

## **Rol de la Microestructura del ADI en el Fenómeno de Fragilización por Contacto con Agua**

**Bertrand Laine<sup>a</sup>, Silvia Simison<sup>b</sup>, Ricardo A. Martinez<sup>c</sup>, Roberto E. Boeri<sup>c</sup>**

<sup>a</sup> Facultad de Ingeniería , INSA (Institut National des Sciences Appliquées) – Lyon - Francia

<sup>b</sup> División Corrosión - INTEMA – Fac. Ing. – Univ. Nac. de Mar del Plata, Argentina

<sup>c</sup> División Metalurgia - INTEMA – Facultad de Ingeniería – Univ. Nac. de Mar del Plata

Av. Juan B. Justo 4302 – B7608FDQ, Mar del Plata - Argentina

email: [rimarti@fi.mdp.edu.ar](mailto:rimarti@fi.mdp.edu.ar)

---

### **RESUMEN**

Trabajos recientes han reportado la existencia de un fenómeno de fragilización sufrido por las fundiciones esferoidales austemperizadas (ADI) al entrar en contacto con agua. En el presente trabajo se evalúa la influencia de la microestructura del ADI sobre su proceso de fractura bajo cargas de tracción cuasi estáticas. Con este objetivo se realizaron ensayos de tracción utilizando probetas planas y puliendo las superficies laterales para su observación antes, durante y después del ensayo, pudiéndose de esta manera identificar las zonas propensas a la fractura.

Previo a los ensayos se realizaron mapeos de la superficie lateral de las probetas, obteniéndose fotografías digitalizadas cubriendo todo el ancho de la muestra en el sector calibrado de la misma, que luego fueron compiladas para observar el camino completo de fractura. Luego del ensayo se observó la superficie próxima a la zona de fractura, mediante microscopía óptica y electrónica

El análisis de las superficies laterales en conjunto con las superficies de fractura permitió avanzar en la identificación de los mecanismos de fractura actuantes en fundiciones esferoidales austemperizadas. Los resultados muestran que los contornos celulares juegan un rol preponderante en el proceso de fractura. Estos sitios presentan elevada concentración de defectos, alta dureza y fragilidad, lo que los convierte en los lugares más propicios para el inicio de fisuras. Se propone un modelo probable del mecanismo mediante el cual se produce el proceso de fragilización del ADI, y se realizan comparaciones con la fragilización por metal líquido.

**Palabras clave:** ADI, fragilización, agua, fractura, microestructura.

---

### **ABSTRACT**

An unusual environmentally assisted embrittlement effect has been reported to affect ADI when it is tested in tension with its surface in contact with water and other fluids. This effect has been verified by several laboratories, but the embrittlement mechanism has not been fully explained yet. A thorough understanding of the causes and preventive actions is necessary to ensure that the steadily increasing number of applications of ADI continue to be safe.

This work gives an updated view of the current understanding of the environmentally assisted embrittlement of ADI. The influence of the environment (different liquids) and of different ADI grades is discussed. The features of the fracture surfaces are also detailed. Recent results of testing under applied potential are presented. An explanation of the fracture mechanism is proposed, based on the recent identification of cracks developed at the last to freeze portions as a result of plastic deformation.

**Keywords:** ADI, embrittlement, water, fracture, microstructure

---

## 1. INTRODUCCION

La fundición esferoidal austemperizada (ADI) es un material ampliamente utilizado para la fabricación de partes empleadas en industrias diversas, tales como la ferroviaria, la automotriz, la agropecuaria y otras. El ADI posee excelente resistencia, buena ductilidad y bajo costo, y puede emplearse para producir piezas casi terminadas por colada, siendo de esta manera un reemplazante natural para piezas tradicionalmente fabricadas en acero colado, forjado o maquinado. Se pueden obtener diferentes grados de ADI con tensiones de rotura comprendidas entre 850 y 1600MPa y alargamientos de 10 % a 0% respectivamente.

