ASM International, 1990.
- [24] R. Källbom, K. Hamberg, M. Wessén, and L. E. Björkegren, "On the solidification sequence of ductile iron castings containing chunky graphite," *Materials Science and Engineering A*, vol. 413–414, pp. 346–351, 2005.
- [25] P. Ferro, P. Lazzarin, and F. Berto, "Fatigue properties of ductile cast iron containing chunky graphite," *Materials Science and Engineering A*, vol. 554, pp. 112–128, 2012.

- [26] J. H. Yu, J. S. Shin, J. S. Bae, Z.-H. Lee, T. D. Lee, and H. M. Lee, "The effect of heat treatments and Si contents on B2 ordering reaction in high-silicon steels," *Materials Science and Engineering A*, vol. 307, pp. 29–34, 2001.
- [27] American Foundrymen's Society, *Ductile Iron Handbook*. Des Plaines, IL, USA: American Foundrymen's Society Inc., 1992.
- [28] D. L. Sponseller, W. G. Scholz, and D. F. Rundle, "Development of low-alloy ductile irons for service at 1200–1500 °F," *AFS Transactions*, vol. 76, pp. 353–368, 1968.
- [29] ASM International, *ASM Handbook*, vol. 18, Friction, Lubrication, and Wear Technology. Materials Park, OH, USA: ASM International, 1992.
- [30] E. R. Petty, *Physical Metallurgy of Engineering Materials*. London, UK: George Allen and Unwin Ltd., 1968.
- [31] R. W. K. Honeycombe, *Steels: Microstructure and Properties*. Colchester, UK: Spottiswoode Ballantyne Ltd., 1981.
- [32] D. E. Krause, "Gray iron—A unique engineering material," *ASTM Special Technical Publication*, pp. 3–28, 1969.
- [33] J. F. Janowak and R. B. Gundlach, "Fundiciones grises aleadas," *Fundición*, año XXXIII, pp. 1–?, May–Jun. 1987.
- [34] M. Ramadan et al., "Influence of graphite nodularity on microstructure and processing window of austempered cast iron," *Materials Science and Engineering A*, vol. 435–436, pp. 564–572, 2006.
- [35] ASM Handbook Committee, *ASM Handbook*, vol. 4, Heat Treating. Materials Park, OH, USA: ASM International, 1991.
- [36] B. Kumar, "Property variation of ductile cast iron with respect to annealing treatment," in *Proceedings of the International Conference on Structural Integrity*, 2014.
- [37] ASM International, *ASM Handbook*, vol. 1: Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys. Materials Park, OH, USA: ASM International, 1990.
- [38] S. Shekhar, "Heat treatment of S.G cast iron and its effects," *Tesis de licenciatura*, National Institute of Technology Rourkela, India, 2008.

- [39] B. X. Wang, Y. Zhang, F. Qiu, M. Hu, W. W. Cui, and Z. R. Hu, "Simultaneously enhanced hardness and toughness of normalized graphite ductile irons by TiC–TiB₂ nanoparticles," *Materials Letters*, vol. 291, Art. no. 129597, 2021.
- [40] R. Va, "Metalografía y tratamientos térmicos," en Cap. XV, pp. 1–17, 2003.
- [41] F. Klocke, C. Klöpper, D. Lung, and C. Essig, "Fundamental wear mechanisms when machining austempered ductile iron (ADI)," *CIRP Annals*, vol. 56, no. 1, pp. 73–76, 2007.
- [42] K. Benyounis, O. Fakron, J. Abboud, and A. Olabi, "Surface melting of nodular cast iron by Nd:YAG laser and TIG," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 170, pp. 127–132, 2005.
- [43] H. Yan, A. Wang, Z. Xiong, K. Xu, and Z. Huang, "Microstructure and wear resistance of composite layers on a ductile iron with multcarbide by laser surface alloying," *Applied Surface Science*, vol. 256, pp. 7001–7009, 2010.
- [44] J. Zimba, D. Simbi, and E. Navara, "Austempered ductile iron: an alternative material for earth moving components," *Cement and Concrete Composites*, pp. 643–649, 2003.
- [45] M. Kaczorowski and A. Krynska, "Mechanical properties and structure of austempered ductile iron (ADI)," *Archives of Foundry Engineering*, pp. 161–166, 2007.
- [46] J. F. Janowak and R. B. Gundlach, "Development of a ductile iron for commercial austempering," *AFS Transactions*, pp. 377–388, 1983.
- [47] T. Nasir, "Design of heat treatment for production of austempered ductile iron (ADI) with targeted automotive application," *Tesis de maestría*, University of Windsor, Canada, 2011.
- [48] D. Prayitnao, "The effect of holding time on the mechanical properties of austempered ductile iron," *Tesis de maestría*, Queensland University, Australia, 1996.
- [49] S. Hashmi and G. Ferreira, *Comprehensive Materials Processing*, 13 vols. Oxford, UK: Elsevier, 2014.
- [50] P. Blackmore and R. Harding, "The effect of metallurgical variables on the properties of austempered ductile irons," *Journal of Heat Treating*, pp. 10–25, 1984.
- [51] W. D. Callister Jr. and D. G. Rethwisch, *Materials Science and Engineering: An Introduction*, 9th ed. Hoboken, NJ, USA: Wiley, 2014.

