

**Optymalizacja dwustopniowej obróbki cieplnej ADI miedziowo-niklowego żeliwa sferoidalnego za pomocą metod analizy termicznej**

**Optimization of two-step ADI heat treatment of Cu-Ni ductile iron by means of thermal analysis methods**

Andrzej Gazda<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Instytut Odlewnictwa, Centrum Badań Wysokotemperaturowych, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków

<sup>1</sup>Foundry Research Institute, Centre for High-Temperature Studies, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Krakow, Poland

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

**Streszczenie**

Na podstawie wyników badań dylatometrycznych przeprowadzono optymalizację doboru procesu i parametrów klasycznej jednostopniowej i wielostopniowej (lub nieizotermicznej) obróbki cieplnej ADI. Optymalizacja opiera się na analizie procesów obróbki cieplnej w warunkach laboratoryjnych i wykorzystuje korelację zmian objętościowych towarzyszących dekompozycji struktury ausferytycznej w zakresie 400–650°C z ilością ferrytu iglastego  $\alpha$  i austenitu wysokowęglowego  $\gamma_s$  (C), których proporcje determinują właściwości mechaniczne stopów.

Wyniki analizy optymalizacji pozwoliły na dobór parametrów obróbki ADI rokujących uzyskanie właściwości wytrzymałościowych niemożliwych do uzyskania na drodze klasycznej jednostopniowej obróbki cieplnej ADI.

Wyniki testów wytrzymałościowych nie potwierdziły jednak tych oczekiwań; bardzo dobre właściwości wytrzymałościowe  $R_m$  i  $A_5$ , otrzymane na drodze obróbki wielostopniowej i nieizotermicznej, uzyskano również za pomocą obróbki jednostopniowej, przy odpowiednio dobranych parametrach.

**Słowa kluczowe:** ADI, ausferyt, analiza termiczna, dylatometr hartowniczy

**Abstract**

Based on the results of dilatometric investigations, parameters of standard single-step and multi-step (or non-isothermal) ADI heat treatment were optimised.

The optimisation was based on analysis of the heat treatment processes simulated under laboratory conditions and used correlation between volume changes accompanying the decomposition of an ausferritic structure at 400–650°C and the amount of  $\alpha$  acicular ferrite and  $\gamma_s$  (C) high-carbon austenite, the proportions of which determine the mechanical properties of alloys.

Optimisation of the complex heat treatment of nodular cast iron predicts mechanical properties of ADI, impossible to obtain through the standard, single-step heat treatment.

The results of mechanical tests have not confirmed the expectations; very good mechanical properties  $R_m$  and  $A_5$  obtained by multi-step and non-isothermal treatments, were also obtained by standard heat treatment with appropriately selected parameters.

**Key words:** ADI, ausferrite, thermal analysis, quenching dilatometer

**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.

**1. Introduction**

ADI (Austempered Ductile Iron) is cast iron with spheroidal graphite subjected to an austempering treatment with isothermal transformation. This cast iron grade offers high strength combined with satisfactory toughness. Additionally, the presence of spheroidal graphite in the cast iron structure provides good damping capacity, machinability, abrasion resistance and a favourable strength to weight ratio.

Mikrostruktura żeliwa ADI składa się z grafitu kulkowego oraz osnowy ausferytycznej, będącej mieszaniną 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 etapie złożonej przemiany prowadzącej do powstania struktury ausferytycznej, austenit rozkłada się na ferryt iglasty  $\alpha$  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 rozkład austenitu wzbogaconego w węgiel na ferryt i fazy węglkowe  $Fe_3C$  (lub  $\epsilon$ ) [1].

Przemiana ausferytyczna zachodząca w niskiej temperaturze prowadzi do wytworzenia materiału 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 podwyższenia temperatury przemiany izotermicznej uzyskuje się pogorszenie właściwości wytrzymałościowych i wzrost wydłużenia ( $A_5$ ). Można zauważyć, że dla stopu poddanego standardowej przemianie izotermicznej zachodzi relacja  $R_m = f(A_5)$  (krzywa 1 na rys. 1).

Wydaje się celowe zaprojektowanie metody analizy złożonych rodzajów obróbki cieplnej, wykorzystujących zjawiska nieizotermicznej lub wielostopniowej modyfikacji struktury przed zakończeniem pierwszego etapu przemiany. Świadczą o tym prace podejmujące zagadnienie złożonej, wielostopniowej obróbki żeliwa sferoidalnego [2–12], które przedstawiają korzystny wpływ złożonej obróbki ADI na właściwości mechaniczne.

