

Określenie optymalnych parametrów obróbki hartowania z przemianą izotermiczną żeliwa sferoidalnego Ni-Cu (Mo,Mn) na podstawie wykresów CTPc i CTPi

Determination of the optimal austempering parameters of Ni-Cu (Mo,Mn) ductile iron based on CCT and TTT diagrams

Andrzej Gazda¹

¹Instytut Odlewnictwa, Centrum Badań Wysokotemperaturowych, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków

¹Foundry Research Institute, Centre for High-Temperature Studies, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków, Poland

E-mail: andrzej.gazda@iod.krakow.pl

Received: 31.03.2016. Accepted in revised form: 30.06.2016.

© 2016 Instytut Odlewnictwa. All rights reserved.

DOI: 10.7356/iod.2016.11

Streszczenie

Abstract

W pracy przeprowadzono kompleksową procedurę określenia optymalnych parametrów obróbki cieplnej żeliwa sferoidalnego z dodatkiem Ni, Cu, Mo i Mn poddanego hartowaniu z przemianą izotermiczną w celu uzyskania żeliwa ADI. Na podstawie skonstruowanych wykresów CTPc i CTPi wyznaczono podstawowe parametry obróbki – temperaturę i czas austenizacji, krytyczną szybkość studzenia do temperatury przemiany izotermicznej oraz dla dowolnych, wybranych wartości temperatury ausferrytacji – czas ausferrytacji. Stwierdzono, że dla temperatury przemiany izotermicznej powyżej 400°C okno procesu jest zamknięte.

Analiza wykresu CTPi stwarza możliwość doboru czasu przemiany izotermicznej w złożonych i cyklicznych wariantach obróbki cieplnej ADI.

Słowa kluczowe: ADI, ausferyt, wykres CTPc, wykres CTPi

In the research, a complex procedure was performed to determine the optimal parameters of thermal treatment of ductile iron with Ni, Cu, Mo and Mn additions which underwent austempering in order to obtain the ADI cast iron. Based on the constructed CCT and TTT diagrams, the basic heat treatment parameters were determined, i.e. the austenitizing temperature and time, the critical rate of cooling down to the isothermal transformation temperature and – for the selected values of the austempering temperature – the austempering times. It was established that, for the isothermal transformation temperature above 400°C, the processing window is closed.

The analysis of the TTT diagram makes it possible to select the time of the isothermal transformation in complex cyclic variants of the ADI thermal treatment.

Keywords: ADI, ausferrite, CCT diagram, TTT diagram

1. Wstęp

ADI (*Austempered Ductile Iron*), żeliwo sferoidalne poddane hartowaniu z przemianą izotermiczną, charakteryzuje się dobrymi właściwościami wytrzymałościowymi i plastycznymi, a obecność w strukturze grafitu kulkowego zapewnia: zdolność tłumienia drgań, skrawalność, odporność na ścieranie i korzystny stosunek wytrzymałości do masy.

Mikrostruktura żeliwa ADI składa się z grafitu kulkowego oraz osnowy ausferytycznej, będącej mieszaniną

1. Introduction

ADI, i.e. Austempered Ductile Iron, is characterized by good strength and plastic properties, and the presence of nodular graphite in the structure ensures: damping capacity, machinability, abrasive resistance and an advantageous strength/mass ratio.

The microstructure of the ADI cast iron consists of nodular graphite and an ausferritic matrix, which is a mixture of acicular ferrite and carbon-saturated austenite. Acicular ferrite is formed during the isothermal

ferrytu iglastego i austenitu nasyconego węglem. Ferryt iglasty powstaje podczas przemiany izotermicznej austenitu w temperaturowym zakresie tworzenia bainitu. Przemiana ta w żeliwie sferoidalnym zachodzi wolniej niż w stalach, a wysoka zawartość krzemu zapobiega tworzeniu się węglików.

W pierwszym stadium przemiany prowadzącej do powstania struktury ausferytycznej, austenit rozkłada się na ferryt iglasty α i austenit $\gamma_s(C)$, który w miarę zachodzenia przemiany wzbogaca się w węgiel aż do zahamowania procesu powstawania ferrytu iglastego. Rośnie stabilność nasyconego węglem austenitu względem powstawania martenzytu podczas ochłodzenia do temperatury otoczenia. Po określonym czasie stabilności struktury $\alpha + \gamma_s(C)$ (okno procesu) następuje drugie stadium procesu – rozkład austenitu wzbogaconego w węgiel na ferryt i fazy węglkowe Fe_3C (lub ϵ).

Żeliwo ADI jest przedmiotem wielu badań i publikacji ze względu na swoje atrakcyjne właściwości użytkowe oraz możliwość analizy mechanizmu i kinetyki przemian fazowych prowadzących do powstania struktury ausferytycznej, np. [1–6].

Dodatek pierwiastków stopowych polepsza hartowność żeliwa i ma znaczenie jedynie w odlewach grubościennych. Ponieważ przemiana ausferytyczna rozpoczyna się w pobliżu wydzieleni węgla (obniżona zawartość węgla w austenicie), a w obszarach międzydendrytycznych o podwyższonej zawartości węgla, inicjowana jest później, mogą pojawić się w strukturze stopu dwa rodzaje austenitu – wchodzący w skład ausferrytu (podwyższona zawartość Ni, Si) i niskowęglowy, niestabilny, skłonny do utworzenia martenzytu po ochłodzeniu do temperatury otoczenia. Mangan wpływa znacząco na hartowność żeliwa, lecz ponieważ w czasie krzepnięcia segreguje na granicy kolonii eutektycznych gdzie tworzy węgliki, jego zawartość nie powinna przekroczyć 0,3% wag. Z podobnych względów zawartość molibdenu ogranicza się do 0,2% wag. Nikiel i miedź zwiększają hartowność i plastyczność w temperaturze przemiany izotermicznej poniżej 350°C.

Podstawowymi parametrami obróbki cieplnej są: temperatura i czas austenitacji (T_a , t_a) oraz temperatura i czas przemiany izotermicznej (T_{pi} , t_{pi}). Wzrost temperatury austenitacji zwiększa zawartość węgla w austenicie, zwiększając jego hartowność, ale wpływa to niekorzystnie na przebieg przemiany izotermicznej, wydłużając jej czas. Obniżenie temperatury austenitacji zwiększa siłę pędną przemiany w pierwszym stadium, lecz nie wpływa na procesy wydzielania węglików w drugim etapie przemiany. Temperatura austenitacji powinna być zatem minimalna i wystarczająca do nasycenia austenitu węglem do poziomu 1,1–1,3% wag.

Temperatura przemiany izotermicznej wpływa na mikrostrukturę (właściwości mechaniczne) oraz na kinetykę przemiany. Przemiana ausferytyczna zachodząca w niskiej temperaturze prowadzi do wytworzenia mate-

rialu transformation of austenite in the temperature range of bainite formation. This transformation in the ductile cast iron proceeds slower than in steels, and the high content of silicon prevents the formation of carbides.

In the first stage of the transformation leading to the formation of an ausferritic structure, austenite decomposes into a fine acicular ferrite α and austenite $\gamma_s(C)$, which, as the transformation proceeds, is enriched with carbon until the formation of ferrite is inhibited. There is an increase in the stability of carbon-saturated austenite in respect to martensite formation during cooling down to ambient temperature. After a certain time of structure stability $\alpha + \gamma_s(C)$ (processing window), the second stage of the process begins, i.e. decomposition of austenite enriched with carbon into ferrite and carbide phases Fe_3C (or ϵ).