Sin embargo sobre fines de la década pasada, Shibutani et al [1], y Komatsu et al [2], reportaron que las propiedades mecánicas del ADI se ven severamente afectadas cuando el material es tensionado mientras su superficie está en contacto con agua. Martínez et al. [3] verificaron la existencia del fenómeno, y estudiaron la influencia de otros fluidos. El contacto del ADI con agua causa drásticas caídas en su tensión de rotura y alargamiento. Esta forma de fragilización inducida por el ambiente circundante no es muy frecuente y no está profundamente estudiada hasta el presente.

## 2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

### 2.1 Material de las muestras

Las probetas utilizadas en este trabajo fueron extraídas de bloques "Y" de 1 pulgada de espesor, obtenidos de una colada industrial de fundición esferoidal producida en un horno de inducción. La composición química, nodularidad y conteo nodular se listan en las Tablas I y II:

**Tabla I.** Composición química.

| CE   | C    | Si   | Mn   | Cu   | Ni   | Mg   | S    | P    |
|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 4,20 | 3.26 | 2.83 | 0.27 | 0.79 | 0.50 | 0.04 | 0.01 | 0.03 |

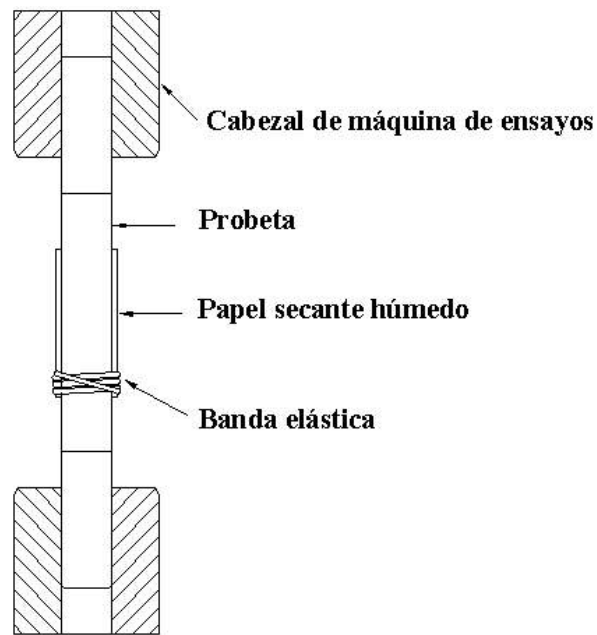
**Tabla II.** Características de la colada (bloque "Y" de 1 pulgada).

| Nodularidad | Tamaño Nodular | Conteo Nodular          |
|-------------|----------------|-------------------------|
| 100%        | 6              | 150 nod/mm <sup>2</sup> |

Los ensayos de tracción fueron realizados según la norma ASTM E8, utilizando probetas planas de 6x6mm en la longitud calibrada. Los laterales de todas las probetas fueron pulidos con el objetivo de realizar mapeos microestructurales.

Los ensayos fueron realizados en una máquina universal INSTRON series IX Automated Material Testing System.

Para humedecer las superficies se utilizó una envoltura de papel secante sostenida por una banda elástica en su parte inferior, humectando el papel con una jeringa con agua. La configuración se observa en la Figura 1.



**Figura 1.** Disposición del ensayo de tracción

Las probetas de tracción fueron austemperizadas, empleando un ciclo de austenización a 910°C, seguido de un austemperizado en baño de sales a 360°C durante 60 minutos. Se ensayaron probetas “as cast” y austemperizadas, tanto en “seco” como en “húmedo”.

Otro ensayo consistió en traccionar la muestra hasta una carga superior a la de rotura en húmedo pero inferior a la de rotura en seco, detener el ensayo y tocar la muestra con un trozo agudo de papel secante húmedo produciendo la rotura instantánea de la probeta. Este ensayo fue denominado *fractura inducida por contacto con agua bajo carga*. En este caso se lleva la muestra a una carga de aproximadamente el 85% del registro obtenido en seco.

