

ESTUDIO MEDIANTE SMALL PUNCH TEST (SPT) DE LA DEGENERACION DEL GRAFITO ESFEROIDAL EN COMPONENTES DE FUNDICION DE HIERRO

I. Miguel^{1*}, G. Artola¹, J. Sertucha¹

¹ AZTERLAN, Basque Research and Technology Alliance (BRTA), Durango, Spain.

* Persona de contacto: imiguel@azterlan.es

RESUMEN

En el presente estudio se lleva a cabo una investigación en la cual se analizan los cambios morfológicos de las partículas de grafito debido al desvanecimiento de magnesio (Mg) en fundiciones de hierro con grafito esférico y su efecto en las propiedades mecánicas. Para ello, se fabricaron cuñas Y2, usando fundición de hierro, en intervalos de 30 min aproximadamente. De las cuñas fabricadas, se analizan las microestructuras para observar los cambios en la forma del grafito y se realizan ensayos de tracción y SPT para determinar las propiedades mecánicas de cada material. Finalmente, se obtienen los parámetros de correlación del ensayo SPT específicos para este tipo de aleaciones y se comparan con parámetros de correlación ya publicados.

PALABRAS CLAVE: Fundición de hierro, morfología gráfica, propiedades mecánicas, Small Punch Test.

ABSTRACT

In this study, the morphological changes of graphite particles due to magnesium (Mg) fading in iron castings with spheroidal graphite and their effect on the mechanical properties are analysed. For this purpose, Y2 keel blocks were fabricated, using iron castings, at approximately 30 min intervals. From the fabricated keel blocks, the microstructures are analysed to observe the changes in the shape of the graphite and tensile and SPT tests are performed to determine the mechanical properties of each material. Finally, SPT test correlation parameters specific to this type of alloy are obtained and compared with already published correlation parameters.

KEYWORDS: Cast iron, graphitic morphology, mechanical properties, Small Punch Test.

1. INTRODUCCIÓN

La fundición de hierro con grafito esférico se utiliza ampliamente en sectores como la automoción, energía eólica, ferrocarril, etc. En el proceso de fabricación de estos materiales, el contenido de Mg es un parámetro fundamental para conseguir la formación de partículas de grafito con forma esférica y su control resulta clave en la metalurgia de estas aleaciones. Mantener almacenada una masa fundida de hierro provoca el desvanecimiento del Mg debido a su oxidación progresiva y esto origina una evolución de la forma esférica (nódulos), a grafito compacto y finalmente a láminas (flakes) durante la solidificación [1]. Estos cambios morfológicos en las partículas de grafito generan cambios en las propiedades térmicas y mecánicas [2], por lo que el desvanecimiento del Mg se utiliza para fabricar componentes con propiedades acorde a la aplicación requerida.

Estos cambios en las propiedades mecánicas han sido estudiados con métodos tradicionales como son los ensayos de tracción y con las microestructuras de las muestras para diferentes formas de grafito. El estudio llevado a cabo por Ceschini et al. [3] investiga, utilizando ensayos de tracción, cómo afecta el tamaño de pieza a la microestructura y las propiedades mecánicas de las

fundiciones con grafito esférico y compacto. Otros estudios, realizados por Geier et al. [4] analizan las formas del grafito en su evolución desde la forma laminar a la compacta, utilizando diferentes elementos de aleación.

Recientemente se ha estandarizado el ensayo en miniatura de SPT, el cual permite estimar las propiedades mecánicas de materiales metálicos [5]. Este ensayo se ha empleado satisfactoriamente para caracterizar las propiedades mecánicas de soldaduras [6], estudiar el efecto de tratamientos térmicos [7], analizar la fragilización debido al hidrógeno [8], entre otras aplicaciones.