The ADI cast iron is the subject of many investigations and publications, due to its attractive functional properties and the possibility to analyze the mechanism and kinetics of the phase transformations leading to the formation of an ausferritic structure, e.g. [1–6].

The addition of alloy elements improves the hardenability of the cast iron and is important only in thick-walled castings. Because the ausferritic transformation begins in the vicinity of the carbon spheroids (it lowers the carbon content in the austenite), and, in the interdendritic areas of a higher carbon content, it is initiated later, two types of austenite can appear in the alloy structure, i.e. austenite being part of ausferrite (higher Ni and Si content) and low-carbon, unstable, austenite with a tendency to form martensite after cooling down to ambient temperature. Manganese significantly affects the hardenability of cast iron; however, because it segregates at the eutectic colonies boundary during solidification, where it forms carbides, its content should not exceed 0.3 wt. %. For similar reasons, the content of molybdenum is limited to 0.2 wt. %. Nickel and copper increase hardenability and plasticity at the isothermal transformation temperature below 350°C.

The basic heat treatment parameters are: the austenitizing temperature and time (T_a , t_a) and the isothermal transformation temperature and time (T_{pi} , t_{pi}). An increase in the austenitizing temperature increases the carbon content in the austenite, thus increasing its hardenability, but this has a negative effect on the course of the isothermal transformation, as it prolongs its time. Lowering T_a increases the transformation driving force in the first stage, but it does not affect the process of carbide precipitation in the second stage of transformation. And so, the austenitizing temperature should be minimal and sufficient for austenite saturation to the level of 1.1–1.3 wt. % of carbon.

The isothermal transformation temperature affects the microstructure (mechanical properties) and the kinetics of the transformation. The ausferritic transformation taking place at low temperature leads to the formation of a material with a high amount of fine acicular ferrite.

riału o dużej ilości drobnego ferrytu iglastego. Struktura gwarantuje wysoką wytrzymałość na rozciąganie (R_m) przy niskich właściwościach plastycznych (mała ilość austenitu nasyconego węglem). Możliwe jest również powstawanie martenzytu w osnowie metalowej. W miarę podwyższania temperatury przemiany izotermicznej uzyskuje się pogorszenie właściwości wytrzymałościowych i wzrost wydłużenia (A_5) [7–9].

Przedmiotem wielu publikacji, np. [10–15], jest ustalenie optymalnych parametrów przemiany ausferytycznej, które zazwyczaj ogranicza się do wyboru temperatury ausferytyzacji z przedziału 230–400°C i arbitralnego, opartego na doświadczeniu doboru czasu przemiany izotermicznej oraz weryfikacji za pomocą pomiaru właściwości mechanicznych.

Celem, który podjęto w niniejszej pracy, jest próba kompleksowego rozwiązania zagadnienia doboru parametrów przemian za pomocą konstrukcji wykresów CTPc i CTPI, które umożliwiają dużą elastyczność w projektowaniu standardowej obróbki ADI, ale przede wszystkim są punktem wyjścia do racjonalnego projektowania złożonych wariantów obróbki (np. dwustopniowej, cyklicznej) przewidzianych w dalszych badaniach autora.

2. Materiał do badań

Materiał do badań stanowiło żeliwo sferoidalne z dodatkiem Ni, Cu, Mo i Mn. Wytopy żeliwa wykonano w piecu indukcyjnym. Wsad metalowy stanowiły: surówka specjalna o zawartości C – 4,30% wag., Si – 0,40% wag., Mn – 0,03% wag., złom stalowy oraz metalowe składniki stopowe w postaci ścinków blach. Po osiągnięciu temperatury 1400–1420°C przeprowadzono sferoidyzację na dnie kadzi zaprawą FeSiMg9, a następnie modyfikację, dodając FeSi75. Żeliwo rozlewano do form piaskowych ze spoiwem bentonitowym. **Rysunek 1** przedstawia kształt odlanych wlewków.

Po usunięciu układu zasilającego uzyskiwano z każdej zalanej formy dwa wałki o wymiarach około $\Phi 30$ mm \times 150 mm. **Tabela 1** przedstawia skład chemiczny materiału do badań.

The structure guarantees high tensile strength (R_m) with low plastic properties (small amount of carbon-rich austenite). It is also possible to observe the formation of martensite in the metal matrix. As the isothermal transformation temperature increases, the strength properties worsen and the elongation (A_5) increases [7–9].

The subject of many publications, e.g. [10–15], is establishing the optimal parameters of the ausferritic transformation, which are usually limited to the selection of the austempering temperature in the range of 230–400°C and an arbitrary, experience-based, selection of the isothermal transformation time as well as a measurement-based verification of the mechanical properties.

The aim of this work is an attempt at a complex solution to the issue of selecting the transformation parameters by means of constructing CCT and TTT diagrams. The latter enable flexibility in designing the standard ADI treatment, but above all, they are the starting point for a rational design of complex treatment variants (e.g. two-step, cyclic heat treatments), planned for further research by the author.

2. Test material

The test material was ductile cast iron with Ni, Cu, Mo and Mn additions. The cast iron melts were made in an induction furnace. The metallic charge was: special pig iron containing C – 4.30 wt. %, Si – 0.40 wt. %, Mn – 0.03 wt. %, steel scrap and metal alloy components in the form of metal scraps. After the temperature of 1400–1420°C was reached, spheroidization at the bottom of the ladle with a FeSiMg9 master alloy was performed, followed by modification by way of adding FeSi75. The cast iron was poured into sand moulds with a bentonite binder. **Figure 1** shows the shape of the cast ingots.

After the feed system was removed, two rods with the dimensions of about $\Phi 30$ mm \times 150 mm were obtained from each filled mould. **Table 1** shows the chemical composition of the tested material.



Rys. 1. Model wlewka

Fig. 1. Ingot model

Tabela 1. Skład chemiczny badanego materiału, % wag.
Table 1. Chemical composition of the examined material, wt. %

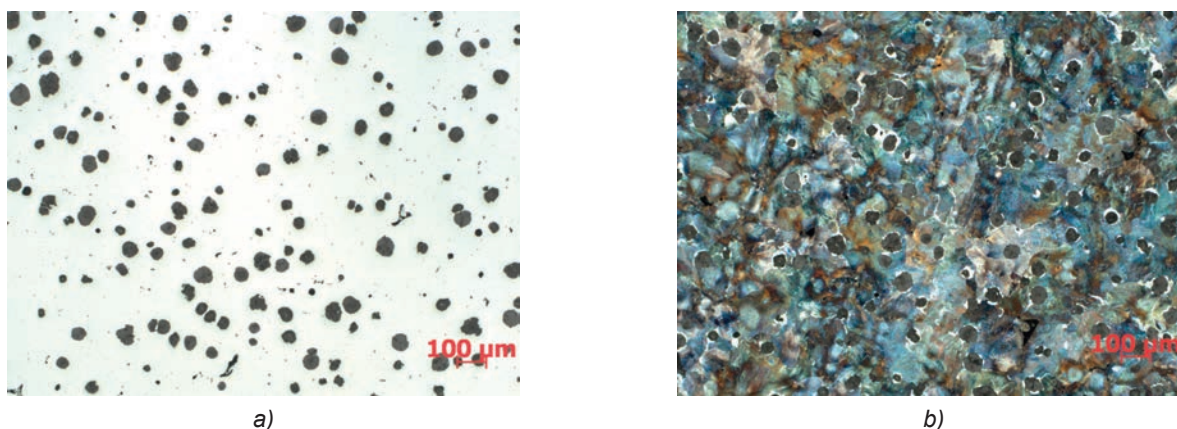
C	Si	Ni	Cu	Mn	Mo	Mg	Cr	Al	P	S
3,66	2,38	0,85	0,53	0,21	0,16	0,07	0,05	0,013	0,042	0,032

