

**BADANIA STRUKTURALNE ŻELIWA SFEROIDALNEGO PO  
DWUSTOPNIOWYM HARTOWANIU IZOTERMICZNYM**

M. KACZOROWSKI<sup>1)</sup>, A. KRZYŃSKA<sup>2)</sup>, M. PSODA<sup>2)</sup>  
Zakład Odlewnictwa Instytutu Technologii Materiałowych  
Politechnika Warszawska  
ul. Narbutta 85, 02-524 Warszawa

**STRESZCZENIE**

W pracy przedstawiono wyniki badań strukturalnych odlewów z żeliwa z grafitem kulkowym, poddanych dwustopniowemu hartowaniu izotermicznemu. Obok obserwacji metalograficznych przeprowadzono badania dyfraktometryczne, których celem było uzyskanie informacji niezbędnych dla przeprowadzenia identyfikacji niespodziewanej mikrostruktury w odlewach z żeliwa sferoidalnego po dwustopniowym hartowaniu izotermicznym. Jakkolwiek mikrostruktura w odlewach hartowanych dwustopniowo okazała się zupełnie odmienna od tej jakiej się spodziewano, to jednak zapewniła uzyskanie całkiem niezłej kombinacji własności wytrzymałościowych i plastycznych.

*Key words: nodular cast iron, austempered ductile iron*

**1. WPROWADZENIE**

Żeliwo ADI jest obecnie jednym z najbardziej intensywnie badanych tworzyw odlewniczych, a powodem tego jest wyjątkowe skojarzenie wysokich własności wytrzymałościowych i plastycznych. Wystarczy powiedzieć, że w grupie żeliwa ADI znajdują się gatunki wysokowytrzymałe, których wytrzymałość na rozciąganie osiąga wartość 1700MPa przy wydłużeniu do 1% oraz gatunki o  $R_m$  wynoszącym „tylko” 1000MPa ale o wydłużeniu 8%. Nic dziwnego, że żeliwo ADI jest bezkonkurencyjne jeśli idzie o pozostałe gatunki żeliwa ale stwarza zagrożenie dla staliwa a nawet stali.

---

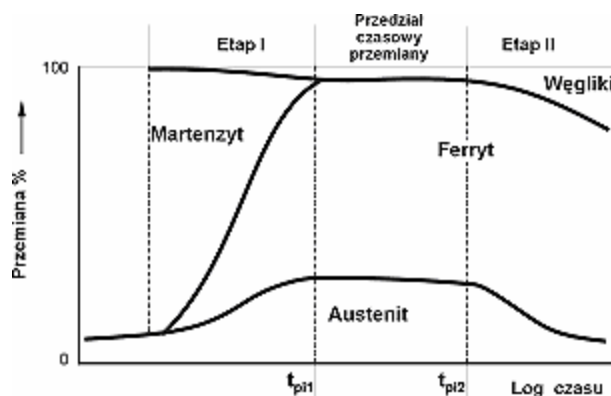
<sup>1)</sup> Prof. dr hab. inż. Mieczysław Kaczorowski - , e-mail: m.kaczorowski @ wip.pw.edu.pl

<sup>2)</sup> Dr inż. Anna Krzyńska –. e-mail: a.krzyńska @wip.pw.edu.pl

<sup>3)</sup> Dr Marek Psoda

Jakby tego było mało to w internecie [1] znajduje się przykład, z którego wynika, że może być ono również konkurencyjne dla stopów Al., które wszystkim kojarzy się z najbardziej klasycznym przedstawicielem stopów metali lekkich.

Choć powszechnie wiadomo, że wzrost wytrzymałości wiąże się nieodłącznie ze zmniejszeniem własności plastycznych, to kuszące wydaje się podjęcie próby nad uzyskaniem jeszcze bardziej atrakcyjnych własności mechanicznych. Podstawą to takich rozważań jest wykres zamieszczony na rys.1. Z wykresu wynika, że osnowa metalowa żeliwa ADI składa się z mieszaniny ferrytu bainitycznego i austenitu zwanej w skrócie ausferrytem, obok którego czasami występuje martenzyt. Ten ostatni pojawia się gdy hartowanie izotermiczne przeprowadza się w stosunkowo niskiej temperaturze. Hartowanie w wyższym zakresie temperatury prowadzi do otrzymania gatunków żeliwa ADI o znacznej plastyczności, która jest tym większa im większy jest udział austenitu.



Rys. 1. Zakres „przedziału czasowego przemiany”  $t_{pi1}+t_{pi2}$ : podczas hartowania izotermicznego w temperaturze  $T_{pi}=260\div 350^{\circ}\text{C}$ , [14].

Fig.1. The range of „processing window”  $t_{pi1}+t_{pi2}$ , for austempering at the temperature  $T_{pi}=260\div 350^{\circ}\text{C}$ , [14].