Por último se realizó un ensayo interrumpido en el cuál se llevó a la probeta en seco a un nivel de cargas igual al descrito en el párrafo anterior y se la retiró de la máquina con el objetivo de poder observar el estado de la superficie lateral en el momento de tocar con el papel húmedo.

## 2.2 Análisis Microestructural Y de Superficies de Fractura

Las superficies laterales de las probetas fueron pulidas para su observación en microscopio óptico. Se realizaron mapeos de la superficie lateral antes del ensayo obteniéndose fotografías digitalizadas cubriendo todo el ancho de la muestra en el sector calibrado de la misma, que luego fueron compiladas para observar el camino completo de fractura. Luego del ensayo se observó la superficie próxima a la zona de fractura.

Las superficies de fractura fueron examinadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) en un Microscopio Phillips SEM 505 con un sistema de microanálisis EDAX DX Prime 10.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 3.1 Resultados de Los Ensayos Mecánicos

La Tabla III muestra los valores de resistencia a la rotura, resistencia 0,2% y elongación para el ADI y la fundición esferoidal “as cast”, ensayados en seco y con agua, como promedio de al menos tres ensayos. Puede observarse en el caso del ADI que la tensión de rotura sufre un marcado descenso cuando la muestra está en contacto con agua, llegándose a disminuciones de hasta el 75% del valor en seco mientras que prácticamente no hay variación para las muestras “as cast”.

La elongación sufre una disminución aún más marcada en el ADI, verificándose caídas de alrededor del 85% de las lecturas en seco y nuevamente no se observa variación apreciable para el material en bruto de colada.

**Tabla III.** Resultados de ensayos mecánicos.

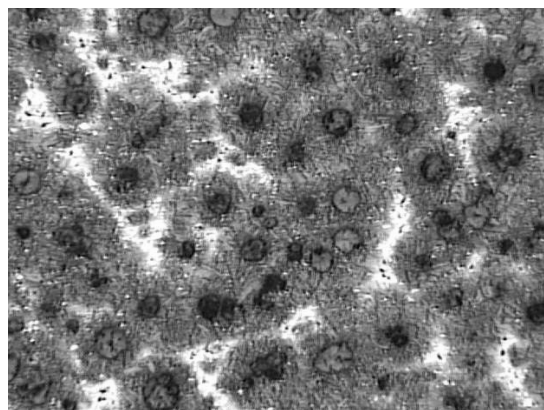
|                | $\sigma_R$ [ MPa ] | $\sigma_{0.2}$ [ MPa ] | $\Delta$ [ % ] |
|----------------|--------------------|------------------------|----------------|
| ADI Seco       | 1112               | 724                    | 13             |
| ADI Húmedo     | 883                | 712                    | 2              |
| As cast Seco   | 778                | 538                    | 4              |
| As cast húmedo | 780                | 525                    | 4,5            |

Estos valores son concordantes con los reportados anteriormente por Shibutani et al [1]. y por Martínez et al.[3], para ensayos realizados sobre probetas cilíndricas. Nuevamente se verificó el fenómeno de fragilización en el ADI, quedando descartado el mismo para fundiciones esferoidales en bruto de colada.

Habiéndose verificado el fenómeno de fragilización del ADI en contacto con agua, el eje de la discusión se centra en el estudio de las superficies laterales antes y después del ensayo y de las superficies de fractura de las muestras.

### 3.2 Analisis Microestructural

Las probetas de tracción presentan la típica microestructura del ADI de alta temperatura, constituida por nódulos de grafito inmersos en una matriz consistente en una mezcla de ferrita acicular y austenita retenida. Además existen zonas microsegregadas en la estructura del ADI, usualmente denominadas últimas porciones en solidificar (LTF). Estas zonas aparecen luego del ataque metalográfico como porciones más claras, como se observan en la Figura 2.