Badanie mikrostruktury grafitu przeprowadzono przez porównanie mikrostruktury próbek nietrawionych z wzorcami zamieszczonymi w normie PN-EN ISO 945-1:2009 [16]. Badanie mikrostruktury osnowy metalowej przeprowadzono na zglądach trawionych w odczynniku Mi1Fe (4% alkoholowy roztwór kwasu azotowego wg normy PN-H-04503:1961 [17]) przez porównanie mikrostruktury próbek z wzorcami, zamieszczonymi w normie PN-H-04661:1975 [18]. Badania wykonano na mikroskopie Neophot 32 firmy Zeiss, natomiast zdjęcia – na mikroskopie metalograficznym AXIO OBSERVER Z1m firmy Zeiss.

Mikrostrukturę materiału do badań w stanie po odlaniu oraz jej opis przedstawiono na rysunku 2 i w tabeli 2, odpowiednio.

The examinations of the graphite microstructure were performed by way of comparing the microstructure of non-etched samples with the models included in the standard PN-EN ISO 945-1:2009 [16]. The examination of the metal matrix microstructure was conducted on microsections etched in the Mi1Fe reagent (4% alcohol solution of nitric acid according to the standard PN-H-04503:1961 [17]) by way of comparing the samples' microstructure with the models included in the PN-H-04661:1975 [18]. The tests were performed with the use of the microscope Neophot 32 by Zeiss, whereas the images were taken by means of the metallographic microscope AXIO OBSERVER Z1m by Zeiss.

The microstructure of the test material in the state as-cast and its description are presented in Figure 2 and Table 2, respectively.



Rys. 2. Mikrostruktura badanego stopu: a) zgląd nietrawiony; b) zgląd trawiony

Fig. 2. Microstructure of the tested alloy: a) non-etched microsection; b) etched microsection

Tabela 2. Mikrostruktura osnowy i grafitu wyjściowego żeliwa sferoidalnego
Table 2. Microstructure of the matrix and initial graphite of ductile cast iron

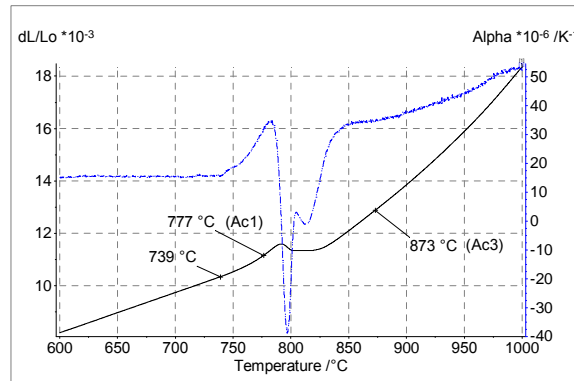
Osnowa metalowa PN-H-04503:1961 / Metal matrix PN-H-04503:1961	Grafit PN-EN ISO 945-1:2009 / Graphite PN-EN ISO 945-1:2009	Udział objętościowy V_v , % / Volume fraction V_v , %	Liczba sferoidów N , mm^2 / Nodule count N , mm^2
100%Pf1-P96	70%V16 + 30%V6	8,1	60

Badania dylatometryczne w celu określenia zakresu temperatury A_{c1} – A_{c3} , przemiany ferryt + perlit > austenit przeprowadzono za pomocą dylatomu Netzsch DIL 402C, z szybkością nagrzewania $q = 5$ K/min, w atmosferze ochronnej argonu 99,999%. Rysunek 3 przedstawia fragment krzywych dylatometrycznych – względnej

Dilatometric tests aimed at determining the temperature range A_{c1} – A_{c3} of the ferrite + perlite > austenite transformation were performed with the use of the dilatometer Netzsch DIL 402C, at the heating rate $q = 5$ K/min, in a protective argon 5.0 atmosphere. Figure 3 shows a fragments of the dilatometric curves – the

rozszerzalności dL/L_0 i liniowego współczynnika rozszerzalności cieplnej $\alpha = (dL/dT)/L_0$ (Alpha).

relative expansion dL/L_0 and the linear thermal expansion coefficient $\alpha = (dL/dT)/L_0$ (Alpha).



Rys. 3. Fragment krzywej dylatometrycznej w zakresie zachodzenia przemiany eutektoidalnej
 Fig. 3. Dilatometric curves in the temperature range of eutectoid transformation

Do pomiarów, mających na celu konstrukcję wykresów CTPc i CTPI, zastosowano dylatometr hartowniczy (*High Speed Quenching Dilatometer*) Linseis RITAL78. Jest on przeznaczony do badań dylatometrycznych, również prowadzonych z dużymi szybkościami nagrzewania/studzenia (0,01–150 K/s) materiałów, takich jak metale i stopy (przewodniki elektryczności) w szerokim zakresie temperatury od 20°C do 1600°C. Indukcyjne nagrzewanie (studzenie) stosunkowo małych próbek $\Phi 3 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ powoduje, że zmiany temperatury obejmują tylko badaną próbkę, a nie jej otoczenie. Dokładny pomiar temperatury uzyskuje się za pomocą termoelementu typu K przyspawanego do próbki. Istnieje możliwość realizacji badań w próżni (maksymalna próżnia 10^{-5} mbarów) lub standardowo w atmosferze ochronnej helu, którego nadmuch umożliwia uzyskiwanie maksymalnych szybkości studzenia. Dylatometr pozwala na:

- identyfikację, określenie wartości temperatur charakterystycznych i analizę przemian fazowych zachodzących w stanie stałym;
- konstrukcję wykresów dylatometrycznych CTPc (CCT – *Continuous Cooling Transformation*, CHT – *Continuous Heating Transformation*) i CTPI (TTT – *Time Temperature Transformation*).