Obecność austenitu jest spowodowana jego stabilizacją wskutek silnego przesylenia węglem, „wtłaczanego” przez igły ferrytu bainitycznego, wzrastające podczas hartowania izotermicznego. Zdaniem niektórych badaczy, przesylenie to może sięgać nawet powyżej 2%, co zresztą stwierdzili autorzy niniejszego opracowania [2,3].

Analiza własności mechanicznych żeliwa ADI pod kątem mikrostruktury osnowy żeliwa ADI zwłaszcza udziału poszczególnych faz umożliwia postawienie tezy, że za zmniejszenie plastyczności żeliwa ADI, które nieodłącznie towarzyszy wzrostowi własności wytrzymałościowych jest odpowiedzialny martenzyt. Tenże tworzy się w szczególności podczas hartowania izotermicznego w stosunkowo niskiej temperaturze, np.  $250 - 300^{\circ}\text{C}$ . Stąd już tylko krok do postawienia tezy, że jeśli w jakiś sposób uniemożliwić powstanie martenzytu, a jednocześnie hartowanie prowadzić w stosunkowo niskiej temperaturze to niewykluczone, że można byłoby otrzymać żeliwo ADI o jeszcze lepszym skojarzeniu własności wytrzymałościowych i plastycznych. Wydaje się, że można to uzyskać przy zastosowaniu dwustopniowego hartowania

izotermicznego. W tym wypadku należałoby w pierwszej kolejności zastosować hartowanie w wyższej temperaturze by nie dopuścić do powstania martenzytu, a jednocześnie spowodować przesylenie austenitu węglem na tyle by obniżyć temperaturę początku przemiany martenzytycznej. W drugim etapie hartowanie należałoby prowadzić w niskiej temperaturze by uniemożliwić rozrost mieszaniny ferrytu i austenitu, a jednocześnie bardzo dokładnie kontrolować przebieg przemiany. Powyższe rozważania doprowadziły do podjęcia prób nad dwustopniowym hartowaniem izotermicznym, których wyniki zamieszczono w niniejszym opracowaniu.

## 2. MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

W badaniach wykorzystano żeliwo sferoidalne o składzie chemicznym: 3.72%C, 2.59%Si, 0.25%Mn, 0.036%P, 0.007%S, 0.01%Cr, 0.01%Ni, 0.8%Cu oraz 0.065%Mg. Odlewy doświadczalne YII wykonano w Odlewni PZL WOLA. Z odlewów wycięto próbki pięciokrotne do badań wytrzymałościowych o średnicy w części pomiarowej 8mm. Próbki były poddane obróbce cieplnej polegającej na austenitacji przez 60 minut w temperaturze 900°C, po którym były dwustopniowo hartowane izotermicznie. Pierwszy etap hartowania polegał na szybkim chłodzeniu od temperatury austenitacji do temperatury 350°C, gdzie były przetrzymane przez czas 10 minut, a następnie próbki były przenoszone do złoża o temperaturze 275°C, w którym wytrzymywano je przez 30, 60 i 90 minut. Obróbkę cieplną przeprowadzono w Instytucie Mechaniki Precyzyjnej w Warszawie.

Obrobione cieplnie próbki były badane na maszynie wytrzymałościowej celem wyznaczenia wytrzymałości na rozciąganie  $R_m$ , umownej granicy plastyczności  $R_{0.2}$  oraz wydłużenia  $A_5$  oraz badaniom twardości. Badania twardości wykonano na twardościomierzu uniwersalnym Rockwell - Brinnel metodami Rockwell i Brinnela. W tym drugim przypadku stosowano wgłębnik w postaci kulki stalowej o średnicy 2.5 mm obciążony przez czas 12s siłą 187.5kN. Pełne wyniki badań własności mechanicznych zamieszczono w pracy [4]. Ocenę mikrostruktury przeprowadzono za pomocą obserwacji zglądów metalograficznych, sporządzonych w płaszczyźnie prostopadłej do osi próbek wytrzymałościowych. Zgłady wykonano tradycyjnie metoda szlifowania i polerowania mechanicznego na urządzeniu f-my Struers. Po wypolerowaniu zgłady zostały wytrawione 5% roztworem  $HNO_3$  w  $C_2H_5OH$ .

## 3. WYNIKI BADAŃ

### 3.1. Wyniki badań własności mechanicznych

W tabeli 1 zamieszczono wyniki badań własności mechanicznych, zarówno na maszynie wytrzymałościowej jak i pomiarów twardości.