- [52] R. C. Voigt, "Austempered ductile iron—processing and properties," *Cast Metals*, pp. 71–93, 1989.
- [53] R. Rana, *Automotive Steels: Design, Metallurgy, Processing and Applications*. Oxford, UK: Woodhead Publishing, 2017.
- [54] J. Lin, D. Balint, and M. Pietrzyk, *Microstructure Evolution in Metal Forming Processes*. Oxford, UK: Woodhead Publishing, 2012.
- [55] W. Zhao and Y. Zhang, "Prediction of transition temperature of alloy steel austenite based on self-organizing neural network," *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, vol. 563, no. 2, Art. no. 022042, 2019.
- [56] J. L. Dossett and H. E. Boyer, *Practical Heat Treating*, 2nd ed. Materials Park, OH, USA: ASM International, 2006.
- [57] H. N. Oppenheimer, "Heat treatment of carbon steels," in *Practical Heat Treating*, Materials Engineering Institute, Materials Park, OH, USA: ASM International, 1995.
- [58] B. Kovacs, "Heat treating of austempered ductile iron," pp. 281–286, 1991.
- [59] H. Bayati and R. Elliott, "The concept of an austempered heat treatment processing window," *International Journal of Cast Metals Research*, pp. 413–417, 1999.
- [60] B. V. Kovacs, "Austempered ductile iron: fact and fiction," *Modern Casting*, pp. 38–41, 1990.
- [61] J. F. Janowak and P. A. Morton, "A guide to mechanical properties possible by austempering 1.5% Ni–3% Mo ductile iron," *AFS Transactions*, p. 120, 1984.
- [62] M. Delia, M. Alaalem, and M. Grech, "Effect of austenitising conditions on the impact properties of an alloyed austempered ductile iron of initial pearlitic matrix structure," *Cast Metals*, pp. 345–351, 1997.
- [63] M. A. Yescas, H. Bhadeshia, and D. J. MacKay, "Estimation of the amount of retained austenite in austempered ductile irons using neural networks," *Materials Science and Engineering A*, pp. 162–173, 2001.
- [64] P. A. Blackmore and R. A. Harding, "The effects of metallurgical process variables on the properties of austempered ductile irons," *Journal of Heat Treating*, vol. 3, pp. 310–325, 1984.

- [65] O. E. Cekic, L. Sidjanin, D. Rajnovic, and S. Balos, "Austempering kinetics of Cu–Ni alloyed austempered ductile iron," *Metallurgical and Materials International*, vol. 20, pp. 1131–1138, 2014.
- [66] A. Nofal, "Advances in the metallurgy and applications of ADI," *Journal of Metallurgical Engineering*, vol. 2, pp. 1–18, 2013.
- [67] R. A. Harding, "The production, properties and automotive applications of austempered ductile iron," *Kovove Materialy*, vol. 45, pp. 1–16, 2007.
- [68] R. A. Harding, "The production, properties and automotive applications of austempered ductile iron," *Kovove Materialy*, vol. 45, pp. 1–16, 2007.
- [69] E. Tyrala, M. Górny, M. Kawalec, A. Muszynska, and H. Lopez, "Evaluation of volume fraction of austenite in austempering process of austempered ductile iron," *Metals*, vol. 9, no. 8, Art. no. 893, 2019.
- [70] B. Wang et al., "Phase transformation and wear mechanisms of single-step austempered ductile iron," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 9, no. 3, pp. 5874–5885, 2020.
- [71] B. Wang, G. Barber, M. He, X. Sun, M. Shaw, and B. Slattery, "Study of ausferrite transformation kinetics for austempered ductile iron with and without Ni," in *Proc. SAE World Congress and Exhibition*, 2016.
- [72] C. Hsu and K. Lin, "A study on microstructure and toughness of copper alloyed and austempered ductile irons," *Materials Science and Engineering A*, vol. 528, no. 18, pp. 5706–5712, 2011.
- [73] M. A. Sheikh, "Effects of heat treatment and alloying elements on characteristics of austempered ductile iron," *Tesis de doctorado*, University of Engineering and Technology, 2008.
- [74] Y. Kim, H. Shin, H. Park, and J. Lim, "Investigations into mechanical properties of austempered ductile cast iron (ADI) in accordance with austempering temperature," *Materials Letters*, vol. 62, no. 3, pp. 357–360, 2008.
- [75] J. Yang and S. Putatunda, "Improvement in strength and toughness of austempered ductile iron by a novel two-step austempering process," *Materials & Design*, vol. 25, no. 1, pp. 219–230, 2004.
- [76] A. Elsayed, M. Megahed, A. Sadek, and K. Abouelela, "Fracture toughness characterization of austempered ductile iron produced using both conventional and two-step austempering processes," *Materials & Design*, vol. 30, no. 6, pp. 1866–1877, 2009.

- [77] J. F. Janowak and R. B. Gundlach, "Trans. American Foundrymen's Society," vol. 91, pp. 377–388, 1983.
- [78] T. N. Round and K. B. Rundman, "AFS Transactions," vol. 95, pp. 851–874, 1987.
- [79] A. Nazarboland and R. Elliott, "Cast Metals Research," vol. 9, pp. 295–308, 1997.
- [80] M. Landesberger et al., "Phase transition kinetics in austempered ductile iron (ADI)," *Metals*, vol. 10, no. 11, 2020.
- [81] R. Elliott, "Heat treatment of metals," *Heat Treatment of Metals*, vol. 3, pp. 55–59, 1997.
- [82] S. H. Zahiri, E. V. Paloma, and C. H. J. Davies, "Model for prediction of processing window for austempered ductile iron," *Materials Science and Technology*, vol. 18, no. 10, pp. 1163–1167, 2002.
- [83] Y. H. Le and R. C. Voigt, "The hardenability of ductile irons," *AFS Transactions*, vol. 97, p. 915, 1989.
- [84] R. C. Voigt and C. R. Loper, "Austempered ductile iron," in *Proceedings of the 1st International Conference on Austempered Ductile Iron*, Materials Park, OH, USA: ASM International, 1984, pp. 83–103.
- [85] M. A. Ahmadabadi, "Transmission electron microscope study of 1 pct Mn ductile iron with different austempering treatments," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 29, no. 9, p. 2297, 1998.
- [86] B. V. Kovacs, "The effects of alloying elements and their segregation in ADI," in *Proceedings of the 3rd World Conference on ADI*, Materials Park, OH, USA: ASM International, 1991, pp. 241–269.
- [87] A. Sadighzadeh, "Effect of alloying elements on austempered ductile iron (ADI) properties and its process: Review," *China Foundry*, vol. 12, no. 1, pp. 54–70, 2015.
- [88] W. Z. Wenbin, H. Z. Hongbo, and D. Z. Dengke, "Niobium alloying effect in high carbon equivalent grey cast iron," *China Foundry*, vol. 8, no. 1, p. 36, 2011.
- [89] D. S. Padan, "Microalloying in austempered ductile iron (ADI)," *AFS Transactions*, vol. 120, p. 1, 2012.