Es por ello por lo que, en este estudio, se analiza la evolución de las propiedades mecánicas mediante ensayos de tracción y SPT en un grupo de fundiciones de hierro fabricadas con contenidos decrecientes de Mg. Además, se comparan diferentes métodos de estimación de las propiedades mecánicas mediante la técnica de SPT y se obtienen valores del parámetro de correlación (β) para este tipo de materiales.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Elaboración de los materiales

Los materiales empleados en este estudio se obtuvieron fabricando cuñas Y2 (EN 1563) con el metal fundido contenido en una unidad de colada presurizada con nitrógeno y con capacidad para 8 t. Habitualmente, este dispositivo se utiliza para colar el metal en el interior de moldes fabricados con arena en verde. Los lotes de metal fundido se prepararon tratando unos 2000 kg con 17-18 kg de una aleación FeSiMg (tamaño de grano 5-25 mm, Si = 45,7; Mg = 5,50; Al = 0,43; Ca = 2,16; Ce = 1,45; La = 0,79 y Fe resto, % en masa), 8 kg de una aleación FeSi (tamaño de grano 2-15 mm, Si = 74,6; Al = 0,89; Ca = 0,38; C = 0,10; P = 0,02 y Fe resto, % en masa) y 5 kg de recortes de acero (material cubriente) en una cuchara, de acuerdo con el método “tundish-cover”. Este tratamiento se lleva a cabo introduciendo las aleaciones y el material cubriente en una cámara situada en el fondo de la cuchara antes de verter el metal fundido en su interior. Una vez finalizado el tratamiento con FeSiMg,

los lotes del metal resultante se introdujeron en el interior de la unidad de colada indicada.

Una vez finalizada la producción regular de la planta, se dejaron almacenados 4 t de metal en el interior de la unidad de colada, manteniendo su temperatura en el intervalo 1400-1420°C. En estas condiciones, se obtuvieron 22 muestras del metal cada media hora aproximadamente y se coló un molde de arena aglomerada químicamente por cada muestra, para fabricar la correspondiente cuña Y2. Previamente, en cada uno de estos moldes se adicionaron 10,5 g de un inoculante (tamaño de grano 0,2-0,5 mm, Si = 69,9; Al = 0,93; Ca = 1,38; Bi = 0,49; RE = 0,37 y Fe resto, % en masa).

De las 22 cuñas Y2 fabricadas, para llevar a cabo el presente estudio se seleccionaron 5 de ellas. La Tabla 1 muestra las composiciones químicas del material utilizado para fabricar estas cuñas junto con el tiempo de muestreo (el tiempo cero corresponde al momento en el que se para la fabricación regular de la planta).

Tabla 1. Composición química de las aleaciones seleccionadas (% en masa) y tiempo de muestreo.

Aleación	Tiempo (min)	C	Si	Mn	P	S	Cu	Mg	Ti	Ce	La
N2	24,1	3,68	2,39	0,63	0,015	<0,005	0,49	0,026	0,029	0,009	0,0022
N4	75,4	3,68	2,41	0,62	0,016	<0,005	0,49	0,026	0,030	0,0066	0,0015
N6	126,2	3,65	2,42	0,63	0,014	<0,005	0,48	0,022	0,030	0,0054	0,0013
N7	154,9	3,66	2,42	0,62	0,015	<0,005	0,48	0,019	0,030	0,0044	0,001
N16	372,5	3,52	2,40	0,62	0,016	<0,005	0,49	0,006	0,030	0,0006	<0,0005

De los resultados obtenidos en la composición química, se puede observar cómo el contenido de C y Mg disminuye a medida que la masa fundida permanece más tiempo en el interior de la unidad de colada (ver figura 1).