Tabela 1. Wyniki badań własności mechanicznych  
Table 1. The results of mechanical testing

Czas hartowania w T = 275°C[min]	R <sub>m</sub> [MPa]	R <sub>0.2</sub> [MPa]	A <sub>5</sub> [%]	HB	HRC
Materiał surowy	896	545	4.6	285.9 ± 1.9	21.8 ± 2.3
0 <sup>1)</sup>	1165	718	4.7	370.7 ± 8.2	36.6 ± 2.0
30	1164	773	4.8	335.4 ± 8.2	31.4 ± 0.8
60	1097	727	6.3	348.0 ± 4.5	31.0 ± 0.8
90	1092	769	3.4	328.2 ± 4.7	30.8 ± 0.6

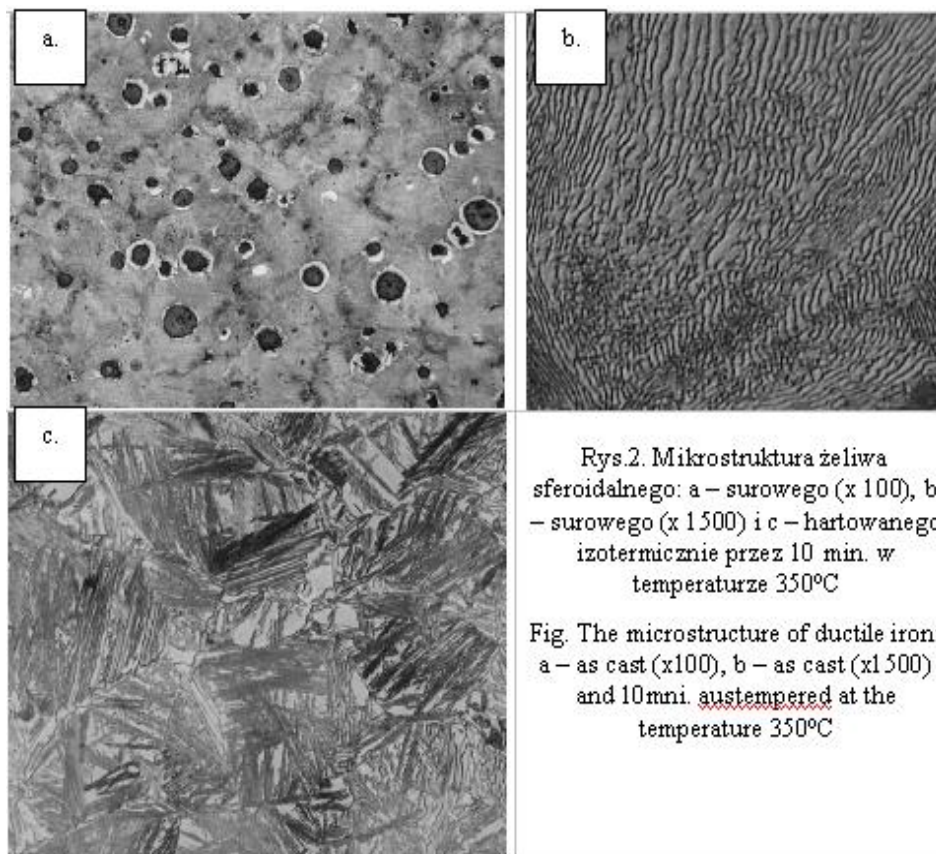
Z tabeli 1 widać, że dwustopniowe hartowanie izotermiczne żeliwa z grafitem sferoidalnym doprowadziło do istotnego zwiększenia twardości. Porównanie wartości R<sub>m</sub> oraz R<sub>0.2</sub> z odpowiednimi wartościami dla żeliwa surowego wskazuje, że obróbka cieplna spowodowała istotny wzrost wytrzymałość na rozciąganie oraz umownej granicy plastyczności. Co ciekawe wzrost własności wytrzymałościowych nie nastąpił kosztem zmniejszenia wydłużenia, które w materiale surowym wynosiło 4.6%. Już w tym miejscu pojawiają się jednak pewne wątpliwości co do korelacji pomiędzy wynikami otrzymanymi dla żeliwa sferoidalnego hartowanego izotermicznie jednostopniowo (drugi wiersz od góry w tabeli 1: t = 0) oraz wynikami otrzymanymi dla żeliwa sferoidalnego hartowanego dwustopniowo.

### 3.2. Wyniki badań strukturalnych

Badania strukturalne przeprowadzono na mikroskopie metalograficznym OLYMPYUS IX-70, przy powiększeniu od 100 do 1500 razy. Najbardziej charakterystyczne mikrostruktury dla każdego wariantu obróbki cieplnej zarejestrowano na zdjęciach. Rys.2 pokazuje przykład osnowy metalowej żeliwa sferoidalnego surowego, zaś na rys. 3 zamieszczono mikrostrukturę tego samego żeliwa po dwustopniowym hartowaniu izotermicznym.