- [90] Y. Li, H. Chen, and X. Zhang, "Effects of alloying elements on the microstructure and mechanical properties of austempered ductile iron," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 9, no. 4, pp. 8348–8360, 2020.
- [91] A. S. Hamid Ali and R. Elliott, "Influence of austenitising temperature on austempering of an Mn–Mo–Cu alloyed ductile iron—Part 1: Austempering kinetics and the processing window," *Materials Science and Technology*, vol. 12, p. 1021, 1996.
- [92] T. N. Rouns and K. B. Rundman, "Constitution of austempered ductile iron and kinetics of austempering," *AFS Transactions*, vol. 95, pp. 851–874, 1987.
- [93] A. Nazarboland and R. Elliott, "The relationship between austempering parameters, microstructure and mechanical properties in an Mn–Mo–Cu alloyed ductile iron," *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 10, pp. 87–97, 1997.
- [94] J. M. Velez, A. Garboggini, and A. P. Tschiptschin, "Effect of silicon on kinetics of bainitic reaction in austempered ductile cast iron," *Materials Science and Technology*, vol. 12, no. 4, pp. 329–337, 1996.
- [95] J. Mallia, M. Grech, and R. E. Smallman, "Effect of silicon content on transformation kinetics of austempered ductile iron," *Materials Science and Technology*, vol. 14, no. 5, p. 452, 1998.
- [96] J. G. Pearce and K. Bromage, *Copper in Cast Iron*. London, UK: Hutchinson & Co. (Publishers) Ltd., 1965, pp. 13–98.
- [97] P. P. Rao and S. K. Putatunda, "Investigations on the fracture toughness of austempered ductile iron alloyed with chromium," *Materials Science and Engineering A*, vol. 346, p. 254, 2003.
- [98] A. L. Muralidhara and P. P. Rao, "Austempering of nickel–chromium alloyed ductile irons," *AFS Transactions*, vol. 94, p. 387, 1998.
- [99] P. P. Rao and S. K. Putatunda, "Influence of microstructure on fracture toughness of austempered ductile iron," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 28, no. 7, pp. 1457–1470, 1997.
- [100] T. S. Shih and Z. C. Yang, "Effects of nickel and processing variables on the mechanical properties of austempered ductile irons," *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 10, pp. 335–344, 1998.

- [101] S. Yazdani and R. Elliott, "Influence of molybdenum on austempering behaviour of ductile iron—Part 1," *Materials Science and Technology*, vol. 15, no. 5, pp. 531–540, 1999.
- [102] S. Yazdani and R. Elliott, "Influence of molybdenum on austempering behaviour of ductile iron—Part 2," *Materials Science and Technology*, vol. 15, no. 5, pp. 541–547, 1999.
- [103] S. Yazdani and R. Elliott, "Influence of molybdenum on austempering behaviour of ductile iron—Part 3," *Materials Science and Technology*, vol. 15, no. 8, pp. 885–895, 1999.
- [104] S. Yazdani and R. Elliott, "Influence of molybdenum on austempering behaviour of ductile iron—Part 4," *Materials Science and Technology*, vol. 15, pp. 896–902, 1999.
- [105] D. J. Moore, T. N. Rouns, and K. B. Rundman, "Structure and mechanical properties of austempered ductile iron," *AFS Transactions*, vol. 93, pp. 705–718, 1985.
- [106] A. Cruz Ramírez, E. Colin García, J. Téllez Ramírez, and A. Magaña Hernández, "Performance evaluation of austempered ductile iron camshaft low alloyed with vanadium on an electric spin rig test," *Metals*, vol. 13, no. 2, Art. no. 198, 2023.
- [107] A. Cruz Ramírez, E. Colin García, J. F. Chávez Alcalá, J. Téllez Ramírez, and A. Magaña Hernández, "Evaluation of CADI low alloyed with chromium for camshafts application," *Metals*, vol. 12, no. 2, Art. no. 249, 2022.
- [108] E. Colin García, A. Cruz Ramírez, G. Reyes Castellanos, J. F. Chávez Alcalá, J. Téllez Ramírez, and A. Magaña Hernández, "Heat treatment evaluation for the camshafts production of ADI low alloyed with vanadium," *Metals*, vol. 11, no. 7, Art. no. 1036, 2021.

- [109] R. Bendikiene et al., "Influence of austempering temperatures on the microstructure and mechanical properties of austempered ductile cast iron," *Metals*, vol. 11, no. 6, Art. no. 967, 2021.
- [110] M. Ahmed, M. Soliman, M. Youssef, R. Bähr, and A. Nofal, "Effect of niobium on the microstructure and mechanical properties of alloyed ductile irons and austempered ductile irons," *Metals*, vol. 11, no. 5, Art. no. 703, 2021.
- [111] E. Tyrała, M. Górny, M. Kawalec, A. Muszyńska, and H. F. Lopez, "Evaluation of volume fraction of austenite in austempering process of austempered ductile iron," *Metals*, vol. 9, no. 8, Art. no. 893, 2019.
- [112] E. Konca, K. Tur, and E. Koç, "Effects of alloying elements (Mo, Ni, and Cu) on the austemperability of GGG-60 ductile cast iron," *Metals*, vol. 7, no. 8, Art. no. 320, 2017.
- [113] C. Liu et al., "Relationship among process parameters, microstructure, and mechanical properties of austempered ductile iron (ADI)," *Materials Science and Engineering A*, vol. 857, Art. no. 144063, 2022.
- [114] W. Skudlarek et al., "Effect of austempering temperature on microstructure and mechanical properties of ductile cast iron modified by niobium," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 12, pp. 2414–2425, 2021.
- [115] L. Pereira, R. F. do Amaral, M. Wolfart, and V. K. de Barcellos, "Microstructural and mechanical properties of Cu–Ni–Mn–Mo austempered ductile iron obtained from two-step hot air austempering," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 9, no. 3, pp. 3055–3063, 2020, doi: 10.1016/j.jmrt.2020.01.036
- [116] J. Souza et al., "Wear behavior of chromium and niobium alloyed ductile irons," *Wear*, vol. 426–427, pp. 1646–1655, 2019.
- [117] X. Chen et al., "Effects of niobium alloying on microstructure, toughness and wear resistance of austempered ductile iron," *Materials Science and Engineering A*, vol. 760, pp. 186–194, 2019.