3. Dobór parametrów obróbki ADI

Jako temperaturę austenitizacji wybrano, na podstawie doświadczenia i danych literaturowych, temperaturę 910°C, której wartość jest zbliżona do standardowo stosowanej w tego typu obróbce temperatury około 900°C i przekracza wyznaczoną dla stopu temperaturę A_{c3} (rys. 1). Aby określić czas austenitizacji, dla temperatury austenitizacji 910°C przeprowadzono

In the measurements aimed at constructing the CCT and TTT diagrams, the High Speed Quenching Dilatometer Linseis RITA L78 was used. It is designed for dilatometric tests, also those conducted at high heating/cooling rates (0.01–150 K/s), of materials such as metals and alloys (electrical conductors) in a wide temperature range, from 20°C to 1600°C. Inductive heating (cooling) of relatively small samples, $\Phi 3 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$, causes the temperature changes to be observed only on the examined sample and not its environment. A precise temperature measurement is obtained by means of a K-type thermocouple, which is welded to the sample. There is a possibility of conducting the tests in vacuum (maximal vacuum of 10^{-5} mbar) or, in a standard way, in a protective atmosphere of helium, the injection of which enables obtaining maximal cooling rates. The dilatometer makes it possible to:

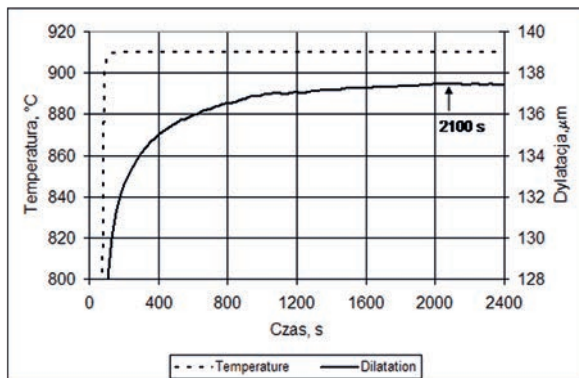
- identify and determine the values of characteristic temperatures as well as analyze the phase transformations occurring in the solid state;
- construct the dilatometric CCT (CCT – *Continuous Cooling Transformation*, CHT – *Continuous Heating Transformation*) and TTT (TTT – *Time Temperature Transformation*) diagrams.

3. Selection of parameters for ADI treatment

Based on the experience and the literature data, the selected austenitizing temperature was 910°C, which is close to the standard temperature applied in such types of treatment, i.e. about 900°C, and it exceeds the temperature A_{c3} determined for the alloy (Fig. 1). In order to determine of the austenitizing time, for the $T_a = 910^\circ\text{C}$, isothermal annealing measurements were

w dylatometrze Linseis RITA L78 pomiary izotermicznego wygrzewania (rys. 4) i stwierdzono wyrównanie krzywej, czyli zakończenie przemiany tworzenia austenitu po około 35–40 min.

conducted in the dilatometer Linseis RITA L78 (Fig. 4) and curve equalization was observed, which means the end of austenite transformation, after about 35–40 min.



Rys. 4. Określenie czasu austenitizacji stopu
Fig. 4. Determination of the alloy austenitizing time

Ostatecznie wybrano następujące parametry austenitizacji badanego żeliwa sferoidalnego: $T_a = 910^\circ\text{C}$; $t_a = 40$ min.

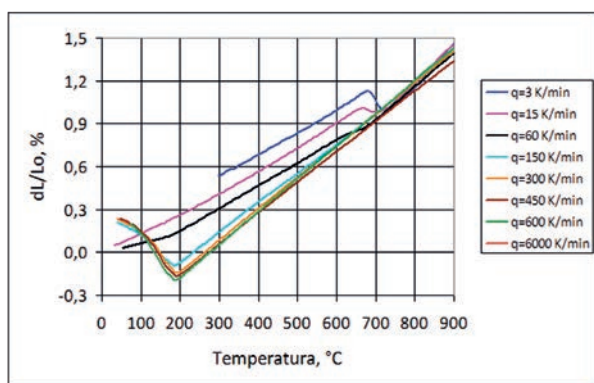
The following final austenitizing parameters of the examined ductile cast iron were selected: $T_a = 910^\circ\text{C}$; $t_a = 40$ min.

4. Konstrukcja wykresu CTPc

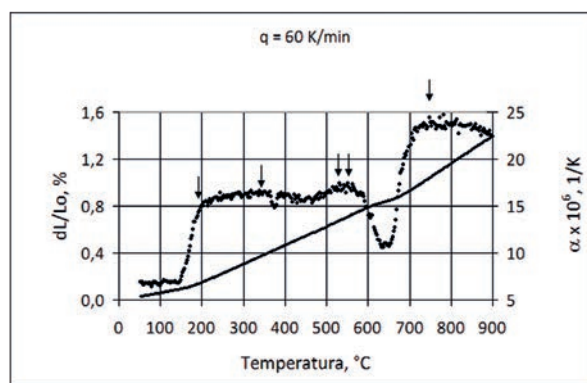
Wykres CTPc wykonano na podstawie analizy krzywych dylatometrycznych uzyskanych dla różnych, stałych szybkości studzenia próbek q od temperatury austenitizacji do temperatury otoczenia. Każdy pomiar dylatometryczny był przeprowadzony na innej próbce stopu, będącej w stanie wyjściowym – po odlaniu. **Rysunek 5a** przedstawia przykładowo takie krzywe dylatometryczne dL/L_0 dla wybranych szybkości studzenia. Szybkości studzenia zawierają się w szerokim zakresie od kilkudziesięciu K/s do kilku K/min.

4. Construction of CCT diagram

The CCT diagram was constructed based on the analysis of the dilatometric curves obtained for different constant cooling rates q , from the T_a to ambient temperature. Each dilatometric measurement was conducted on a different alloy sample in its initial as-cast state. **Figure 5** shows exemplary dilatometric curves dL/L_0 for selected cooling rates. The cooling rates are within a wide range, from a few tens K/s to a few K/min.



a)



b)

Rys. 5. Analiza krzywych dylatometrycznych: a) zmiany wymiarowe próbek studzonych z różnymi szybkościami, b) określenie temperatury zachodzących przemian

Fig. 5. Analysis of dilatometric curves: a) dimensional changes of samples cooled at different rates, b) determination of the temperature of the occurring changes

Analiza opiera się na określeniu temperaturowych punktów początku i końca zachodzących w wyniku rozpadu austenitu przemian fazowych. Rysunek 5b przedstawia przykładowe krzywe dylatometryczne – dylatację (dL/L_0) i fizyczny współczynnik rozszerzalności liniowej α , dla szybkości studzenia $q = 60$ K/min, będące podstawą do analizy i określenia jednego punktu wykresu CTPc. Wykorzystanie zależności współczynnika rozszerzalności liniowej α od temperatury ułatwia identyfikację temperatury początku i końca zachodzących przemian fazowych.

Po zakończeniu pomiaru na każdej próbce wykonywano dwa pomiary twardości HV30/15, na obu płaskich powierzchniach próbek dylatometrycznych; wyniki przedstawia rysunek 6.

Wybrane próbki, po badaniach dylatometrycznych, poddano również obserwacjom metalograficznym w celu jakościowej oceny osnowy, co przedstawiają rysunki 7a–h.

Rysunek 8 przedstawia skonstruowany na podstawie zebranych danych wykres CTPc badanego żeliwa sferoidalnego.

Na podstawie wykresu CTPc określono krytyczną szybkość studzenia q_c , czyli minimalną szybkość studzenia od temperatury austenitacji do temperatury przemiany izotermicznej, która gwarantuje niewystępowanie perlitu i ferrytu w strukturze; wynosi ona 5 K/s.