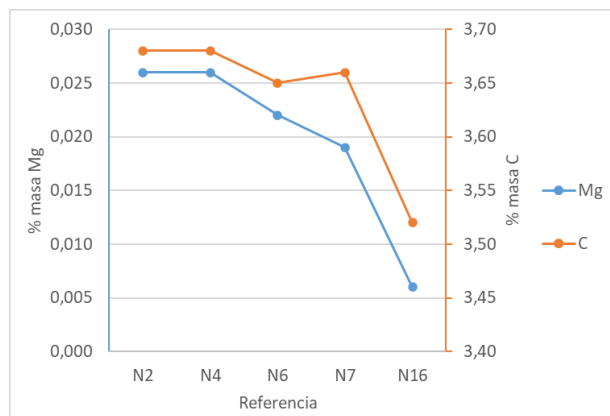


Figura 1. Evolución del contenido de C y Mg en las muestras analizadas.

2.2. Ensayo de SPT

Este ensayo, recientemente estandarizado en la norma ASTM E3205-20 [5], se utiliza para evaluar el comportamiento mecánico de materiales con probetas de dimensiones reducidas. El ensayo consiste en amarrar la periferia de la probeta ($\varnothing = 8\text{mm}$ y $h = 0,5\text{mm}$) entre dos matrices y deformarla axialmente hasta su rotura con un punzón de cabeza esférica de 2,5 mm de diámetro. Durante el ensayo se mide la fuerza y desplazamiento realizados, cuando se da una caída del 20% de la carga máxima se finaliza el ensayo y se obtiene una curva característica F-v similar a la de la figura 2. Esta curva contiene los puntos característicos que permiten estudiar las propiedades mecánicas del material.

Los puntos característicos de la curva F-v son, la fuerza elasto-plástica (F_e), la fuerza máxima (F_m), el desplazamiento hasta el punto de máxima carga (U_m) y el desplazamiento hasta el final del ensayo (U_f).

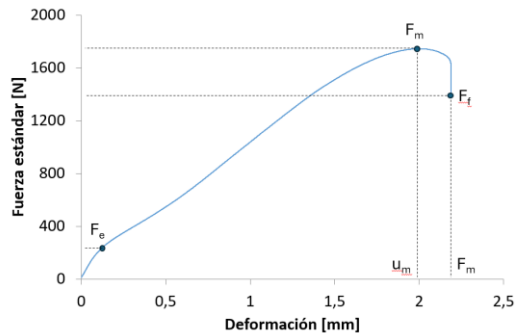


Figura 2. Curva F-v característica de los ensayos de SPT.

La ASTM E3205-20 especifica como estimar las propiedades mecánicas con correlaciones empíricas. Para ello, se correlacionan los resultados de SPT con los de los ensayos de tracción mediante las fórmulas (1) y (2) para el límite elástico y resistencia mecánica respectivamente.

$$YS = \beta_{YS} \frac{F_e}{h_0^2} \quad (1)$$

$$UTS = \beta_{UTS} \frac{F_m}{h_0 \cdot u_m} \quad (2)$$

En estas ecuaciones, h_0 es el espesor inicial de la probeta y los parámetros β_{YS} y β_{UTS} son constantes empíricas dependientes del material.

2.3. Extracción probetas tracción y probetas de SPT

De cada cuña Y2 se mecanizan 2 probetas de tracción según norma UNE-EN-ISO 6892-1 de 10 mm de diámetro. En este estudio se utilizan 5 probetas de tracción obtenidas de cuñas con distintos tiempos de extracción. Una vez realizados los ensayos de tracción, se utilizan las cabezas de las probetas de tracción para obtener las probetas de SPT. Cortando mediante electroerosión 1 cilindro de diámetro $8 \pm 0,01$ mm en cada cabeza de las probetas de tracción y posteriormente cortando 3 discos de espesor $0,6 \pm 0,05$ mm se obtienen 3 probetas de SPT de cada condición (ver figura 3). Los discos se lijan con papel abrasivo de grano 600 y 1200 hasta un espesor de $0,5 \pm 0,005$ mm, posteriormente se pulen para reducir la rugosidad. Para cada una de las 5 condiciones analizadas se extraen 3 probetas de SPT, obteniendo en total 15 probetas.