Ze zdjęć metalograficznych (rys.2) wynika, iż materiał surowy był żelivem sferoidalnym o osnowie niemal całkowicie perlitycznej. Po hartowaniu izotermicznym przez 10 minut w temperaturze 350°C otrzymano żeliwo ADI o charakterystycznej ausferytycznej osnowie (rys.3a), z wyraźnie widocznymi listwami ferrytu bainitycznego na tle jasnego austenitu. W żadnym z obserwowanych miejsc nie stwierdzono obecności igieł martenzytu.

<sup>1)</sup> Wartości dla żeliwa sferoidalnego po jednostopniowym hartowaniu przez 10minut w T = 350°C (bez drugiego stopnia hartowania w T = 275°C)

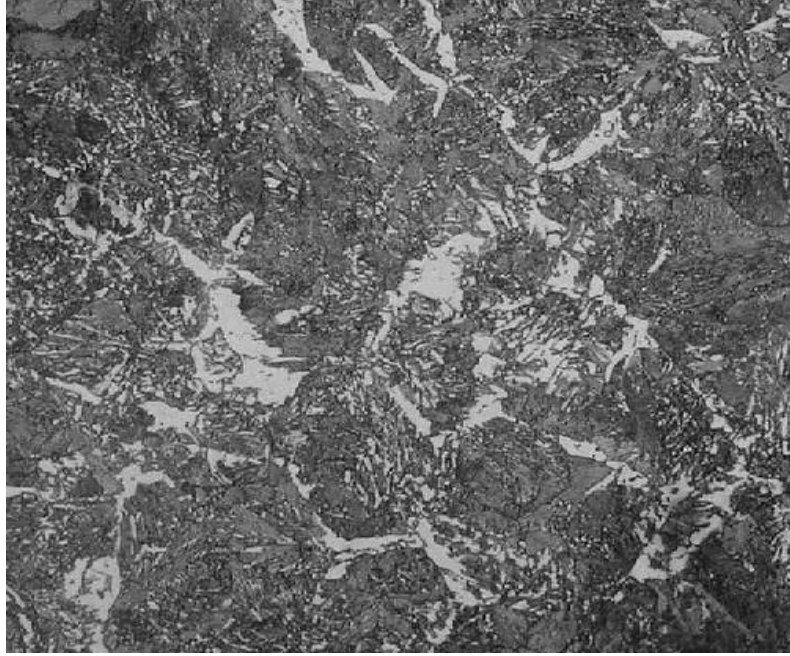


Rys.2. Mikrostruktura żeliwa sferoidalnego: a – surowego (x 100), b – surowego (x 1500) i c – hartowanego izotermicznie przez 10 min. w temperaturze 350°C

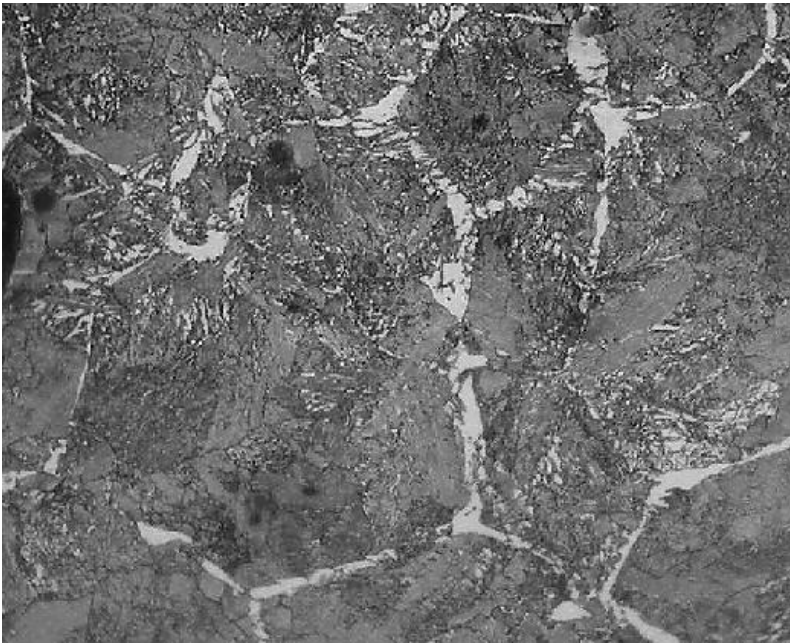
Fig. The microstructure of ductile iron: a – as cast (x100), b – as cast (x1500) and 10mni. austempered at the temperature 350°C

Mikrostruktura uległa zasadniczej zmianie po dwustopniowym hartowaniu izotermicznym (rys.3) Pierwsze dwa zdjęcia (rys.3a i b) ukazują dość wyraźną iglastą morfologię ziaren choć trzeba przyznać, iż jest ona bardziej podobna do mikrostruktury Widmanstättena w przegrzanym staliwie niż do ausferytu. Tę ostatnią najbardziej przypomina mikrostruktura zamieszona na rys.3c, choć i w tym wypadku morfologia poszczególnych faz odbiega od tej jaką obserwuje się w żeliwie ADI hartowanym jednostopniowo.