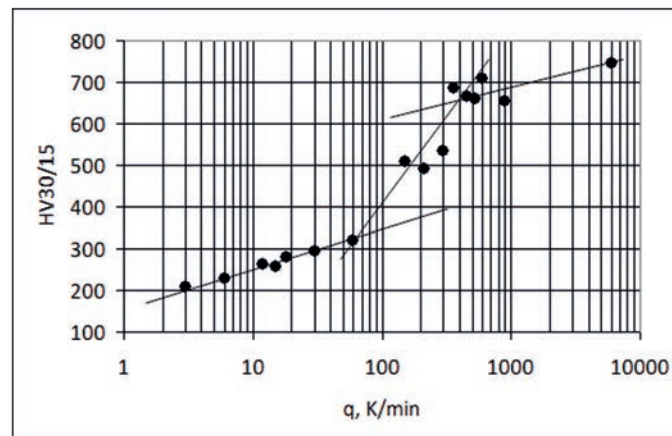
The analysis is based on determining the temperature points from beginning to end of the phase transformations proceeding as a result of the austenite decomposition. Figure 5b shows exemplary dilatometric curves – dilatation (dL/L_0) and the physical, linear coefficient of thermal expansion α , for the cooling rate $q = 60$ K/min, being the basis for the analysis and determination of one point in the CCT diagram. The application of the dependence of the linear expansion coefficient α on temperature facilitates the identification of the initial and final temperature of the occurring phase transformations.

After the measurement, each sample was measured in respect of HV30/15 hardness, on both flat surfaces of the dilatometric samples. The results are presented in Figure 6.

Selected samples, after the dilatometric tests, also underwent metallographic observations for a qualitative matrix evaluation, presented in Figures 7a–h.

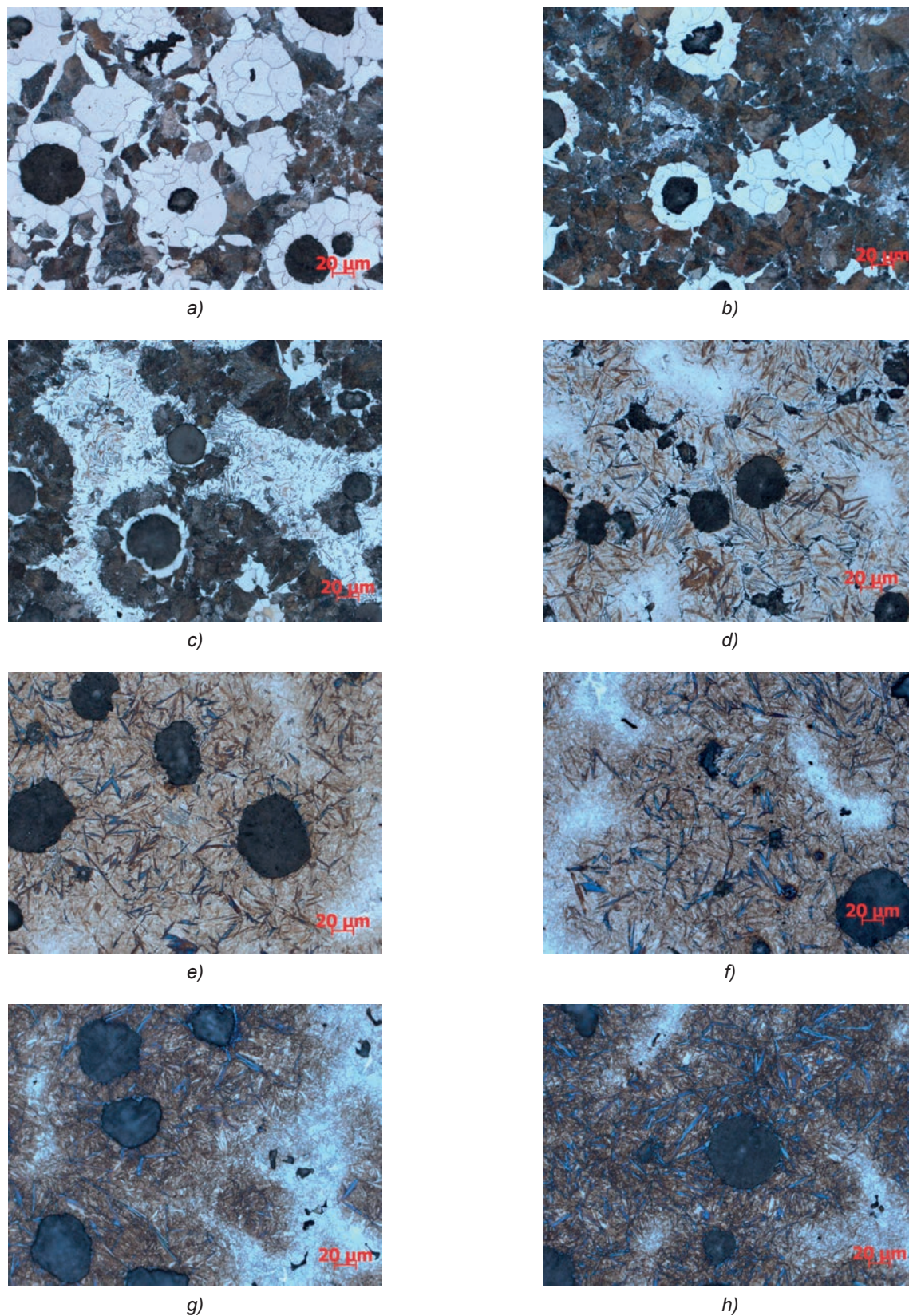
Figure 8 shows the CCT diagram for the examined ductile cast iron, constructed on the basis of the collected data.

On the basis of the CCT diagram, the critical cooling rate q_c was determined, that is the minimal cooling rate from the austenitization temperature to the isothermal transformation temperature which guarantees the non-existence of pearlite and ferrite in the structure; it equals about 5 K/s.



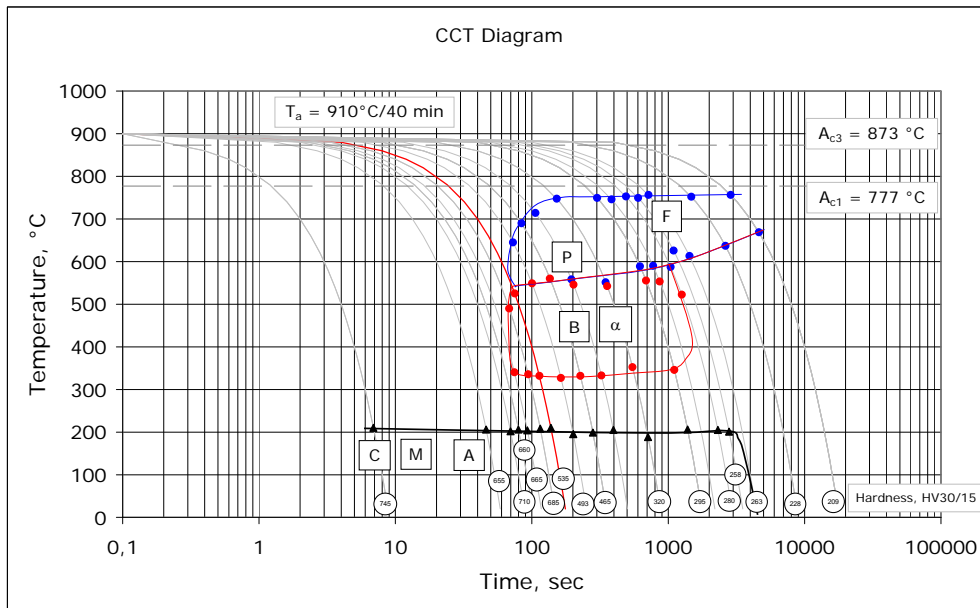
Rys. 6. Wartości twardości HV30/15 uzyskane dla próbek studzonych z różnymi szybkościami