Figura 3. Extracción de las muestras de SPT.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1. Caracterización metalográfica

La Figura 4 muestra la distribución y morfología de las partículas gráficas presentes en las 5 aleaciones sometidas a estudio. A medida que avanza el tiempo de muestreo disminuye la cantidad de esferoides gráficos y empiezan a formarse partículas de grafito compacto (ver micrografía N6 en adelante).

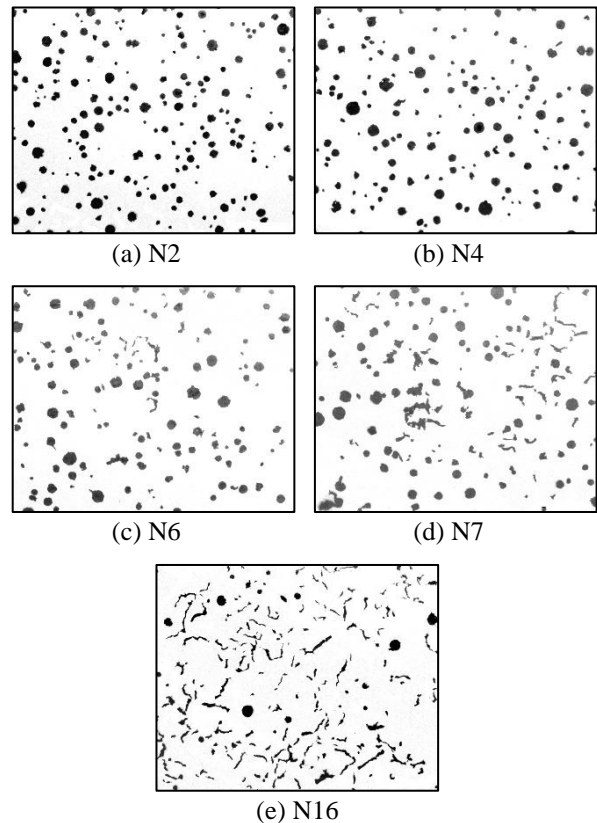


Figura 4. Morfologías gráficas en las aleaciones: (a) N2, (b) N4, (c) N6, (d) N7 y (e) N16.

3.2. Ensayos de tracción

Las probetas de tracción se ensayan con la máquina universal de ensayos Zwick All Round Z250 según la especificación UNE-EN-ISO 6892-1. Los resultados de resistencia mecánica (UTS), límite elástico (YS) y alargamiento (A) obtenidos para cada condición se muestran en la tabla 2.

Tabla 2. Resultados de las propiedades mecánicas obtenidas en los ensayos de tracción para las distintas condiciones analizadas.

Referencia	UTS (MPa)	YS (MPa)	A (%)
N2	596	364	12.6
N4	575	353	11.9
N6	525	340	9.4
N7	422	311	5.4
N16	341	268	5.3

Como se observa en la tabla 2, tanto las propiedades mecánicas (YS y UTS) como el alargamiento disminuyen a medida que el tiempo mantenimiento de la colada aumenta.

Con estos resultados y analizando las micrografías, se puede afirmar que la forma del grafito influye notablemente en las propiedades mecánicas. Por lo que es de vital importancia controlar el tiempo de mantenimiento de la colada para obtener componentes con propiedades mecánicas adecuadas a la aplicación correspondiente.

3.3. Ensayos SPT

Los ensayos de SPT se realizan en base a la norma ASTM E3205-20 [5] en una máquina de ensayos universal Zwick All Round Z100 con una célula de carga de 5 kN. De cada condición se ensayan 3 muestras de SPT y se obtienen en total 15 curvas F-v, en la figura 5 se visualiza únicamente una curva de cada condición.