Możliwe są następujące warianty złożonej (dwustopniowej lub nieizotermicznej) obróbki ADI:

- a) **przypadek niskiej temperatury w pierwszym stadium przemiany** pozwala na uzyskanie materiału o dużej wytrzymałości (drobny ferryt iglasty), a kontynuacja przemiany w wyższej temperaturze pozwala na jego modyfikację w kierunku polepszenia właściwości plastycznych, ze względu na większą szybkość dyfuzji węgla z ferrytu do austenitu i w austenicie oraz wzrost ilości austenitu o wyższym stopniu nasycenia węglem, bez istotnej utraty dobrych właściwości wytrzymałościowych,
- b) **przypadek wysokiej temperatury w pierwszym stadium przemiany** pozwala na uzyskanie materiału o dużej plastyczności, podwyższonej zawartości austenitu szczątkowego nasyconego węglem

The microstructure of ADI consists of spheroidal graphite embedded in an ausferritic matrix, which is a mixture of acicular ferrite and austenite saturated with carbon. The acicular ferrite is formed during isothermal transformation of austenite in the temperature range of bainite formation. In ductile iron, this transformation proceeds more slowly than in steel, and a high silicon content prevents the formation of carbides.

In the first step of complex transformation leading to the formation of an ausferritic structure, the austenite decomposes into  $\alpha$  acicular ferrite and  $\gamma_s$  (C) austenite. As the transformation proceeds, this austenite is being saturated with carbon until the process of the acicular ferrite formation is finally arrested. The stability of the carbon-saturated austenite is increased with respect to the martensite formation during cooling to ambient temperature. After a specified lapse of time, during which the  $\alpha + \gamma_s$  (C) structure (process window) remains stable, the decomposition of carbon-rich austenite into ferrite and  $Fe_3C$  (or  $\epsilon$ ) carbide phases takes place [1].

The ausferritic transformation occurring at a low temperature leads to the formation of material containing in its structure large volumes of fine acicular ferrite. This type of structure ensures high tensile strength ( $R_m$ ) but low plastic properties (low volume fraction of the carbon-saturated austenite). Martensite formation in the metal matrix structure can also take place. With the increasing temperature of isothermal transformation, the strength properties are decreasing, while the elongation ( $A_5$ ) increases. Figure 1 (curve 1) shows the relationship  $R_m = f(A_5)$  for the alloy subjected to standard isothermal heat treatment.

It would be very interesting to be able to develop a method of analysis of complex types of heat treatment, using the phenomena of the non-isothermal or multi-step structure modification before the end of the first step of transformation. This is evidenced by the research works, which discuss the issue of complex, multi-step treatment of ductile iron [2–12], with emphasis put on the beneficial effect of complex heat treatment on the mechanical properties of ADI.

The following variants of complex (two-step or non-isothermal) ADI treatment are possible:

- a) **low temperature in the first step of transformation** produces high-strength material with fine acicular ferrite; this material is modified by the transformation continued at higher temperatures, resulting in better plastic properties, due to a higher rate of carbon diffusion from ferrite to austenite and inside the austenite, combined with an increase amount of carbon-rich austenite but without any substantial loss of good strength properties,
- b) **high temperature in the first step of transformation** produces high-ductility material with high content of the retained austenite saturated with

i stabilnego względem przemiany martenzytycznej, a dokończenie przemiany w niższej temperaturze pozwala na jego modyfikację w kierunku zatrzymania wzrostu ausferytu i polepszenia właściwości wytrzymałościowych, bez istotnej utraty dobrych właściwości plastycznych,

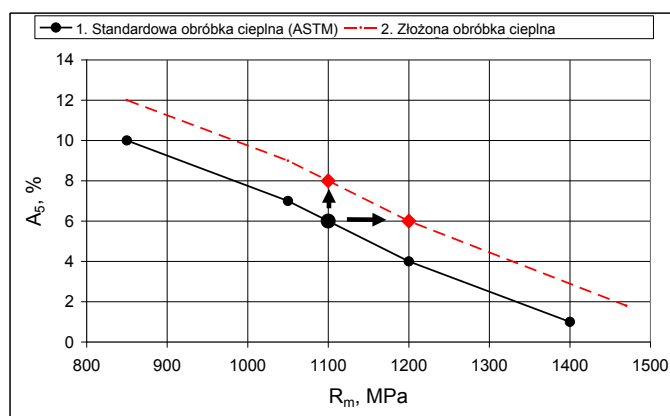
- c) **nieizotermiczny tryb zmian temperatury przemiany ausferytycznej** (nagrzewanie lub studzenie) pośredni między przypadkami a) i b) jest technicznie atrakcyjny, jako łatwiejszy do zrealizowania w praktyce (w wąskim zakresie szybkości prowadzenia procesu).