Fig. 6. Values of HV30/15 hardness obtained for samples cooled at different rates



Rys. 7. Mikrostruktura próbek studzonych z szybkościami: a) 3 K/min, b) 15 K/min, c) 60 K/min, d) 150 K/min, e) 300 K/min, f) 450 K/min, g) 600 K/min i h) 6000 K/min; trawiono w $Mi1Fe$

Fig. 7. Microstructure of samples cooled at different rates: a) 3 K/min, b) 15 K/min, c) 60 K/min, d) 150 K/min, e) 300 K/min, f) 450 K/min, g) 600 K/min and h) 6000 K/min; etched in $Mi1Fe$



Rys. 8. Wykres CTPc badanego żeliwa sferoidalnego; F – ferryt, α – ferryt iglasty, P – perlit, B – bainit, M – martenzyt, A – austenit resztkowy, C – węgliki, występujące przeważnie na granicach komórek eutektycznych

Fig. 8. CCT diagram for the examined ductile cast iron; F – ferrite, α – coniferous ferrite, P – perlite, B – bainite, M – martensite, A – residual austenite, C – carbides mostly present at the eutectic cell boundaries

5. Konstrukcja wykresu CTPI

Wykres CTPI wykonano na podstawie analizy izotermicznych krzywych dylatometrycznych uzyskanych za pomocą dylatometru Linseis RITA L78 dla różnych, stałych wartości temperatury przemiany izotermicznej (ausferrytycznej), T_{pi} . Analiza opiera się na określeniu czasu początku i końca, zachodzących w wyniku dekompozycji austenitu, izotermicznych przemian fazowych. Przeprowadzono kilkadziesiąt pomiarów dylatometrycznych; wartości temperatury przemian zmieniły się co 25°C w przedziale 225–775°C. Szybkość studzenia od temperatury austenitacji do temperatury realizowanej przemiany izotermicznej wynosiła 100 K/s.

Wykorzystano wcześniejszą znajomość wartości charakterystycznych punktów temperaturowych A_{c1} i A_{c3} oraz ustalone już parametry austenitacji (temperatura/czas – 910°C/40 min).

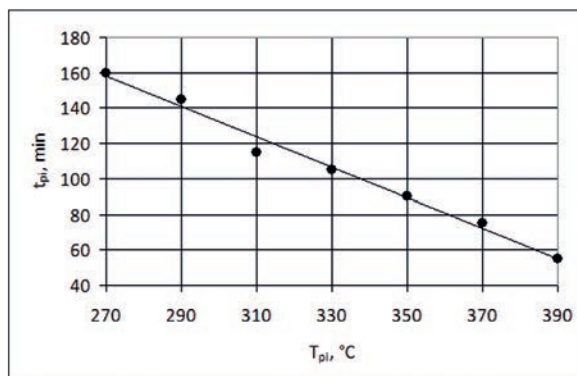
Aby określić początek i koniec ausferrytacji, wykorzystano początek przyrostu wydłużenia po okresie inkubacji (początek przemiany) i wyrównanie krzywej dylatometrycznej zarejestrowanej w czasie izotermicznego wygrzewania (koniec przemiany). Rysunek 9 prezentuje wynik tego podejścia do wyznaczenia czasu ausferrytacji t_{pi} dla wybranych wartości temperatury przemiany: 270°C, 290°C, 310°C, 330°C, 350°C, 370°C i 390°C. Dla wartości temperatury powyżej 390°C zaobserwowano na krzywych dylatometrycznych brak „plateau” i zamknięcie okna procesu.

5. Construction of TTT diagram

The TTT diagram was constructed on the basis of the analysis of the isothermal dilatometric curves obtained with the use of the dilatometer Linseis RITA L78 for different constant values of the isothermal (ausferritic) transformation temperature, T_{pi} . The analysis is based on determining the time from beginning to end of the isothermal phase transformations taking place as a result of the austenite decomposition. Dozens of dilatometric measurements were conducted; the transformation temperature values changed every 25°C in the range of 225–775°C. The rate of the cooling from the austenitization temperature to the isothermal transformation temperature equaled 100 K/s.

Previous knowledge of the values of the characteristic temperature points A_{c1} and A_{c3} was applied as well as the determined austenitizing parameters (temperature/time – 910°C/40 min).

To determine the beginning and the end of the austempering process, the beginning of elongation growth after incubation (transformation beginning) and the equalization of the dilatometric curve recorded during isothermal annealing (transformation end) were used. Figure 9 shows the result of such an approach to determine the ausferritization time t_{pi} for selected values of transformation temperature: 270°C, 290°C, 310°C, 330°C, 350°C, 370°C and 390°C. For the temperature value above 390°C, a lack of plateau was observed on the dilatometric curves, being proof that the process window is closed.

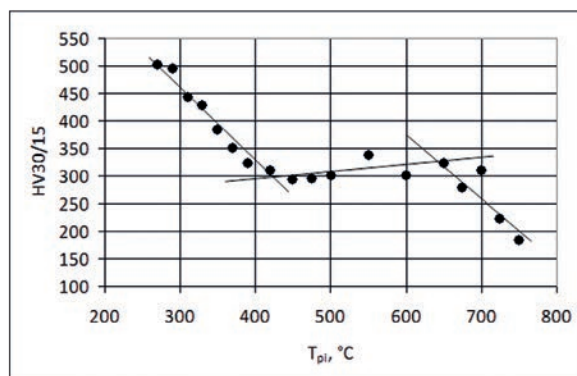


Rys. 9. Określenie parametrów obróbki cieplnej żeliwa sferoidalnego – czasu ausferrytacji dla wybranych wartości temperatury przemiany

Fig. 9. Determination of the heat treatment parameters of ductile cast iron – austempering ausferritization time for selected values of transformation temperature

Po zakończeniu pomiaru na każdej próbce wykonywano dwa pomiary twardości HV30/15, na obu płaskich powierzchniach próbek dylatometrycznych; wyniki przedstawia rysunek 10.

After the measurement, each sample was measured in respect of HV30/15 hardness, on both flat surfaces of the dilatometric samples; the results are shown in Figure 10.



Rys. 10. Twardość HV30/15 próbek badanego stopu poddanych przemianie izotermicznej

Fig. 10. HV30/15 hardness of the examined alloy after isothermal transformation

Wybrane próbki, po badaniach dylatometrycznych, poddano również obserwacjom metalograficznym w celu jakościowej oceny osnowy, co przedstawiają rysunki 11a–f.

Selected samples, after dilatometric tests, underwent metallographic observations for a qualitative matrix evaluation, which is presented in Figures 11a–f.

Zebrane dane – dylatometryczne, strukturalne i twardości HV30 posłużyły do konstrukcji wykresu CTPi przedstawionego na rysunku 12.