- [118] P. Yang et al., “Improved corrosive wear resistance of carbidic austempered ductile iron by addition of Cu,” *Materials Characterization*, vol. 168, Art. no. 110577, 2020.
- [119] P. Yang et al., “Microstructures and properties of carbidic austempered ductile iron containing Fe_3C particles and superfine ausferrite,” *Materials & Design*, vol. 186, Art. no. 108363, 2020.
- [120] G. F. Vander Voort, *Metallography: Principles and Practice*. Materials Park, OH, USA: ASM International, 1999, pp. 411–414.
- [121] S. K. Putatunda and P. K. Gadicherla, “Influence of austenitizing temperature on fracture toughness of a low manganese austempered ductile iron (ADI) with ferritic as-cast structure,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 268, pp. 15–31, 1999.
- [122] A. Bedolla-Jacuinde, R. A. Hernández-Hernández, F. V. Guerra, and I. Mejía, “The role of chromium during austempering of ductile iron,” *Metallurgical Research and Technology*, vol. 117, Art. no. 104, 2020, doi: 10.1051/metal/2020010.
- [123] R. S. Varanasi, B. Gault, and D. Ponge, “Effect of Nb micro-alloying on austenite nucleation and growth in a medium manganese steel during intercritical annealing,” *Acta Materialia*, 2022, doi: 10.1016/j.actamat.2022.117786.
- [124] X. Chen, J. Xu, H. Hu, H. Mohrbacher, M. Kang, W. Zhang, A. Guo, and Q. Zhai, “Effects of niobium addition on microstructure and tensile behavior of as-cast ductile iron,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 688, pp. 416–428, 2017, doi: 10.1016/j.msea.2017.01.032.
- [125] A. S. O. Pimentel, W. L. Guesser, W. J. R. C. da Silva, P. D. Portella, M. Woydt, and J. Burbank, “Abrasive wear behavior of austempered ductile iron with niobium additions,” *Wear*, vols. 440–441, Art. no. 203065, 2019, doi: 10.1016/j.wear.2019.203065.

- [126] X. Chen, L. Zhao, W. Zhang, H. Mohrbacher, W. Wang, A. Guo, and Q. Zhai, "Effects of niobium alloying on microstructure, toughness and wear resistance of austempered ductile iron," *Materials Science and Engineering A*, vol. 760, pp. 186–194, 2019, doi: 10.1016/j.msea.2019.05.100.
- [127] M. M. de Magalhães, R. Barbosa, A. F. Padilha, and A. Nofal, "Microstructure and mechanical properties of SiMo ductile cast irons alloys with varied Mo and Nb contents," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 32, pp. 305–316, 2024, doi: 10.1016/j.jmrt.2024.01.069.
- [128] W. Z. Wenbin, H. Z. Hongbo, D. Z. Dengke, H. Z. Hongxing, H. Qin, and Z. Qijie, "Niobium alloying effect in high carbon equivalent grey cast iron," *China Foundry*, vol. 8, no. 1, pp. 36–42, 2011.
- [129] S. Pan, F. Zeng, N. Su, and Z. Xian, "The effect of niobium addition on the microstructure and properties of cast iron used in cylinder head," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 9, no. 2, pp. 1509–1518, 2020, doi: 10.1016/j.jmrt.2019.11.089.
- [130] Y. Amran, A. Katsman, P. Schaaf, and M. Bamberger, "Influence of copper addition and temperature on the kinetics of austempering in ductile iron," *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 41, no. 5, pp. 1052–1058, 2010, doi: 10.1007/s11663-010-9388-y.
- [131] C. Wang et al., "Effect of austempering temperature on microstructure of ausferrite in austempered ductile iron," *Materials Science and Technology*, vol. 35, no. 11, pp. 1329–1336, 2019, doi: 10.1080/02670836.2019.1624015.
- [132] G. Angella, R. Donnini, D. Ripamonti, F. Bonollo, B. Cygan, and M. Górný, "On ausferrite produced in thin sections: Stability assessment through round and flat tensile specimen testing," *Metals*, vol. 13, no. 1, Art. no. 105, 2023, doi: 10.3390/met13010105.
- [133] M. Ahmed, M. Soliman, M. Youssef, R. Bähr, and A. Nofal, "Effect of niobium on the microstructure and mechanical properties of alloyed ductile irons and

austempered ductile irons,” *Metals*, vol. 11, no. 5, Art. no. 703, 2021, doi: 10.3390/met11050703.

[134] P. Sellamuthu, D. G. H. Samuel, D. Dinakaran, V. P. Premkumar, Z. Li, and S. Seetharaman, “Austempered ductile iron (ADI): Influence of austempering temperature on microstructure, mechanical and wear properties and energy consumption,” *Metals*, vol. 8, no. 1, Art. no. 53, 2018, doi: 10.3390/met8010053.

[135] R. Ghasemi, I. Hassan, A. Ghorbani, and A. Dioszegi, “Synergistic effects of austempering variables on the microstructure and mechanical properties of low-temperature austenitized compacted graphite irons,” *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2025, doi: 10.1007/s11665-025-10636-5.

[136] B. Abdullah, S. K. Alias, A. Jaffar, R. W. Freddawati, and A. Ramli, “Hardness and impact toughness of niobium alloyed austempered ductile iron,” *Advanced Materials Research*, vols. 418–420, pp. 1768–1771, 2012, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.418-420.1768.