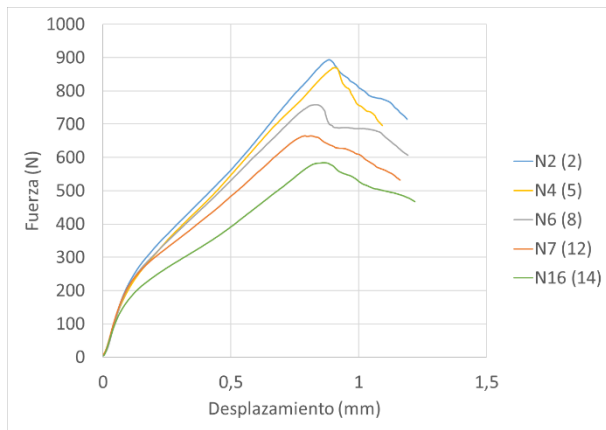


Figura 5. Curvas de SPT de las probetas ensayadas.

Cada curva se procesa mediante la hoja de cálculo facilitada por el NIST [9], de donde se obtienen los puntos característicos del ensayo; F_e , F_m , u_m y u_f que permiten estimar las propiedades mecánicas.

En este estudio, se utilizan 3 métodos para calcular los parámetros de correlación que permiten estimar UTS y YS. Por una parte, el método denominado M1 emplea las fórmulas propuestas por la ASTM E3205-20, las cuales ajustan linealmente por mínimos cuadrados los puntos de correlación teniendo en cuenta que el ajuste lineal pase por el origen (punto 0,0). El segundo método utilizado para estimar las propiedades mecánicas, denominado M2, consiste en ajustar la correlación SPT y tracción con un ajuste lineal por mínimos cuadrados sin tener en cuenta el origen de coordenadas. Por último, el método denominado M3, estima las propiedades mecánicas en base a algunos de los resultados obtenidos en el artículo de la literatura [10], en el cual se analizan diversos materiales y se obtienen parámetros de correlación genéricos de SPT.

Los resultados de correlación entre SPT y tracción en base a los criterios de M1 se presentan en la figura 6, como se ha mencionado anteriormente, en este caso se tiene en cuenta el origen de coordenadas para el ajuste lineal. Las ecuaciones 3 y 4 son las obtenidas para la estimación de las propiedades mecánicas según M1.

$$YS = 0,397 \frac{F_e}{h_0^2} \quad (R^2 = 0,997) \quad (3)$$

$$UTS = 0,276 \frac{F_m}{h_0 \cdot u_m} \quad (R^2 = 0,993) \quad (4)$$

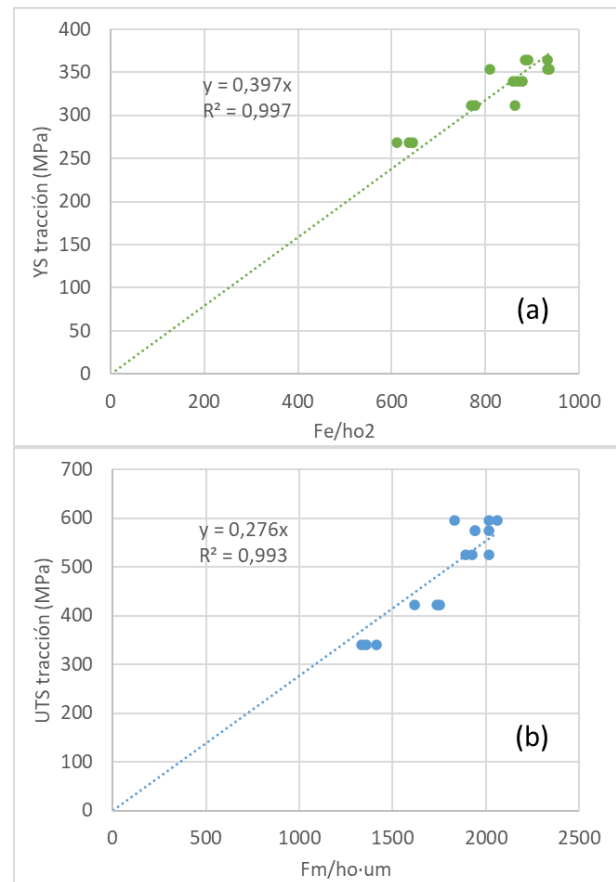


Figura 6. Correlación entre SPT y ensayo de tracción según M1: (a) límite elástico, (b) resistencia mecánica.