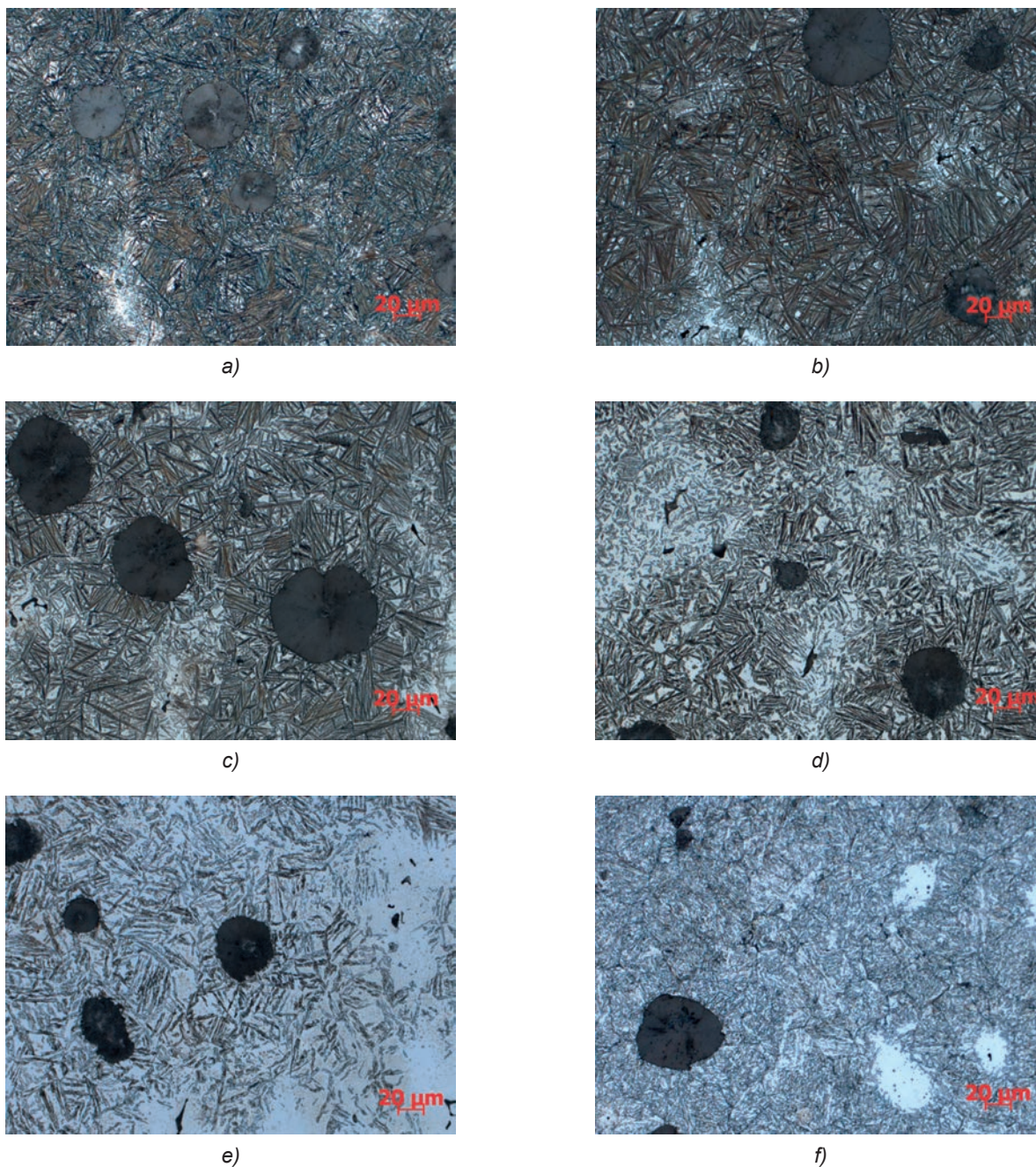
The collected dilatometric, structural and HV30 hardness data were used for the construction of the TTT diagram, presented in Figure 12.

Korzystając z wykresu CTPi (rys. 12) oraz zakładając addytywność zachodzących przemian fazowych, można zaprojektować dowolną złożoną obróbkę cieplną, opierając się na danych eksperymentalnych, a nie na czasochłonnej metodzie próbkowania. Przykładowo – dla obróbki dwustopniowej, jeżeli przyjmujemy parametry 1. etapu obróbki złożonej – 270°C/15 min, to aby skompletować przemianę ausferrytyczną w 350°C wystarczy czas około 50 min, co schematycznie zaznaczono na wykresie czerwoną kreskowaną linią. Taki racjonalny dobór parametrów złożonej obróbki ADI nie

With the use of the TTT diagram (Fig. 12) and the assumption of additivity of the occurring phase transformations, it is possible to design any complex thermal treatment on the basis of the experimental data, instead of the time-consuming sampling method. For example, for a two-stage sample, if we assume the parameters of stage 1 of the complex treatment – 270°C/15 min, the time needed to complete the ausferritic transformation at 350°C equals about 50 min, which has been schematically marked with a red broken line. Such a rational selection of the complex ADI treatment parameters not only saves the time of transformation

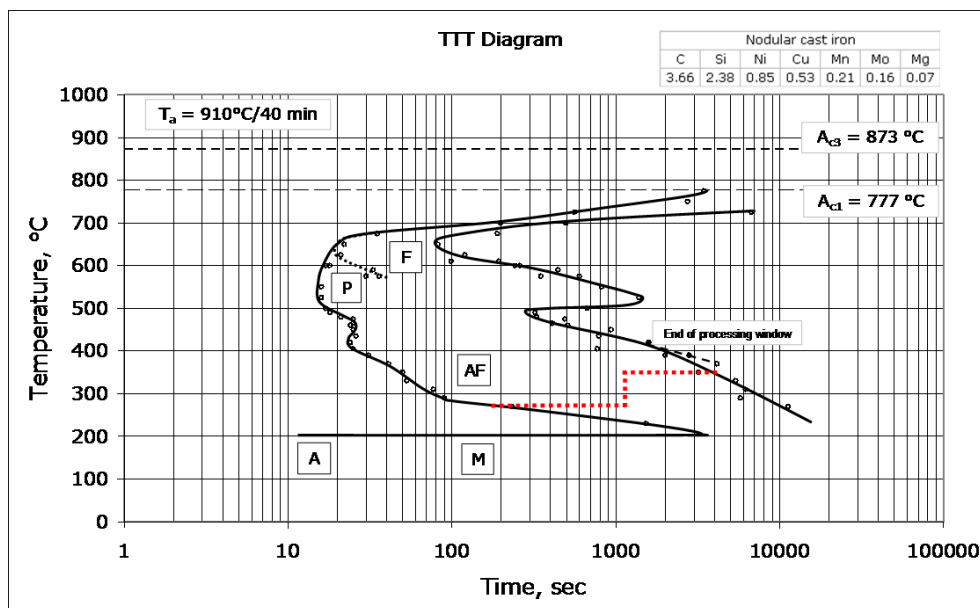
tylko oszczędza czas realizacji 2. etapu przemiany, ale przede wszystkim eliminuje ryzyko przekroczenia okna procesu, czyli niepożądanego rozpadu austenitu wzbogaconego w węgiel na ferryt i fazy węglkowe.

stage 2 but, above all, eliminates the risk of exceeding the processing window, which is the undesired decomposition of the austenite enriched with carbon into ferrite and carbide phases.