Idea obróbki złożonej polega na połączeniu w jednym zabiegu korzystnych efektów charakterystycznych dla niskiej i wysokiej temperatury przemiany izotermicznej, tzn. uzyskanie takiej relacji  $R_m = g(A_s)$  (krzywa 2 na rys. 1), że  $g(A_s) > f(A_s)$  i  $g^{-1}(R_m) > f^{-1}(R_m)$ .

carbon and stable with respect to martensitic transformation. Completing the transformation at lower temperatures modifies this austenite, restraining the growth of ausferrite and improving the strength properties but without any substantial loss of good plastic properties,

- c) **non-isothermal changes in the temperature of ausferritic transformation** (heating or cooling) – the case intermediate between a) and b) – this variant is technically beneficial as easier to implement in practice (in a narrow range of the process performance speeds).

The idea of complex heat treatment is to combine in one operation the beneficial effects of low- and high-temperature isothermal transformation, i.e. to obtain such a relationship of  $R_m = g(A_s)$  (curve 2 in Fig. 1) that will make  $g(A_s) > f(A_s)$  and  $g^{-1}(R_m) > f^{-1}(R_m)$ .



Rys. 1. Relacja między właściwościami wytrzymałościowymi i plastycznymi dla żeliwa ADI uzyskanego za pomocą standardowej i złożonej obróbki cieplnej

Fig. 1. Mechanical and plastic properties compared for ADI obtained by standard vs complex heat treatment

Obróbka złożona powinna zatem umożliwić uzyskanie właściwości scharakteryzowanych przez krzywą 2 (rys. 1). Daje to korzyść w stosunku do obróbki standardowej – wyższe właściwości wytrzymałościowe dla takiego samego wydłużenia lub lepsze właściwości plastyczne dla takiej samej wytrzymałości, co jest niemożliwe do osiągnięcia za pomocą klasycznej jedno-stopniowej obróbki żeliwa sferoidalnego.

Do badania przemian fazowych (w tym procesów rozpadu metastabilnych faz) stosuje się z powodzeniem dynamiczne (nieizotermiczne) techniki analizy termicznej, takie jak np. różnicowa kalorymetria skaningowa (DSC) czy analiza dylatometryczna, gdyż przemiany fazowe zachodzące w żelowie ADI są przemianami pierwszego rzędu i charakteryzującymi się niezerowymi wartościami zmian objętości ( $\Delta V$ ) i entropii (entalpii  $\Delta H$ ).

Badania te polegają na kontrolowanym nagrzewaniu materiału o określonym składzie fazowym i rejestracji

Complex heat treatment should therefore enable obtaining the properties characterized by curve 2 (Fig. 1). Compared to the standard treatment, this gives the advantage of higher mechanical properties with the same elongation or higher ductility with the same strength, both of which are difficult to obtain in a commonly applied, standard single-step heat treatment of ductile iron.

The study of phase transformations (including the decomposition of metastable phases) is successfully done with the dynamic (non-isothermal) techniques of thermal analysis such as, e.g. differential scanning calorimetry (DSC) or dilatometry, since phase transformations occurring in ADI are the first order transformations characterized by non-zero values of changes in both volume ( $\Delta V$ ) and entropy (enthalpy  $\Delta H$ ).

These studies rely on controlled heating of the material of a specific phase composition and recording the

efektów cieplnych lub dylatacyjnych (objętościowych) związanych z rozpadem faz obecnych w strukturze stopów. Wnioskowanie odbywa się zatem na podstawie badania przemian odwrotnych, a punktem wyjścia jest struktura po przeprowadzonej obróbce cieplnej.

Celem pracy jest zbadanie możliwości zastosowania techniki analizy termicznej (dylatometrycznej) do analizy doboru parametrów złożonej obróbki cieplnej żeliwa ADI, co pozwoliłoby na projektowanie tego typu obróbki polepszającej właściwości wytrzymałościowych w stosunku do obróbki standardowej.

## 2. Materiał do badań

Obserwacje mikrostruktury materiału do badań w stanie po odlaniu, wykonane za pomocą mikroskopu świetlnego Neophot 32, pozwoliły na opis struktury wyjściowej materiału do badań, który wraz ze składem chemicznym przedstawiono w tabeli 1.