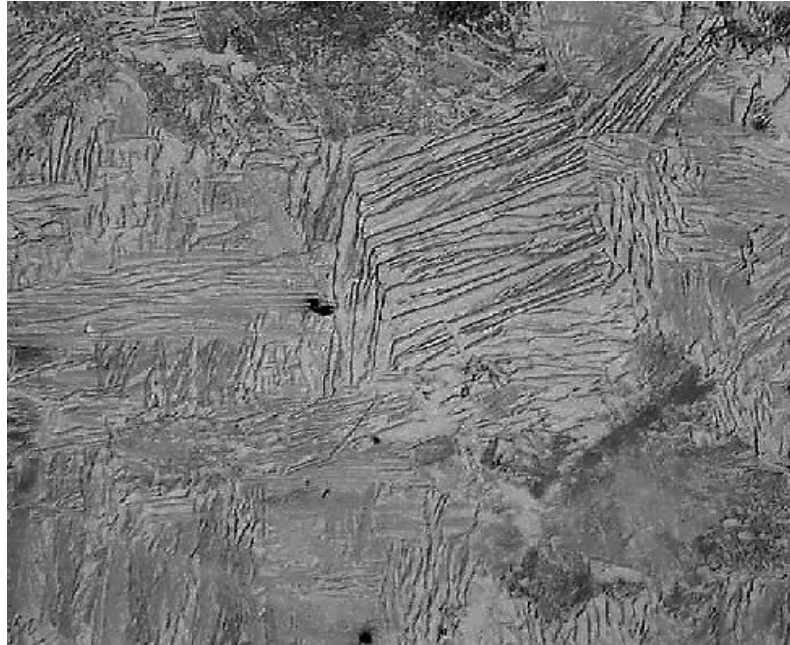
a.



b.



c.



Rys.3. Mikrostruktura żeliwa sferoidalnego hartowanego 10 min. w temperaturze 350°C, a następnie w temperaturze 275°C przez czas: a - 30 min. b – 60 min. oraz c – 90 min (powiększenie x 1000)

Fig.3. The microstructure of ductile iron after two step austempering, including 10min. holding at the temperature 350°C and then isothermal heat treatment at the temperature 275°C: a - 30min., b – 60min. and c – 90min. (magn. x 1000)

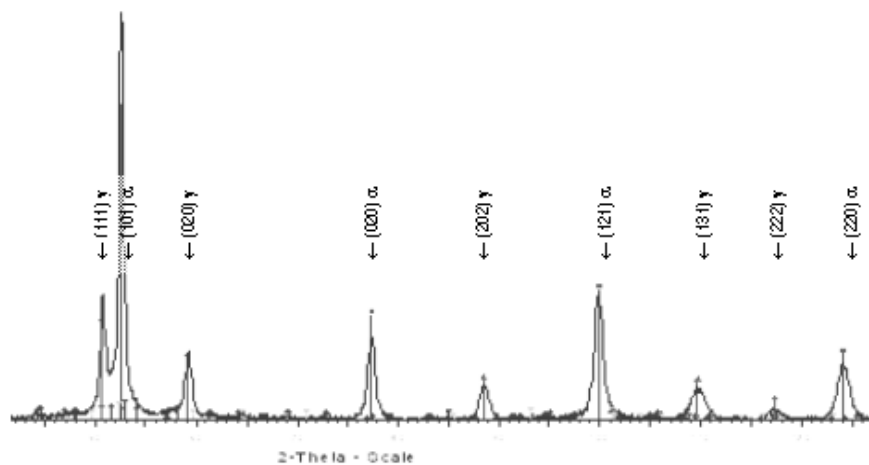
Brak możliwości jednoznacznej interpretacji mikrostruktury żeliwa pokazanej na rys.3 na podstawie cech morfologicznych, stał się bezpośrednią przyczyną sięgnięcia po badania z wykorzystaniem dyfrakcji rentgenowskiej.