**Figura 2.** Microestructura del ADI utilizado (200X)

En estas regiones, dependiendo de la composición química de la fundición esferoidal y del tratamiento térmico efectuado, se presentan distintas cantidades de austenita no reactivada, martensita, pequeños carburos y otras inclusiones.

La observación microscópica de las superficies laterales de las probetas de tracción rotas en contacto con agua, permitió comprobar la presencia de fisuras en las regiones LTF, como la que se muestra en la Figura 3.



**Figura 3.** Zona LTF fisurada (1000X)

Las zonas LTF son usualmente más duras y frágiles que la matriz, lo que favorece su fisuración durante la deformación plástica.

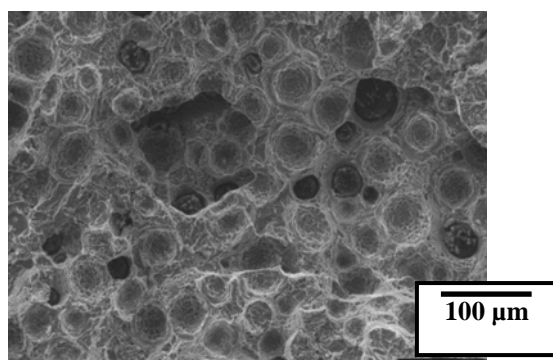
Las fisuras observadas están en el rango de 30 a 170 $\mu\text{m}$  de longitud, medida sobre el plano superficial de la probeta.

Es sabido que el grado de inhomogeneidad en las LTF es afectado por la composición química de la fundición esferoidal, probablemente por el conteo nodular, y adicionalmente por el tratamiento térmico de austemperizado. Esto sugiere que la intensidad del fenómeno de fragilización podría estar afectada por la calidad del ADI utilizado. Esta aseveración no ha sido aún verificada.

### 3.2 Fractura En Seco

El estudio microestructural de las superficies laterales de las muestras después de la fractura muestra una alta deformación de la matriz y los huecos que alojan los nódulos altamente deformados. El camino de fractura interconecta nódulos cercanos, en la mayoría de los casos.

Las observaciones en SEM de las superficies de fractura en seco muestran que predomina el mecanismo de cuasi clivaje (Figura 4), en el que coexisten algunas pequeñas regiones de clivaje, dentro de una fractura fibrosa o dúctil.



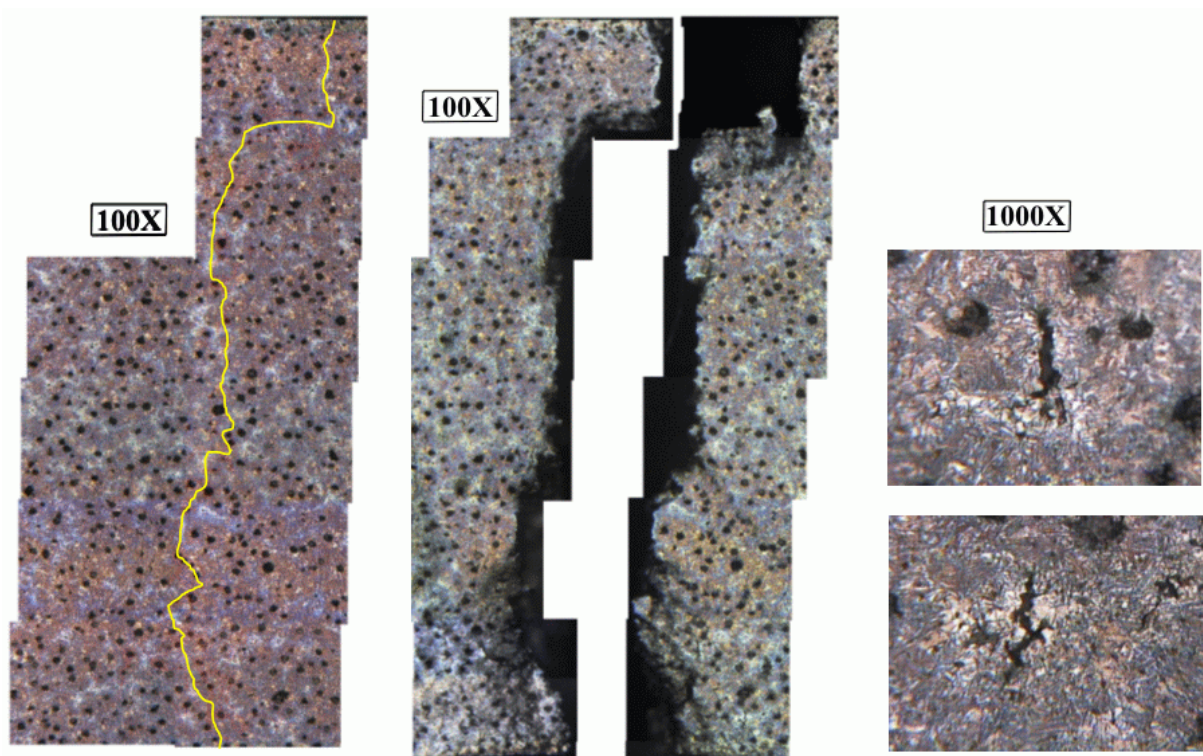
**Figura 4:** superficie de fractura de ADI, ensayo en seco