Los resultados de la correlación obtenida para M2, sin tener en cuenta el origen de coordenadas, se muestran en la figura 7, de donde se obtienen las ecuaciones 5 y 6.

$$YS = 0,301 \frac{F_e}{h_0^2} + 80,479 \quad (R^2 = 0,860) \quad (5)$$

$$UTS = 0,371 \frac{F_m}{h_0 \cdot u_m} + 173,025 \quad (R^2 = 0,866) \quad (6)$$

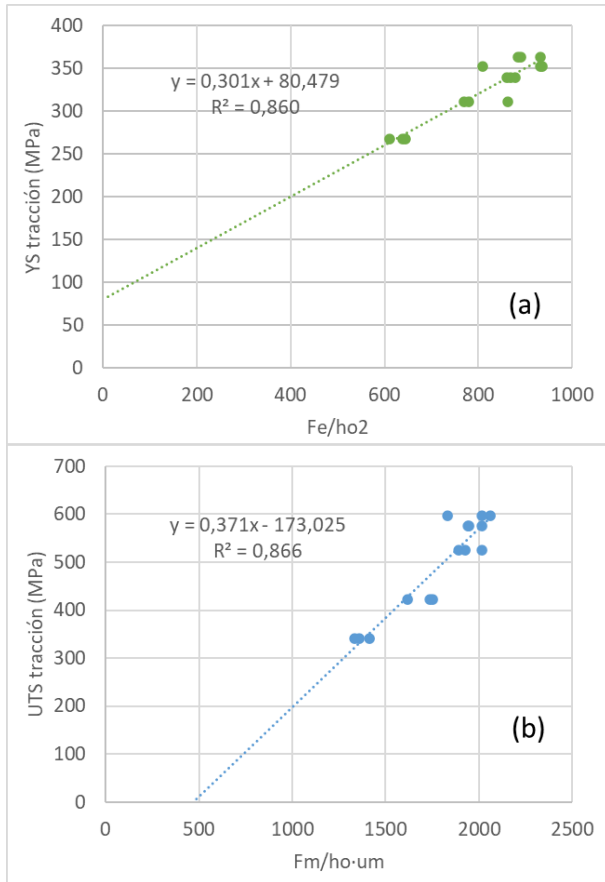


Figura 7. Correlación entre SPT y ensayo de tracción según M2: a) límite elástico. b) resistencia mecánica.

Por último, el M3 utiliza los parámetros de correlación genéricos de SPT [10] que se corresponden con las ecuaciones 7 y 8.

$$YS = 0,476 \frac{F_e}{h_0^2} \quad (R^2 = 0,889) \quad (7)$$

$$UTS = 0,277 \frac{F_m}{h_0 \cdot u_m} \quad (R^2 = 0,940) \quad (8)$$

Los promedios y desviaciones típicas de los resultados de las propiedades mecánicas estimados mediante estos 3 métodos de cálculo se resumen en la tabla 3.

Estos resultados junto con los obtenidos en los ensayos de tracción se comparan en la figura 8a y 8b para YS y UTS, respectivamente.

En los resultados mostrados en la figura 8, se observa cómo, tanto YS como UTS, decaen a medida que aumenta el tiempo de mantenimiento del metal fundido en la unidad de colada. Por ello, la técnica de SPT se puede considerar un ensayo apropiado para caracterizar la evolución de la forma del grafito desde el nódulo a la morfología compacta.

Tabla 3. Valores de YS y UTS (MPa) obtenidos con SPT utilizando diferentes métodos de cálculo.