### 3.2. Wyniki badań dyfraktometrycznych

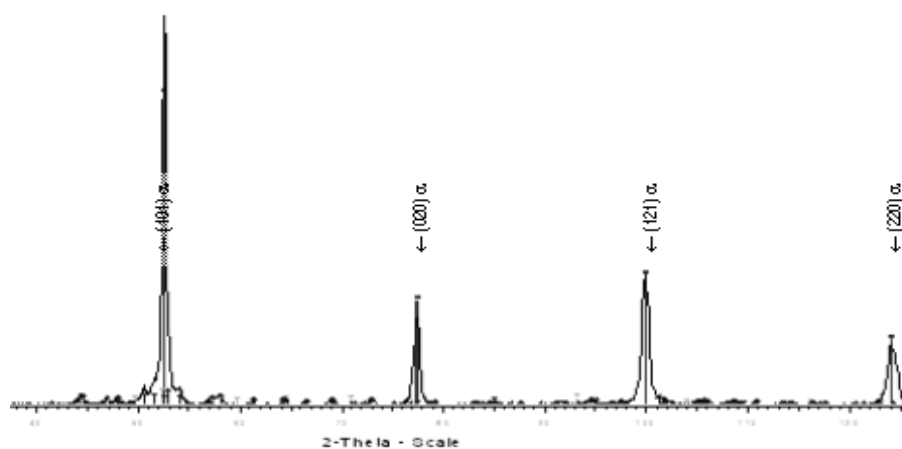
Zapisy dyfrakcyjne wykonano na dyfraktometrze rentgenowskim firmy Philips PM 8000 przy użyciu promieniowania  $\text{CoK}\alpha$  o długości  $\lambda = 0.178\text{nm}$  monochromatyzowanego wygiętym grafitem na wiązce odbitej. Warunki zapisów były następujące: napięcie - 40 kV, prąd - 30 mA, zakres kątowy  $2\theta$  - od  $20^\circ$  do  $130^\circ$ , krok  $\Delta 2\theta$  -  $0.05^\circ$  z czasem zliczania 20 s. Końcową obróbkę wyników, analizę fazową i ilustracje przeprowadzono z wykorzystaniem oprogramowania Diffrac Plus Evaluation firmy Bruker. Pełny zapis zmian intensywności refleksów dyfrakcyjnych w funkcji kąta Bragga  $2\theta$  zamieszczono na rys.4. Z dyfraktogramów wynika jednoznacznie, że austenit jest obecny tylko w żeliwie sferoidalnym, które po 10 minutowym hartowaniu izotermicznym w  $T = 350^\circ\text{C}$ , w drugim etapie hartowania było wytrzymane tylko przez

30 min. w  $T = 275^{\circ}\text{C}$  (rys.4a). Wydłużenie czasu drugiego etapu hartowania izotermicznego do 60 i 90 min. doprowadziło do całkowitego zaniku pików od austenitu. W ich miejsce na dyfraktogramach (rys.4b i c) pojawiły się refleksy od cementytu  $\text{Fe}_3\text{C}$ . Oznacza to, że w próbkach z żeliwa sferoidalnego hartowanych izotermicznie w drugim etapie przez 60 i 90min. otrzymano mieszaninę ferrytu i cementytu, czyli perlit.

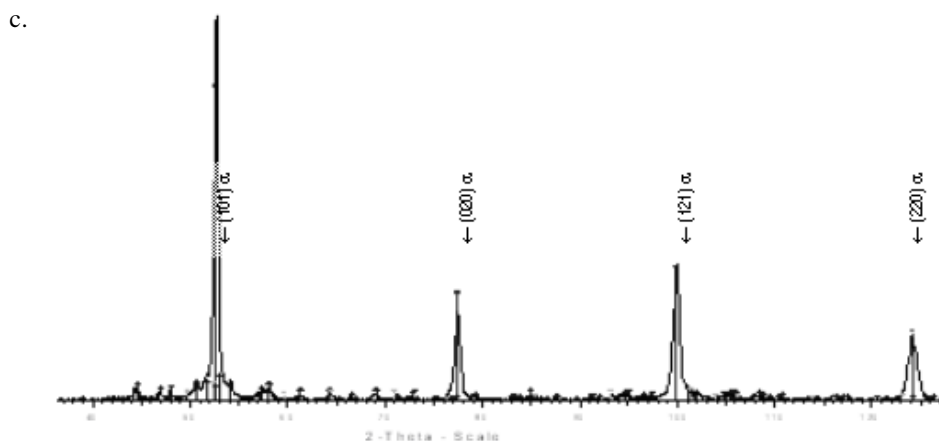
a.



b.







Rys. 4. Dyfraktogramy żeliwa po dwustopniowym hartowaniu izotermicznym:  
 a –  $t_{II}^{275} = 30\text{min}$ , b –  $t_{II}^{275} = 60\text{min}$  i c –  $t_{II}^{275} = 90\text{min}$

Fig.4. The diffractograms of two-step austempered ductile iron: a –  $t_{II}^{275} = 30\text{min}$ ,  
 b –  $t_{II}^{275} = 60\text{min}$  i c –  $t_{II}^{275} = 90\text{min}$

Obecności cementytu dowodzą słabe, ale stosunkowo wyraźnie widoczne liczne maksima dyfrakcyjne, zlokalizowane pomiędzy silnymi refleksami (pikami) od ferrytu. Liczność maksimów od  $\text{Fe}_3\text{C}$  wynika z rombowej komórki elementarnej cementytu. W rezultacie w obszarze odległości międzypłaszczyznowych  $d_{hkl} = 0.2027 - 0.1433\text{nm}$ , którym odpowiadają płaszczyznom (101) oraz 020 od ferrytu znajduje się aż 25 pików od  $\text{Fe}_3\text{C}$  o różnej intensywności, z których tylko najsilniejsze zostały zarejestrowane na dyfraktogramach [5].