### 3.3 Fractura En Húmedo

La rotura de una probeta con la superficie en contacto con agua se produce con una muy baja deformación, de alrededor de 2%, en comparación con el 13% observado al ensayar en seco.

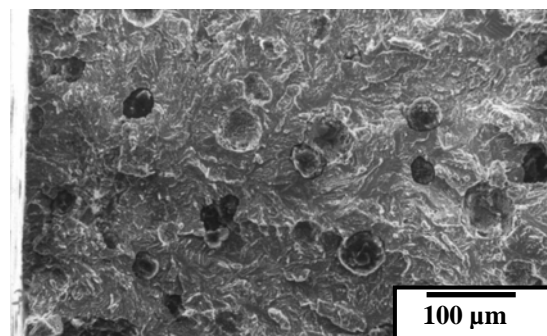
El mapeo de la superficie lateral de muestras ensayadas en contacto con agua está expuesto en la Figura 5. A la izquierda de la Figura 5 se observa una composición de fotos de la superficie de la muestra atacada antes de ser ensayada, a la que se superpuso la línea de fractura. Las dos zonas adyacentes a la fractura se muestran en la parte central de la Figura 5. Se observa un bajo grado de deformación plástica local. Las dos fotografías a la derecha muestran fisuras halladas en las zonas LTF cercanas a la línea de fractura, similares a la de la Figura 3.

La superposición del camino de fractura sobre la microestructura original muestra que la fisura pasa preponderantemente por las zonas LTF, resaltando su posible rol protagónico en el proceso de fragilización.



**Figura 5** – Mapeo de la superficie lateral de la probeta, antes y después del ensayo

La observación macroscópica de la superficie de fractura permite identificar dos regiones claramente distinguibles. Una zona plana y brillante, en contacto con el borde de la muestra, y otra zona opaca, semejante a la observada en la fractura en aire. La Figura 6 muestra la superficie de fractura característica de la zona plana y brillante, observada por SEM. La fractura es por clivaje. En cambio la observación de la zona opaca muestra una superficie de fractura semejante a la obtenida en seco.