[137] J. R. Keough and K. L. Hayrynen, “Processing and property characterization of austempered ductile iron (ADI),” *AFS Transactions*, 2001.

[138] S. K. Putatunda et al., “Influence of austempering temperature and time on fracture toughness of austempered ductile cast iron (ADI),” *Materials Science and Engineering A*, 2001.

[139] L. N. D. G. Pereira, R. G. C. Medeiros, P. G. M. de Freitas, C. F. da Silva, L. M. da Silva, and R. H. Leal, “Microstructural evaluation of an austempered cast iron alloy,” *Materials Research*, vol. 25, Art. no. e20210256, 2022.

[140] O. Erić, M. Jovanović, L. Šidjanin, D. Rajnović, and S. Zec, “The austempering study of alloyed ductile iron,” *Materials & Design*, vol. 27, no. 7, pp. 617–622, 2006, doi: 10.1016/j.matdes.2004.11.028.

[141] J. Zimba, D. J. Simbi, and E. Navara, "Austempered ductile iron: An alternative material for earth moving components," *Cement and Concrete Composites*, vol. 25, no. 6, pp. 643–649, 2003, doi: 10.1016/S0958-9465(02)00078-1.

12. ANEXOS

El presente apartado reúne los productos académicos y de divulgación científica derivados del desarrollo de la investigación realizada en esta tesis doctoral. Como resultado del trabajo realizado, se logró la publicación de tres artículos científicos en revistas especializadas de carácter internacional, en los cuales se abordan de manera rigurosa aspectos relacionados con la evolución microestructural, las propiedades mecánicas y el comportamiento del hierro dúctil austemperizado, así como la influencia de la microaleación con niobio en dichos sistemas.

De manera complementaria, y en concordancia con los principios de difusión y transferencia del conocimiento científico, se realizaron cinco actividades de divulgación en distintos foros académicos, como congresos, seminarios y encuentros especializados. Estas participaciones permitieron la discusión y la validación de los resultados obtenidos, así como su proyección hacia la comunidad científica y tecnológica.

Los documentos incluidos en este apartado constituyen evidencia tangible de la productividad científica generada durante el desarrollo de la presente investigación, así como de su contribución al avance del conocimiento en el campo de la ingeniería de materiales. Asimismo, reflejan el compromiso con la generación, la aplicación y la difusión del conocimiento, elementos fundamentales en la formación doctoral.

RESEARCH PAPER

Effect of high-carbon austenite content at different niobium concentrations on the mechanical properties of austempered ductile iron

César Yeshua Becerra Mayorga¹, Cynthia Aristeo Domínguez¹, José Merced Martínez Vázquez², Erick Uriel Morales Cruz¹, Demetrio Fuentes Hernández¹, Edgar Cardoso Legorreta¹, Marissa Vargas Ramírez¹

¹ Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, Pachuca-Tulancingo Km. 4.5, Carboneras, 42184, Hidalgo, México.

² Universidad Politécnica de Juventino Rosas, Hidalgo 102, Comunidad de Valencia, 38253, Juventino Rosas, Guanajuato, México.

*Corresponding author: cesar_becerra@uaeh.edu.mx, tel.: +52 7713169702, Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, Pachuca-Tulancingo Km. 4.5, Carboneras, 42184, Hidalgo, México.

Received: 11.09.2025

Accepted: 14.11.2025

ABSTRACT

This study explores the influence of high-carbon retained austenite content, as modulated by niobium additions and austempering time, on the hardness, wear resistance, and impact toughness of ductile iron. Four alloys containing 0, 0.1, 0.2, and 0.3 wt.% niobium were austempered at a constant temperature of 350 °C for 15, 30, 60, and 90 minutes. Alloys with higher niobium contents (0.2 and 0.3%) reached their maximum retained austenite fractions at 30 minutes (40.67 and 41.98%, respectively), while the 0 and 0.1% niobium alloys exhibited their peak values at 60 minutes. Regarding mechanical properties, the highest hardness was obtained in Sample 2 after 30 minutes of austempering (37.5 HRC), whereas the highest absorbed impact energy was observed in Sample 3 under the same conditions (16 J). Consequently, a higher fraction of high-carbon retained austenite provides an optimal balance between hardness and wear resistance without a significant loss in impact toughness.

Keywords: High-carbon retained austenite; niobium; austempering; austempered ductile iron.

INTRODUCTION

Ductile iron (DI) consists of graphite nodules dispersed within a ferritic-pearlitic matrix. These materials are widely recognized for their excellent mechanical performance and cost-effectiveness [1]. Due to their good ductility, toughness and lower density, ductile irons have the potential to replace steels in certain applications [2], particularly in the automotive industry, where they are commonly used in components such as crankshafts, valves and axles [3,4].

Austempered ductile iron (ADI) is a modified form of DI that undergoes an isothermal heat treatment designed to enhance its mechanical properties. The heat treatment involves two main stages: austenitizing—typically at 900 °C—to stabilize a carbon-enriched austenite phase, followed by quenching into a salt bath maintained between 250 °C and 380 °C to promote a diffusion-controlled transformation known as austempering [5–8]. During austempering, the proportions of ferrite and austenite in the matrix change considerably, directly influencing the material's mechanical response [9]. Like other diffusional transformations, austempering kinetics are governed by both time and temperature. Several studies have investigated the role of these parameters in shaping the microstructure and phase distribution of ADI [10]. This transformation results in a microstructure known as ausferrite, which forms through the nucleation and growth of ferrite within retained austenite. The formation and stability of this structure are highly sensitive to chemical composition, austempering conditions and the size and dispersion of graphite nodules [11]. The austempering temperature strongly influences the resulting microstructure. Higher temperatures (350–400 °C) typically yield ADI with lower hardness and strength but superior ductility and fracture toughness, due to the formation of significant amounts (20–40%) of high-carbon retained austenite [12]. In contrast, lower austempering temperatures (below 350 °C) favor enhanced wear resistance, albeit at the expense of impact resistance [13]. With increased austempering time, the fraction of acicular ferrite tends to rise, while the volume of high-carbon austenite initially increases before gradually decreasing. This evolution generally leads to improved tensile properties and impact toughness but reduces hardness and wear resistance [14]. However, excessively high austempering temperatures can trigger secondary reactions in which high-carbon austenite decomposes into bainitic ferritic and carbides, negatively affecting both ductility and impact performance [15]. For instance, ausferrite can form in as little as 30 minutes at 400 °C, whereas at 230 °C the transformation may require up to 4 hours to complete [16]. Niobium is an emerging alloying addition in ductile irons, with several studies reporting favorable effects