#### 4. ANALIZA WYNIKÓW BADAŃ I WNIOSKI

Wyniki badań dyfrakcji rentgenowskiej wyjaśniły nieoczekiwaną mikrostrukturę w odlewach z żeliwa sferoidalnego poddanego dwustopniowemu hartowaniu izotermicznemu, w pierw przez 10 min. w temperaturze  $T = 350^\circ\text{C}$ , a następnie przez 30, 60 i 90 min. w temperaturze  $T = 275^\circ\text{C}$ . Wykazały one w sposób nie podlegający żadnej dyskusji, że mikrostruktura składająca się z mieszaniny ferrytu bainitycznego i austenitu stabilizowanego węglem ulega stopniowemu rozpadowi na perlit czyli mieszaninę ferrytu oraz cementytu  $\text{Fe}_3\text{C}$ . Taki rezultat mógł być spowodowany jedynie błędem technicznym urządzenia, tj. znacznie większą niż nastawiono temperaturą drugiego etapu hartowania. Gdyby temperatura tego etapu była tylko nieco większa, wówczas w badanym zakresie czasu otrzymano by ausferyt, a być może pod koniec pojawiły by się węgliki i to raczej  $\epsilon$  a nie  $\text{Fe}_3\text{C}$ . Stosunkowo krótkie „hartowanie” izotermiczne w temperaturze  $275^\circ\text{C}$ , jakkolwiek prowadzi do stopniowej degradacji materiału, tym

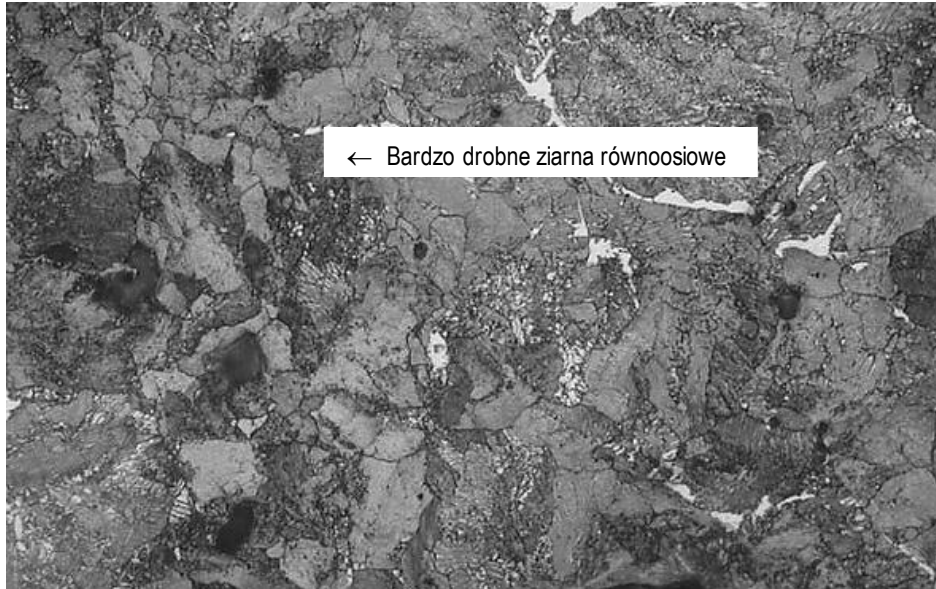
niemniej nie powoduje jeszcze całkowitego zaniku – rozkładu austenitu. Mając na względzie dokładność pomiaru, parametr sieci obliczono z posługując się refleksami 131 oraz 222 od austenitu, położone w dalszym zakresie kątów Bragga. Wyliczony w ten sposób parametr komórki elementarnej austenitu  $a_\gamma$  wstawiono do równania (1) postaci:

$$a_\gamma = 0.3548 + 0.0044x, \quad (1)$$

w którym:  $a_\gamma$  - parametr sieci austenitu w nanometrach,  
 $x$  – zawartość węgla w komórce elementarnej austenitu.

Korzystając z tego równania wyznaczono przesylenie austenitu węglem  $x$ , które okazało się być równe 1.82%. To przesylenie węglem przyczyni się nie tylko do jego stabilizacji termodynamicznej ale również i do umocnienia osnowy metalowej. Jeśli do tego dodać bardzo dużą dyspersję składników strukturalnych w szczególności, obserwowaną w wielu miejscach, silnie rozdrobnioną strukturę ziarnową (rys.4) łatwo zrozumieć dość wysokie własności nie tylko wytrzymałościowe ale i plastyczne.