Tabela 1. Skład chemiczny i struktura wyjściowego żeliwa sferoidalnego  
Table 1. Chemical composition and structure of the base ductile iron

Skład chemiczny, % wag. / Chemical composition, wt. %						Struktura/Structure	
C	Si	Mn	Mg	Cu	Ni	Grafit (PN-EN ISO 945-1:2009) / Graphite (PN-EN ISO 945-1:2009)	Osnowa/ Matrix
3,40	2,45	0,28	0,05	0,51	1,02	VIA6-100%	92% perlit / 92% pearlite

Wyznaczona metodą dylatometryczną temperatura przemiany  $A_{c3}$  wynosiła  $870^{\circ}\text{C}$ , co pozwoliło na wybór temperatury austenitowania  $T_a = 900^{\circ}\text{C}$ . Korzystając z danych literaturowych i doświadczeń własnych, przyjęto czas austenitacji  $t_a = 30$  min, ze względu na małą masę próbek.

## 3. Badania

Rysunek 2 przedstawia schematycznie sposoby przeprowadzenia trzech typów złożonej obróbki cieplnej ADI żeliwa sferoidalnego dla dwóch granicznych wartości temperatury przemiany izotermicznej  $T_{pi} = 270^{\circ}\text{C}$  i  $390^{\circ}\text{C}$  oraz zróżnicowanych czasów przemiany  $t_i$  ( $t_{pi}$  oznacza optymalny czas przemiany) lub szybkości nagrzewania/studzenia  $q_i$ :

a) obróbki jednostopniowej izotermicznej (klasycznej) ( $T_{pi}$ ,  $t_{pi}$ ) – schematy 1a, 1b,

thermal or dilatation-related effects (changes in volume) of the decomposition of phases present in the structure of alloys. This means that conclusions are drawn from the studies of reverse transformations, and the starting point becomes the structure after heat treatment has been performed.

The aim of this study was to investigate the applicability of the technique of thermal analysis (dilatometry) in the selection of the ADI heat treatment parameters in order to be able to design the heat treatment process that will result in an improvement of properties as compared to standard heat treatment procedure.

## 2. Test material

The Neophot 32 light microscope was used for examination of the as-cast microstructure of the tested material. These results and chemical composition of the material under investigation are shown in Table 1.

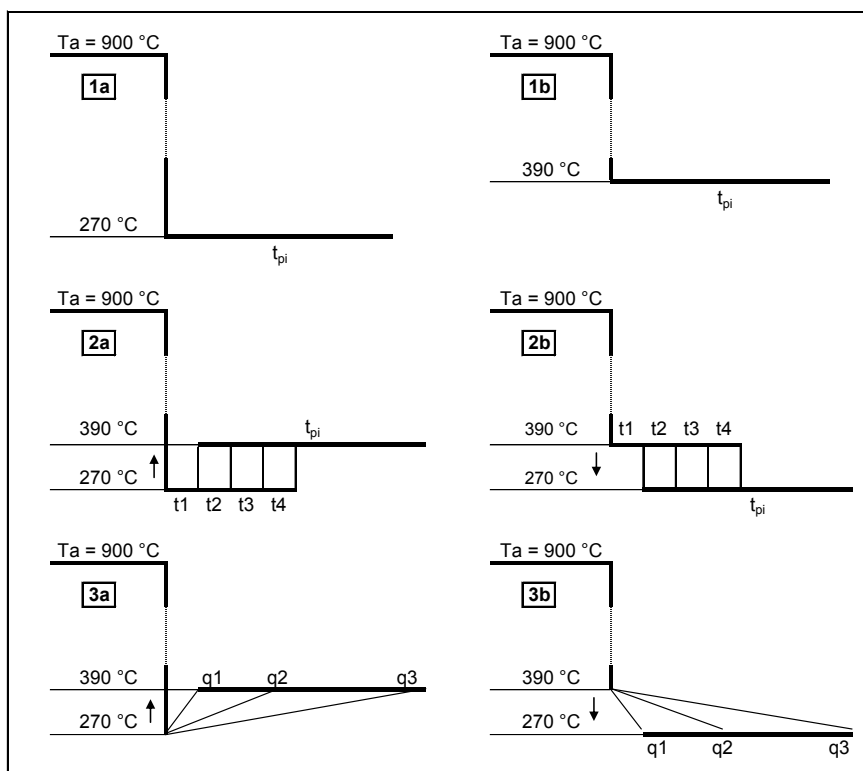
As determined by dilatometry, the  $A_{c3}$  transformation temperature was  $870^{\circ}\text{C}$ , which prompted the choice of the austenitising temperature of  $T_a = 900^{\circ}\text{C}$ . Based on literature data and our own experience and considering the small weight of samples, it was decided to choose the austenitising time of  $t_a = 30$  minutes.