on both microstructural development and mechanical behavior. Chen et al. [17] reported improved mechanical properties—including a yield strength of 418 MPa, ultimate tensile strength of 746 MPa and elongation of 8%—in ductile iron with 0.08% Nb. Ahmed et al. [18] noted that niobium accelerates the formation of ausferrite during austempering. Similarly, Skudlarek et al. [19] studied a ductile iron alloyed with 0.35% Nb and found that niobium promotes pearlite formation and acts as a potent carbide former. They observed that the best combination of ultimate tensile strength (1150 MPa) and ductility (5%) was achieved after 60 minutes of austempering at 360 °C. Abdullah et al. [20] also reported a direct correlation between austempering time and increased hardness, reaching a maximum of 41.27 HRC after three hours.

Niobium plays a complex role in the microstructural evolution of austempered ductile iron (ADI). As a strong carbide-forming element, niobium readily combines with carbon to form stable niobium carbides (NbC) during solidification and austenitization, thereby significantly influencing the subsequent austempering transformation. On one hand, these carbides act as heterogeneous nucleation sites for ferrite, refining the ausferritic microstructure and improving hardness and wear resistance. Several authors [21,22] have also observed improved abrasive wear resistance for Nb additions up to 1.48 wt.%. This improvement is primarily attributed to the refinement of pearlite interlamellar spacing, the reduction of austenitic grain size, and the formation of NbC nano-precipitates within the matrix, all of which contribute to enhanced hardness and tensile strength [23]. Pimentel and Guesser [24] also observed that Nb promotes the formation of primary carbides that persist after austempering, contributing to microstructural heterogeneity and potentially impairing ausferrite uniformity. Therefore, while niobium enhances hardenability and wear resistance, its strong affinity for carbon must be carefully controlled to avoid compromising the development of the ausferritic matrix.

The present study aims to evaluate how variations in high-carbon retained austenite content—modulated by different niobium concentrations (0–0.32 wt.%) and austempering durations (15, 30, 60, and 90 min)—affect the mechanical properties of austempered ductile iron (ADI). An austempering temperature of 350 °C was selected because it promotes the formation of a coarse ausferritic structure with a higher fraction of high-carbon retained austenite, providing a balanced combination of hardness, ductility, and wear resistance.

The novelty of this study lies in the systematic quantification of high-carbon retained austenite across multiple austempering times and niobium concentrations, as well as the establishment of a direct correlation between the evolution of this phase and the resulting mechanical behavior. In contrast to previous works that



Microstructural and Mechanical Modification of Ductile Iron by Niobium Addition

César Becerra ^{1*}, Felipe Hernández ², Jesús García ¹, Zianya Gómez ¹ and Marissa Vargas ^{1*}

<https://doi.org/10.64486/m.65.3.1>

¹ Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Hidalgo, México; be260308@uaeh.edu.mx; jserrano@uaeh.edu.mx; go242872@uaeh.edu.mx; marissav@uaeh.edu.mx

² Escuela Superior de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Instituto Politécnico Nacional, Ciudad de México, México; fhernandezs@ipn.mx

* Correspondence: CB be260308@uaeh.edu.mx; MV marissav@uaeh.edu.mx.

Type of the Paper: Article

Received: July 25, 2025

Accepted: December 15, 2025

Abstract: This study investigated the influence of niobium additions on ductile iron through the production of four alloys containing 0 wt.%, 0.11 wt.%, 0.23 wt.% and 0.32 wt.% Nb. Microstructural phases were characterized, and mechanical properties were evaluated through hardness, impact toughness, tensile and wear tests. Niobium promoted carbide formation, which increased from 0.53 % to 2.48 %, and reduced graphite nodularity from 256.1 nod/mm² to 156.4 nod/mm². Hardness increased from 13.72 HRC to 26.6 HRC, while the ultimate tensile strength and yield strength reached 746 MPa and 449 MPa, respectively, in Alloy 4. In contrast, impact toughness decreased from 10.45 J to 5 J. Overall, niobium improved wear resistance but reduced the toughness of the material.

Keywords: niobium; ductile iron; pearlite; cementite

1. Introduction

Ductile irons are cast irons in which graphite solidifies in a nodular morphology, providing enhanced strength compared to flake graphite irons [1]. They are extensively used in gears, crankshafts, shafts and rolling cylinders due to their balanced combination of hardness, strength, ductility and impact toughness [2–3]. Over the years, different grades of ductile irons have been developed to improve their mechanical properties, making them competitive with steels [4].