Ref.	M1		M2		M3	
	YS	UTS	YS	UTS	YS	UTS
N2	358 ± 10	544 ± 34	352 ± 8	558 ± 45	430 ± 12	546 ± 34
N4	354 ± 29	543 ± 11	349 ± 22	557 ± 15	425 ± 34	545 ± 11
N6	345 ± 4	537 ± 18	342 ± 3	549 ± 24	414 ± 5	539 ± 18
N7	319 ± 21	470 ± 20	322 ± 16	458 ± 27	383 ± 25	471 ± 20
N16	251 ± 7	378 ± 11	270 ± 5	335 ± 15	300 ± 9	379 ± 11

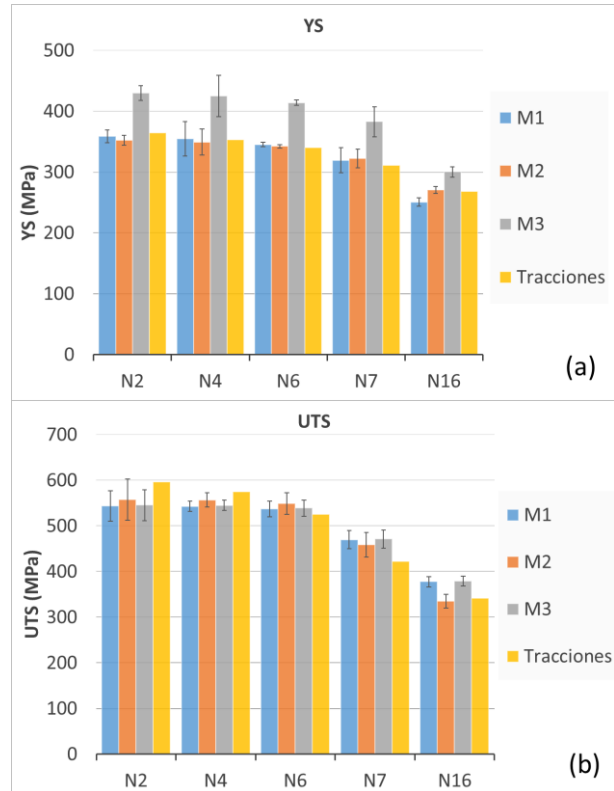


Figura 8. Resultados de la estimación de las propiedades mecánicas con SPT según distintos métodos de cálculo. (a) YS; (b) UTS.

Con los resultados obtenidos y tomando como referencia las tracciones, se calculan los errores de cada estrategia. Los errores calculados para YS y UTS se muestran en la figura 9.

Los errores obtenidos para YS con las correlaciones del M1 y M2, en la mayor parte de las muestras, son inferiores al 5%. Sin embargo, el error obtenido mediante M3 se eleva hasta un 10-25%. Teniendo en cuenta que los errores cometidos en las correlaciones de M1 y M2 son muy bajos, los valores de M2 para el cálculo de YS son mejores.

Por otro lado, en el cálculo de UTS, los errores de las 3 correlaciones estudiadas son similares y apenas existen diferencias notables. En la mayoría de los casos el error es muy bajo, inferior a un 10% en el peor de los casos.