**Figura 6.** Superficie de fractura en contacto con agua



### 3.4. Fractura Inducida Por Contacto Con Agua Bajo Carga

La Figura 7 muestra los registros típicos carga-desplazamiento de una muestra ensayada en seco y otra en húmedo. Se puede observar que la muestra ensayada en húmedo tiene una muy baja deformación plástica y presenta un coeficiente de endurecimiento por deformación más alto. Adicionalmente se muestra el registro correspondiente a una probeta traccionada en seco hasta una tensión superior a la de rotura en húmedo, y puesta en contacto con un papel secante humectado. Sorprendentemente, al entrar en contacto con agua, la probeta se fractura inmediatamente, con tiempo de inducción prácticamente nulo. Este procedimiento permite localizar en forma precisa el lugar de iniciación de la fractura. La observación de las superficies de fractura muestra que el comienzo de la fractura se produce invariablemente por clivaje, corroborando que la zona plana y brillante observada en la superficie de fractura en húmedo, es el sitio de iniciación de la falla

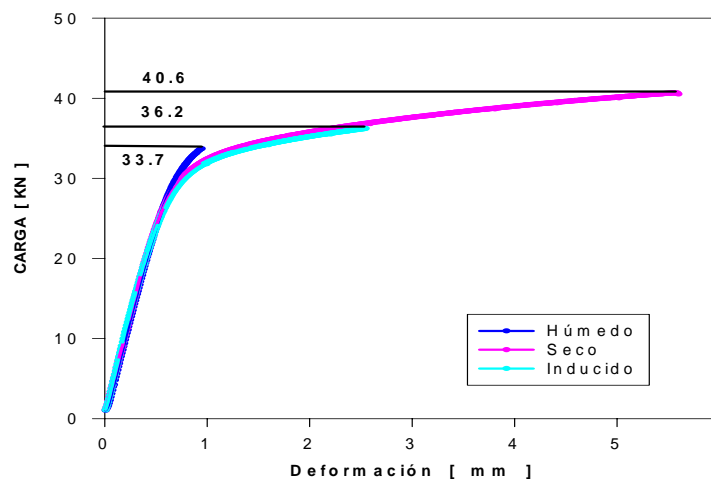


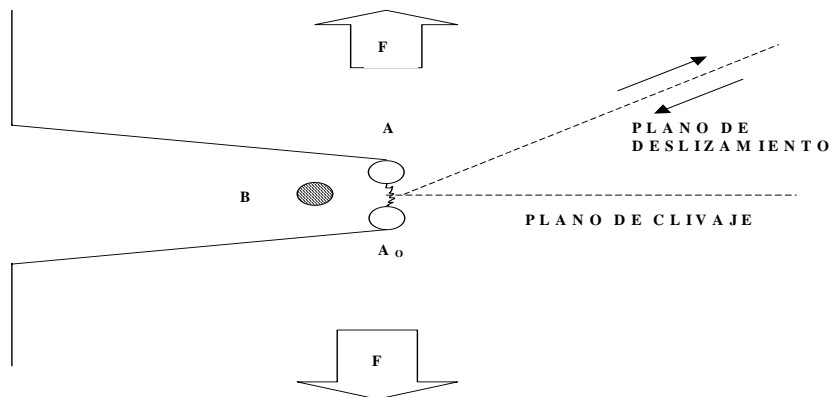
Figura 7. Gráfico carga deformación en donde se especifica la carga aplicada en el ensayo de fractura inducida por contacto con agua

### 3.5 Modelo propuesto para la explicación del fenómeno

Los resultados del presente trabajo pueden ser explicados de acuerdo al siguiente mecanismo: la fractura comienza en fisuras que aparecen en zonas frágiles de la superficie expuesta, típicamente el contorno celular, por efecto de la deformación plástica. Estas fisuras se tornan inestables por efecto del contacto con agua, y crecen rápidamente hasta superar el tamaño crítico. La fractura comienza por clivaje (muy plana, con relativamente pocos nódulos de grafito en su camino, y prácticamente sin deformación plástica)

Una vez superado el tamaño crítico de defecto correspondiente a la ubicación de la fisura y al estado de carga local, la fractura no puede arrestarse, y continúa su propagación por el mecanismo habitual en estos materiales en aire, el cuasiclivaje.