Niobium additions induce changes in microstructure and, consequently, in mechanical performance. Previous studies have shown that additions above 2 wt.% Nb promote substantial improvements in mechanical properties [5]. It has been reported that niobium levels greater than 0.2 wt.% increase the pearlite fraction and refine its morphology by reducing the interlamellar spacing [6]. Additions of about 0.8 wt.% lead to the formation of polygonal NbC particles up to 8 µm in size [7], while Zhou et al. [8] observed that 1.48 wt.% Nb enhances hardness and wear resistance through the formation of elongated NbC particles with dimensions of approximately 10 µm. Cantera et al. [9] found that a 0.2 wt.% addition slightly reduced graphite nodularity in hypoeutectic ductile iron, though within acceptable limits. Frás et al. [10] reported that small additions (>0.038 wt.%) decreased nodule count and nodule diameter, improving ultimate tensile strength (UTS) and yield strength (YS). Other studies indicated that 0.47 wt.% Nb increased yield strength by up to 20 %, with only minor improvements in toughness relative to niobium-free ductile irons [11]. Overall, niobium generally enhances

Article

Effect of Austempering Time and Temperature on the Mechanical and Microstructural Properties of a Niobium-Alloyed Austempered Ductile Iron

César Yeshua Becerra Mayorga ¹, Marissa Vargas Ramírez ^{1,*} , Edgar Cardoso Legorreta ¹ , Jesús García Serrano ¹, José Merced Martínez Vázquez ², Erick Uriel Morales Cruz ¹ and Cynthia Aristeo Domínguez ¹ 

¹ Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Hidalgo 42184, Mexico; be260308@uaeh.edu.mx (C.Y.B.M.); edgarc@uaeh.edu.mx (E.C.L.); jserrano@uaeh.edu.mx (J.G.S.); erick_morales@uaeh.edu.mx (E.U.M.C.); cynthia_aristeo@uaeh.edu.mx (C.A.D.)

² Área de Ingeniería Metalúrgica, Universidad Politécnica de Juventino Rosas, Juventino Rosas, Guanajuato 38250, Mexico; jmartinez@upjr.edu.mx

* Correspondence: marissav@uaeh.edu.mx

Abstract

This study evaluated the influence of niobium addition and austempering time and temperature on the microstructure and mechanical behavior of ductile iron. Three alloys were produced: unalloyed ductile iron (H1) and two Nb-alloyed ductile iron (H2, 0.11 wt.% Nb and H3, 0.32 wt.% Nb). After austenitizing at 900 °C for 60 min, samples were austempered at 250 °C and 300 °C for 15, 30, 60, and 90 min. The as-cast microstructure of H3 exhibited a higher pearlite fraction (73.31 vol%) and increased carbide content (2.48 vol%), accompanied by reduced nodularity and nodule count. X-ray diffraction analysis revealed that the highest fraction of carbon-rich retained austenite was obtained in H3 after 30 min at 300 °C, reaching 42.48%. Hardness decreased with increasing retained austenite, confirming the inverse relationship between this phase and matrix strengthening. Wear testing showed that H2 presented slightly lower volume loss due to carbide precipitation, with the lowest value recorded after 15 min at 300 °C (1.088 mm³). Tensile tests indicated that ultimate tensile strength and yield strength were superior at 250 °C, with H3 achieving the highest values at 90 min (1353 and 1090 MPa, respectively). Overall, niobium promoted carbide formation and austenite stabilization, modifying the balance between hardness, toughness, and wear resistance in austempered ductile iron.

Keywords: ausferrite; niobium; austempered ductile iron; nodule; carbon-rich austenite



Academic Editor: Ulrich Prah

Received: 16 September 2025

Revised: 12 October 2025

Accepted: 16 October 2025

Published: 23 October 2025

Citation: Becerra Mayorga, C.Y.; Vargas Ramírez, M.; Cardoso Legorreta, E.; García Serrano, J.; Martínez Vázquez, J.M.; Morales Cruz, E.U.; Aristeo Domínguez, C. Effect of Austempering Time and Temperature on the Mechanical and Microstructural Properties of a Niobium-Alloyed Austempered Ductile Iron. *Metals* **2025**, *15*, 1168. <https://doi.org/10.3390/met15111168>

Copyright: © 2025 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

1. Introduction

Austempered ductile iron (ADI) is an alloy with excellent mechanical properties [1]. It has gained attention due to factors such as low cost, fatigue resistance, wear resistance, and its high strength-to-weight ratio [2]. ADIs are widely used across diverse industrial sectors, including the automotive, mining, railway, and agricultural industries, in components such as crankshafts, camshafts, suspension parts, and wear-resistant machinery elements. Compared to steels and other types of cast iron, ADIs offer superior machinability, and their processing often requires lower energy consumption than that of conventional alloys, thereby enhancing their potential as a sustainable engineering material [3].

Austempering is an isothermal heat treatment applied to ferrous materials to enhance their strength and toughness [4,5].



CAPÍTULO ESTUDIANTEL
SMMater
QUERÉTARO-NORTE

EL CAPÍTULO ESTUDIANTEL SMMATER QUERÉTARO-NORTE

Otorga la presente:

Constancia a:

**César Yeshua Becerra Mayorga, Marissa Vargas Ramírez,
Edgar Cardoso Legorreta y Jesús García Serrano**

Por su destacada participación en la modalidad Cartel/Presencial, dentro del "Cuarto Congreso Estatal de Materiales" en modalidad híbrida, en el Centro Académico Cultural UNAM, Campus Juriquilla, Qro.

Santiago de Querétaro, Querétaro, México; 20 al 23 de mayo del 2025



Juan Carlos Orozco

DR. JUAN CARLOS
MARTÍNEZ OROZCO

Coordinador de Capítulos estudiantiles
Sociedad Mexicana de Materiales

Iván García Nieto

M.C. IVÁN GARCÍA NIETO

Presidente del CE SMMater
Querétaro-Norte





El Instituto de Ciencias Básicas Ingeniería a través del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales en conjunto con el Parque Científico y Tecnológico de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo

otorgan el presente

RECONOCIMIENTO

a

César Yeshua Becerra Mayorga

por su destacada participación en la presentación del póster titulado "Influencia del tratamiento intercrítico y la adición de niobio en la microestructura y propiedades mecánicas de hierros dúctiles", cuyos autores son C. Y. Becerra Mayorga, M. Vargas Ramírez, E. Cardoso Legorreta, P. G. Vázquez García y D. M. Hernández Tejeda, en el **IX Seminario Regional de Materiales Avanzados**, llevado a cabo del **7 al 10 de octubre de 2025**. Su valiosa contribución promueve el desarrollo científico, la colaboración académica y la difusión del conocimiento en el ámbito de los materiales avanzados.