## 3. Experimental

Figure 2 schematically shows the technique of carrying out the three types of ADI heat treatments for the two selected limit values of the temperature of isothermal transformation, i.e.  $T_{pi} = 270^{\circ}\text{C}$  and  $390^{\circ}\text{C}$ , with different transformation times  $t_i$  ( $t_{pi}$  denotes optimum time of transformation) and heating/cooling rates  $q_i$ :

a) single-step austempering (standard) ( $T_{pi}$ ,  $t_{pi}$ ) – schemes 1a, 1b,

- b) obróbki dwustopniowej (izotermicznej) jako przejścia w sposób skokowy od temperatury niższej do wyższej lub od wyższej do niższej ( $T, t_1 \dots t_k \rightarrow (T_{pi}, t_{pi})$ ) – schematy 2a, 2b odpowiednio,
- c) obróbki złożonej (nieizotermicznej) jako przejście od temperatury niższej do wyższej (schemat 3a) lub od wyższej do niższej (schemat 3b) z różnymi szybkościami nagrzewania/studzenia – schematy 3a, 3b.



Rys. 2. Schemat rodzajów obróbki cieplnej ADI  
 Fig. 2. Scheme of types of ADI heat treatment

Obróbkę cieplną przeprowadzono w dylatometrze hartowniczym Rita L78 firmy Linseis na próbkach o wymiarach  $\varnothing 3 \times 10$  mm, charakteryzującym się możliwością szybkiego nagrzewania i studzenia próbek w ramach segmentowego programu zmian temperatury. Badania przeprowadzono w ochronnej atmosferze helu, przejścia pomiędzy segmentami zrealizowano z szybkością 120 K/s, a segment nagrzewania – dekompozycji struktury ausferytycznej – z szybkością 6 K/min.

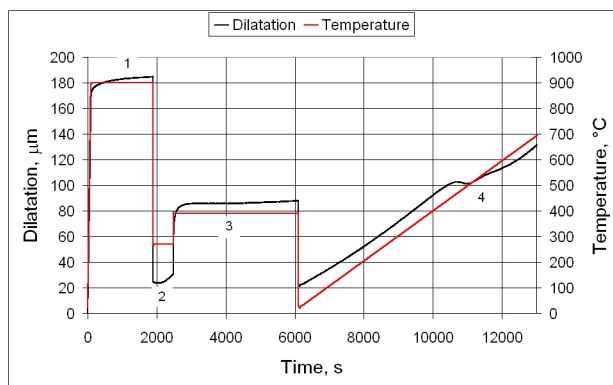
Rysunek 3 pokazuje przykładową sekwencję pomiarów dylatometrycznych potrzebnych do analizy jednego z wariantów przemiany ausferytycznej typu 2a.

Analiza i optymalizacja parametrów złożonej obróbki cieplnej odbyła się na podstawie badania przemian odwrótnych za pomocą metody różnicowej analizy dylatometrycznej, podczas nieizotermicznej dekompozycji próbek o zróżnicowanej strukturze ausferytycznej, uzyskanej w wyniku symulacji obróbki wg zaproponowanego schematu (rys. 2).

The heat treatment was carried out in a Linseis Rita L78 quenching dilatometer on samples having dimensions  $\varnothing 3 \times 10$  mm. A characteristic feature of the apparatus is the possibility of rapid heating and cooling of samples within a segment program of temperature changes. Tests were carried out in a protective atmosphere of helium. The speed of transition between segments of heat treatment was 120 K/s, and the rate of ausferritic structure heating and decomposition – 6 K/min.

Figure 3 shows an example of the sequence of dilatometric measurements results used to analyse one variant of the ausferritic transformation namely 2a type.

Analysis and optimisation of the heat treatment parameters were based on the study of inverse transformations made by the method of differential dilatometric analysis during non-isothermal decomposition of samples with diversified ausferritic structure obtained as a result of the heat treatment simulation according to the scheme proposed (Fig. 2).