Rys. 11. Mikrostruktura próbek po przemianie izotermicznej w temperaturze: a) 270°C, b) 310°C, c) 350°C, d) 390°C, e) 450°C i f) 500°C; trawiono w $Mi1Fe$

Fig. 11. Microstructure of samples after isothermal transformation at selected temperatures: a) 270°C, b) 310°C, c) 350°C, d) 390°C, e) 450°C and f) 500°C; etched in $Mi1Fe$



Rys. 12. Wykres CTPi badanego żeliwa sferoidalnego; AF – ausferyt, F – ferryt, P – perlit, M – martenzyt, A – austenit resztkowy

Fig. 12. TTT diagram of ductile cast iron; AF – ausferrite, F – ferrite, P – perlite, M – martensite, A – residual austenite

6. Wnioski

Stosując metodę dylatometryczną i dylatometr hartowniczy Linseis RITA L78, skonstruowano wykresy CTPc i CTPi dla badanego gatunku stopowego żeliwa sferoidalnego CuNiMoMn.

W wyniku analizy wykresów CTPc i CTPi uzupełnionej badaniami metalograficznymi i pomiarami twardości HV30/15 ustalono następujące wartości parametrów obróbki cieplnej ADI badanego stopu:

- austenitacja: $T_a = 910^\circ\text{C}$; $t_a = 40$ min,
- ausferrytacja: $T_{pi} = 270^\circ\text{C}$; $t_{pi} = 150$ min, $T_{pi} = 310^\circ\text{C}$; $t_{pi} = 120$ min, $T_{pi} = 350^\circ\text{C}$; $t_{pi} = 90$ min, $T_{pi} = 390^\circ\text{C}$; $t_{pi} = 60$ min,
- szybkość krytyczna: $q_c = 5$ K/s.

Stwierdzono, że dla temperatury przemiany izotermicznej powyżej 400°C okno procesu dla stopu o badanym składzie chemicznym jest zamknięte.

Wykres CTPi umożliwia racjonalny dobór parametrów złożonej (np. dwustopniowej) obróbki cieplnej ADI, skracając czas końcowego etapu i minimalizując ryzyko przekroczenia granicy okna procesu ausferrytacji.

6. Conclusions

By means of the dilatometric method and the quenching dilatometer Linseis RITA L78, the CCT and TTT diagrams were constructed for the selected type of ductile alloy cast iron, CuNiMoMn.

As a result of the analysis of the CCT and TTT diagrams, complemented by metallographic tests and HV30/15 hardness measurements, the following values of the ADI heat treatment parameters for the examined alloy were determined:

- austenitizing: $T_a = 910^\circ\text{C}$; $t_a = 40$ min,
- austempering: $T_{pi} = 270^\circ\text{C}$; $t_{pi} = 150$ min, $T_{pi} = 310^\circ\text{C}$; $t_{pi} = 120$ min, $T_{pi} = 350^\circ\text{C}$; $t_{pi} = 90$ min, $T_{pi} = 390^\circ\text{C}$; $t_{pi} = 60$ min,
- critical cooling rate: $q_c = 5$ K/s.

It was established that, for the isothermal transformation temperature above 400°C , the processing window for an alloy of the examined chemical composition is closed.

The TTT diagram enables a rational selection of the parameters of the complex (two-step) ADI thermal treatment, thus shortening the time of the final stage and minimizing the risk of crossing the boundary of the austempering processing window.

Podziękowanie

Pracę wykonano w ramach finansowanego przez Narodowe Centrum Nauki projektu Nr UMO-2013/09/B/ST8/02061.

Acknowledgements

This work was financially supported by Polish National Science Center; grant No. UMO-2013/09/B/ST8/02061.

Literatura/References

1. Chang C.H., T.S. Shih. 1994. „Ausferrite transformation in austempered alloyed ductile irons”. *Transactions of the Japan Foundrymen's Society* 13 : 56–63.
2. Delia M., M. Alaalam, M. Grech. 1998. „Effect of austenitizing conditions on the impact properties of an alloyed austempered ductile iron of initially ferritic matrix structure”. *Journal of Materials Engineering and Performance* 7 (2) : 265–272.
3. Bayati H., R. Elliott. 1999. „The concept of an austempered heat treatment processing window”. *International Journal of Cast Metals Research* 11 (5) : 413–417.
4. Hafiz M. 2003. „Influence of heat treatment parameters in variable austempering temperature process on mechanical properties and fracture of SG-iron”. *AFS Transactions* 111 : 03–035.
5. Liu S.-F., Z.-F. Wang. 2005. „Mechanical Property Stability of Cu-Mo-Ni Alloyed Austempered Ductile Iron”. *Journal of Iron and Steel Research, International* 12 (5) : 34–38.
6. Nofal A.A. 2013. „Advances in Metallurgy and Applications of ADI”. *Journal of Metallurgical Engineering* 2 (1) : 1–18.
7. Kovacs B.V. 1994. On the Terminology and Structure of ADI. W *Ninety-Eighth Annual Meeting of the American Foundrymen's Society*, 417–420.
8. Yescas M.A., H.K.D.H. Bhadeshia, 2002. „Model for the maximum fraction of retained austenite in austempered ductile cast iron”. *Materials Science and Engineering: A* 333 (1–2) : 60–66.
9. Batra U., S. Ray, S.R. Prabhakar. 2004. „The influence of nickel and copper on the austempering of ductile iron”. *Journal of Materials Engineering and Performance* 13 (1) : 64–68.
10. Grech M., J.M. Young. 1990. „Influence of Austempering Temperature on the Characteristics of Austempered Ductile Iron Alloyed with Copper and Nickel”. *Transactions of the American Foundrymen's Society* 98 : 345–352.
11. Shih T.-S., L.-R. Hwang. 1995. „Determination of critical cooling rates for the ausferrite transformation in ADIs”. *Transactions of the Japan Foundrymen's Society* 14 : 48–58.
12. Zimba J., D.J. Simbi, T. Chandra, E. Navara. 2000. „A Dilatometry Study of the Austenitization and Cooling Behavior of Ductile Iron Meant for the Production of Austempered Ductile Iron (ADI)”. *Materials and Manufacturing Processes* 19 (5) : 907–920.
13. Batra U., S. Ray, S.R. Prabhakar. 2003. „Effect of Austenitization on Austempering of Copper Alloyed Ductile Iron”. *Journal of Materials Engineering and Performance* 12 (5) : 597–601.
14. Krzyńska A., M. Kaczorowski. 2010. „The studies of mechanical properties and structure of ADI as function of austempering parameters”. *Archives of Foundry Engineering* 10 (4) : 41–44.
15. Vaško A. 2011. „Influence of Transformation Temperature on Structure and Mechanical Properties of Austempered Ductile Iron”. *Acta Metallurgica Slovaca* 17 (1) : 45–50.
16. PN-EN ISO 945-1:2009 Mikrostruktura żeliwa – Część 1: Klasyfikacja wydzieli grafitu na podstawie analizy wizualnej.
17. PN-H-04503:1961 Odczynniki do badania mikrostruktury stopów żelaza.
18. PN-H-04661:1975 Żeliwo szare sferoidalne i ciągliwe – Badania metalograficzne – Określenie mikrostruktury.