Atentamente

"Amor, orden y progreso"

Mtro. Gabriel Vergara Rodríguez
 Director del Instituto de Ciencias Básicas
 e Ingeniería

Dr. Julio César Juárez Tapia
 Jefe del Área Académica de Ciencias de la Tierra y
 Materiales

Dr. Ventura Rodríguez Lugo
 Organizador principal del Seminario
 Regional de materiales Avanzados

Número de control: ICBI-D/R1575/2025



BUAP

La Benemérita Universidad Autónoma de Puebla

A través de la Facultad de Ingeniería Química
otorga el presente

RECONOCIMIENTO

A: **César Yeshua Becerra Mayorga y Marissa Vargas Ramírez.**

Por su participación en la presentación de la ponencia titulada

“Efecto del tiempo y la temperatura de austemperizado en las propiedades mecánicas y microestructurales de un hierro dúctil austemperizado aleado con niobio”

en el 5to Congreso Internacional de Estudiantes de Posgrado en Ingeniería Química
CIEPIQ2025 desarrollado en forma híbrida los días 12, 13 y 14 de noviembre de 2025.

“Pensar bien, para vivir mejor”

H. Puebla de Z., a 12 de noviembre de 2025

M.I.C. Ma. Gpe. Tita Vázquez Espinosa de los Monteros

Directora

Dra. Esmeralda Vidal Robles

Secretaría de Investigación y Estudios de Posgrado





Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.

SMMater
CAPÍTULO ESTUDIANTEL PUEBLA

EL CAPÍTULO ESTUDIANTEL DE LA SOCIEDAD MEXICANA DE
MATERIALES PUEBLA OTORGA LA PRESENTE:

CONSTANCIA DE PARTICIPACIÓN A:

César Yeshua Becerra Mayorga, Marissa Vargas Ramírez,
Edgar Cardoso Legorreta

Por su destacada participación en la presentación de carteles del 3er. Congreso
Estatad de Ciencia e Ingeniería en Materiales que se llevó a cabo en Puebla el día 7 de
mayo del 2025

M.C. Azury Nava Guzmán
PRESIDENTA DEL CAPÍTULO
ESTUDIANTEL SMMATER PUEBLA

Dr. Juan Carlos Martínez Orozco
COORDINADOR DE LOS CAPÍTULOS
ESTUDIANTEILES SMMATER



Reconocimiento

a César Yeshua Becerra Mayorga

Por la presentación en póster de manera oral titulada “Efecto de la adición de niobio en la morfología nodular de un hierro dúctil”, cuyos autores son: **C.Y. Becerra-Mayorga, M. Vargas-Ramírez, E. Cardoso-Legorreta y J. García-Serrano**, la cual se llevó a cabo de manera virtual como parte de las actividades del **VIII Seminario Regional de Materiales Avanzados**, organizado por el **Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales**.

Mineral de la Reforma, Hgo., a 4 de octubre de 2024.

Atentamente

“Amor, Orden y Progreso”

Mtro. Gabriel Vergara Rodríguez
Director del ICBI

Dr. Julio Cesar Juárez Tapia
Jefe de Área Académica de Ciencias de la
Tierra y Materiales

Dr. Ventura Rodríguez Lugo
Líder del Cuerpo Académico
de Materiales Avanzados y
Organizador Principal del
Seminario Regional de
Materiales Avanzados



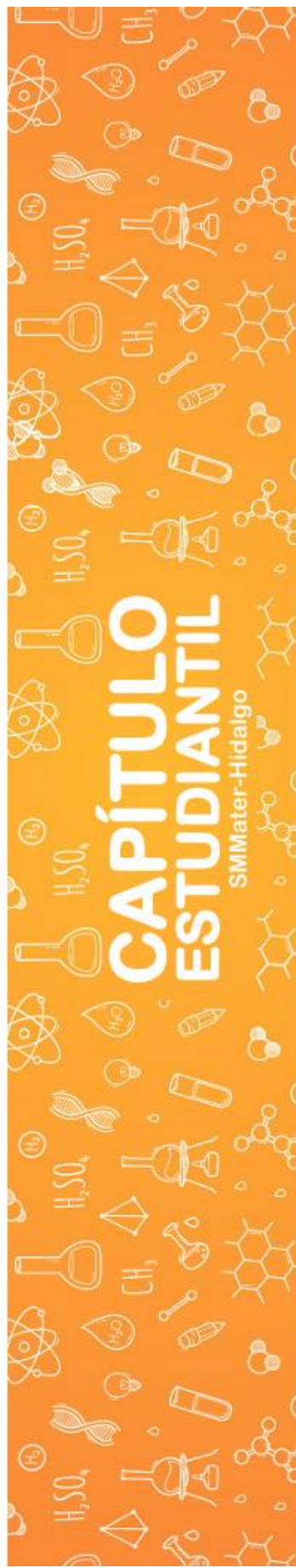
Número de control: ICBI-D/R1418/2024



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.



CAPÍTULO ESTUDIANTEL
HIDALGO-SMMATER



El Capítulo Estudiantil SMMater-Hidalgo

Otorga el presente

RECONOCIMIENTO A: César Yeshua Becerra Mayorga

Por su valiosa participación en la modalidad póster con el trabajo titulado **“Cuantificación de austenita con alto contenido de carbono en un hierro dúctil austemperizado aleado con niobio”**, cuyos autores son **César Yeshua Becerra Mayorga, Marissa Vargas Ramírez, Edgar Cardoso Legorreta, Jesús García Serrano**, en el marco del **4° Congreso Estatal de Investigación en Ciencias de los Materiales**, celebrado los días **24 y 25 de abril de 2025**.


Dra. Ana Cecilia Noguez Garrido
Presidenta de la Sociedad
Mexicana de Materiales



Dr. Ventura Rodríguez Lugo
Asesor Académico del Capítulo
Estudiantil SMMater-Hidalgo

Ing. Rommel Flores Cruz
Presidente del Capítulo
Estudiantil SMMater-Hidalgo

CEEH-SMM/060/2025