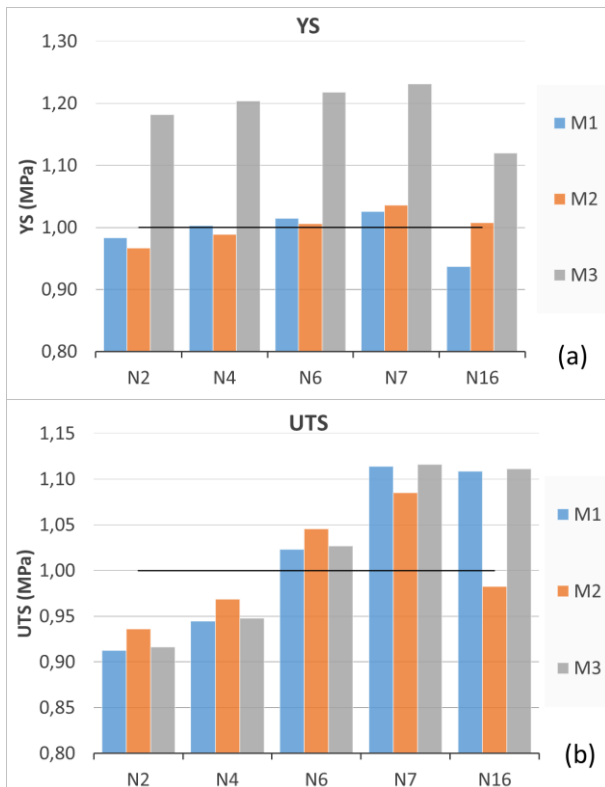


Figura 9. Errores obtenidos para cada método teniendo en cuenta los resultados de tracción como referencia: (a) YS; (b) UTS.

4. CONCLUSIONES

Tras analizar los resultados del estudio, se obtienen las siguientes conclusiones:

- Existe una clara relación entre los resultados de SPT, las micrografías, los ensayos de tracción llevados a cabo.
- La técnica de ensayo en miniatura SPT demuestra tener capacidad para detectar los cambios en las propiedades mecánicas producidos por la degeneración del grafito.
- Los valores de correlación genéricos de SPT son un buen punto de referencia para realizar estudios mediante SPT, pero en determinados casos los errores cometidos pueden ser excesivos si se quiere estimar las propiedades mecánicas concretas del material.
- Los errores cometidos utilizando la correlación mediante M1 y M2 son muy bajos. Aun así, se considera un mejor estimador el método de correlación M2.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a Betsaide S.A.L. las facilidades para llevar a cabo la fabricación de las aleaciones en una de sus plantas de producción.

REFERENCIAS

- [1] G. Alonso, J.R. Olaizola, D.M. Stefanescu, R. Suarez, The effects of holding time in the heating/pouring unit on the metallurgical quality of spheroidal graphite iron, *Int. J. Met.* 17 (2022).
- [2] D. Boldyrev, S. Nefed 'ev, R. Amirov, A. Koldin, Ductile iron with nodular and compact graphite as a rational alternative to malleable cast iron, *E3S Web of Conferences* 389 (2023) 02019.
- [3] L. Ceschini, A. Morri, A. Morri, Effects of casting size on microstructure and mechanical properties of spheroidal and compacted graphite cast irons: Experimental results and comparison with international standards, *J. Mater. Eng. Perform.* 26 (2017) 2583-2592.
- [4] G. F. Geier, W. Bauer, B. J McKay, P. Schumacher, Microstructure transition from lamellar to compacted graphite using different modification agents, *Mater. Sci. Eng. A.* 413 (2005) 339-345.
- [5] ASTM E3205, Standard Test Method for Small Punch Testing of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, (2020).
- [6] X. Geng, J. Peng, L. Jiang, X. Liu, Y. Tu, Z. Xue, Experimental study of mechanical properties and fracture modes in different regions of the nickel-based welding joint based on small punch test. *World Weld.* 67 (2023) 637-650.
- [7] Z. Li, Y. Hu, T. Chen, X. Wang, P. Liu, Y. Lu, Microstructural evolution and mechanical behavior of thermally aged cast duplex stainless steel. *Materials* 13 (2020) 5636.
- [8] H. S. Shin, J. Yeo, U.B. Baek, Influence of specimen surface roughness on hydrogen embrittlement induced in austenitic steels during in-situ small punch testing in high-pressure hydrogen environments. *Metals*, 11(10) (2021) 1579.
- [9] E. Lucon, J. Benzing, N. Hrabec, Development and validation of small punch testing at NIST, National Institute of Standards and Technology NISTIR 8303, *Natl. Inst. Stand. Technol. Interag. Intern.* 8303 (2020) 55.
- [10] T. E. García, C. Rodríguez, F. J. Belzunce, C. Suárez, Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test, *J. Alloys Compd.*, 582 (2014) 708-717.