Jedną z bardziej interesujących informacji zawartych w tabeli 1 jest obecność maksimum twardości HB,  $R_{0.2}$  oraz wydłużenia  $A_5$  dla próbek hartowanych przez 60 minut w temperaturze 275°C. Jest to zaskakujące z dwóch powodów. Po pierwsze wzrost własności wytrzymałościowych nie dokonuje się on kosztem zmniejszenia plastyczności. Po drugie przyrost plastyczności obserwuje się równoległe z zanikiem austenitu, którego udział warunkuje ciągliwość żeliwa ADI. Wydaje się, iż można to wyjaśnić zmianą morfologii ziaren. Jak wynika z obserwacji metalograficznych, żeliwo hartowane w pierwszym etapie 10 minut w temperaturze 350°C ma charakterystyczną budowę ausferrytyczną, w której wyraźnie widać igły ferrytu na tle austenitu (rys.2c). Igły te zanikają stopniowo w początkowym okresie drugiego etapu hartowania izotermicznego, prowadzonego w temperaturze 275°C (rys.3a) by występować w ilości niemal szczątkowej po upływie 60min hartowania w tej temperaturze (rys.3b). W tym czasie często obserwowano mikrostrukturę zbudowaną z bardzo małych, niemal równoosiowych ziaren, której przykład zamieszczono na rys.4. Zanik fazy o morfologii iglastej może przyczyniać się do zmniejszenia liczby miejsc stanowiących koncentraty naprężenia. Jakkolwiek są to tylko przypuszczenia, to jednak umocnienie, którego oznaką jest wzrost twardości mogłoby wynikać z efektu Halla-Petcha. Ten rodzaj umocnienia, w połączeniu z niemal równoosiową geometrią ziaren nie musiał by niekorzystnie wpływać na własności plastyczne.



Rys.4. Bardzo drobne ziarna w osnowie żeliwa sferoidalnego hartowanego izotermicznie w temperaturze 350°C przez czas 10 min. a następnie 60 minut w temperaturze 275°C (x1000)

Fig. 4. A very small grains in the matrix of ductile iron austempered first 10 min. at the temperature 350°C and then 60min. at the temperature 275°C (x1000)

Mimo niepowodzenia, autorzy są głęboko przekonani o słuszności tezy odnośnie do korzystnych skutków hartowania izotermicznego. W szczególności uważają, że hartowanie dwustopniowe powinno przyczynić się do uzyskania wyraźnie lepszej kombinacji wytrzymałości i plastyczności. Z tego powodu ponownie podjęto badania w tym zakresie, a ich wyniki zostaną wkrótce ogłoszone.

## 5. WNIOSKI

Na podstawie zaprezentowanych w pracy wyników oraz ich analizy wydaje się, że można na ich podstawie sformułować wniosek, iż hartowanie izotermiczne niskostopowego żeliwa sferoidalnego przez 90 minut w temperaturze 260°C prowadzi do uzyskania żeliwa ADI o osnowie zasadniczo ausferrytycznej, zawierającej pewną ilość martenzytu oraz ultradyspersyjne wydzielenia o wielkości nieco powyżej 5nm, ułożone głównie na granicach międzyfazowych ferryt – austenit.

## REFERENCES

- [1] <http://indigo4.gr.rwth-aachen.de/tlyer/squeeze/pic3.html>
- [2] M. Kaczorowski, D. Myszka: Prace ITMat., PW, (2003) s.10
- [3] Dymski S.: Kształowanie struktury i właściwości mechanicznych żeliwa sferoidalnego podczas izotermicznej przemiany bainitycznej, ATR, Bydgoszcz 1999
- [4] M. Kaczorowski, A. Krzyńska, D. Myszka: Własności mechaniczne żeliwa sferoidalnego po dwustopniowym hartowaniu izotermicznym, przyjęty do druku w Archiwum Odlewnictwa
- [5] K.W. Andrews, D.J. Dyson, S.R. Keown: Interpretation of electron diffraction patterns, London 1968

## THE STRUCTURE INVESTIGATIONS OF TWO - STAGE AUSTEMPERED DUCTILE IRON

### SUMMARY

The results of the structure investigations of two stage austempered of ductile iron castings are presented. Apart from conventional metallography, the X – ray studies were carried out. The aim of these studies was to deliver the informations which allowed interpretation of the unusual microstructure observed in the ductile iron castings after two - step austempering process. However, the microstructure identified in the ductile iron castings appeared to be no ausferrite as it was expected, nevertheless it has enabled pretty good combination high strength and ductility.

Recenzował: prof. zw. dr hab. inż. Stanisław Pietrowski