La influencia del medio sobre la propagación de las fisuras existentes en la superficie del material puede explicarse de acuerdo al siguiente mecanismo. La Figura 8 representa un defecto superficial, por ejemplo una vista lateral de las fisuras ilustradas en la Figura 2. La presencia de un líquido circundante puede provocar la adsorción de un átomo o molécula B, en el fondo de la fisura. El proceso de quimisorción, que ocurre presumiblemente en forma espontánea después de que las uniones A-A<sub>0</sub> han sido deformadas hasta un nivel crítico, ocasiona una reducción en la resistencia del enlace A-A<sub>0</sub>. Cuando la tensión aplicada se incrementa hasta exceder la resistencia reducida de A-A<sub>0</sub>, la fisura se propaga frágilmente, rompiendo otras uniones A-A<sub>0</sub>. La influencia de la quimisorción de los átomos B continúa afectando a la superficie recién creada, facilitando la propagación a tensión reducida. Eventualmente este proceso se interrumpe, y la fractura pasa a ser por cuasiclivaje, debido al pasaje del frente de fractura por zonas tales como un contorno celular. Sin embargo, en las condiciones experimentales presentes, el cambio de modo de fractura se produce luego de que el defecto ha superado el tamaño crítico, lo que causa la falla completa de la muestra.



**Figura 8.** Modelo propuesto

Debido a la alta velocidad de propagación de las fisuras inducidas por contacto con agua se puede asumir que el mecanismo controlante no involucraría corrosión, difusión, ni disolución.

Las características de fragilización en estos materiales (ADI) por contacto con diferentes fluidos presentan similitudes con las correspondiente a la fragilización por metal líquido (“liquid metal embrittlement”). Los prerequisites que deben cumplirse para que se inicie una fractura por fragilización por metal líquido en un metal dúctil sin fisuras son: una tensión de tracción aplicada, deformación plástica y la presencia de un obstáculo estable al deslizamiento que sirva como un concentrador de tensiones (borde de grano, macla, etc.). En el caso de la fragilización de ADI, el material, luego de sufrir deformación plástica, muestra un patrón de fisuras superficiales que constituyen concentradores de tensiones.

#### 4. CONCLUSIONES

\*El análisis de las superficies laterales en conjunto con las superficies de fractura permitió una descripción muy detallada y un entendimiento acabado de los mecanismos de fractura actuantes en fundiciones esferoidales austemperizadas.

\*Los contornos celulares juegan un rol preponderante en el proceso de fragilización, por ser éstos los lugares más propicios para el inicio de fisuras debido a la alta concentración de defectos y por ser zonas de alta dureza y fragilidad. Esto fue verificado mediante la observación de las superficies laterales antes y después del evento de rotura de las muestras.

\*La observación mediante microscopía electrónica de barrido de la superficie de fracturas correspondientes al ensayo de fractura inducida por contacto con agua bajo carga, permitió corroborar la generación de una zona frágil coincidente con el punto de contacto con el fluido y reconocerla como la zona de iniciación del proceso de fractura.

\*Se propuso un modelo probable del mecanismo mediante el cual se produce el proceso de fragilización del ADI, que presenta características similares a la fragilización por metal líquido.



## 5. REFERENCIAS

- [1]. S. SHIBUTANI, S. KOMATSU and Y.TANAKA, **International Journal of Cast Metals Research**, 11 p. 579-585, 1999.
- [2]. S.KOMATSU, C.ZHOU, S.SHIBUTANI and Y.TANAKA, **International Journal of Cast Metals Research**, 11, p. 539-544, 1999.
- [3]. R.A. MARTÍNEZ, R. BOERI and J.A. SIKORA. **International Journal of Cast Metals Research**, 13, p.9-15, 2000.
- [4]. G. RIVERA, R. BOERI y J. SIKORA. **International Journal of Cast Metals Research**, 11, p.533-538, 2000.