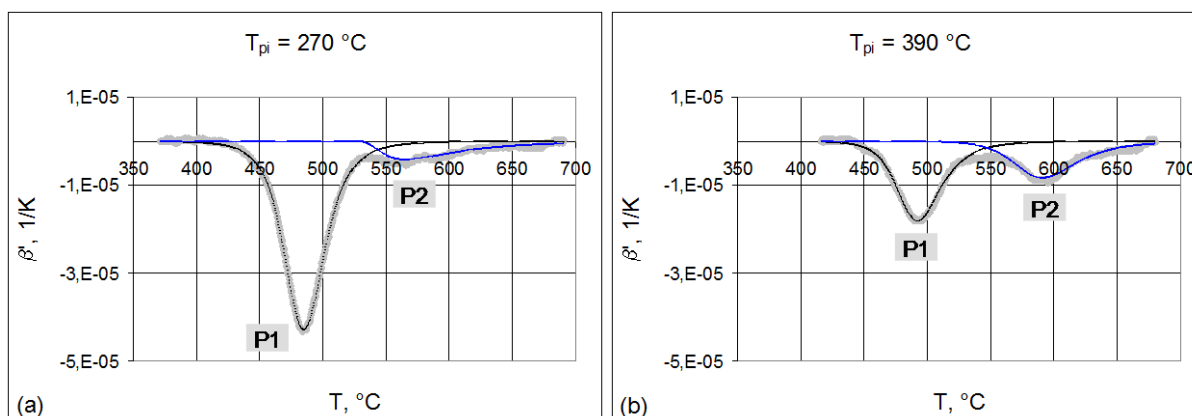


Rys. 3. Przykładowa (wariant 2a, rys. 2) sekwencja pomiarów dylatometrycznych: 1) austenizacja, 2) pierwsze stadium 270°C/10 min, 3) drugie stadium 390°C/60 min, 4) dekompozycja ausferytu ( $q = 6 \text{ K/min}$ )

Fig. 3. Example of the sequence (variant 2a, Fig. 2) of dilatometric measurements: 1) austenitising, 2) the first step of 270°C/10 min, 3) the second step of 390°C/60 min, 4) the decomposition of ausferrite ( $q = 6 \text{ K/min}$ )

Rysunki 4a,b przedstawiają przykładowe różniczkowe krzywe dylatometryczne w postaci znormalizowanego (po odjęciu linii bazowej) współczynnika rozszerzalności liniowej  $\beta'$ , odpowiadające rozpadowi struktury ausferytycznej (frag. 4, rys. 3) uzyskanej w warunkach obróbki jednostopniowej w temperaturze  $T_{pi} = 270^\circ\text{C}$  i  $390^\circ\text{C}$ . Krzywe rozmyte reprezentują rzeczywisty (zmierzony) przebieg rejestrowanej wielkości, pozostałe krzywe zostały utworzone za pomocą programu PeakFit v.4.12 służącego do dekonwolucji złożonych sygnałów (pików), przy wykorzystaniu funkcji analitycznych. Pozwala to na określenie zmian dylatacji (objętości) towarzyszących składowym procesom rozpadu struktury ausferytycznej podczas nagrzewania z małą szybkością.

Figures 4a and 4b show examples of differential dilatometric curves in the form of a standard (minus the baseline) coefficient of linear expansion  $\beta'$ , corresponding to the decomposition of ausferritic structure (stage 4 in Fig. 3) obtained in a single-step treatment at  $T_{pi} = 270^\circ\text{C}$  and  $390^\circ\text{C}$ . Fuzzy curves represent actual (measured) run of the recorded quantity, other curves have been plotted with a PeakFit v.4.12 program used for the deconvolution of complex signals (peaks) with analytical functions. This allowed determination of the dilatation-related changes in volume accompanying the process of the ausferritic structure decomposition during low-rate heating.



Rys. 4a,b. Krzywe dylatometryczne rozpadu struktury ausferytycznej: a)  $T_{pi} = 270^\circ\text{C}$ , b)  $T_{pi} = 390^\circ\text{C}$   
 Fig. 4a,b. The dilatometric curves of ausferritic structure decomposition: a)  $T_{pi} = 270^\circ\text{C}$ , b)  $T_{pi} = 390^\circ\text{C}$

Identyfikację i ocenę ilościową zachodzących przemian fazowych przeprowadzono na podstawie wyników pracy [13]. W zakresie temperatury 400–650°C występują dwa egzotermiczne efekty charakteryzujące się ujemną zmianą objętości, odzwierciedlające rozpad ausferytu: przemianę przesyconego ferrytu iglastego z wydzieleniem  $\text{Fe}_3\text{C}$ , koagulację troostytu i relaksa-

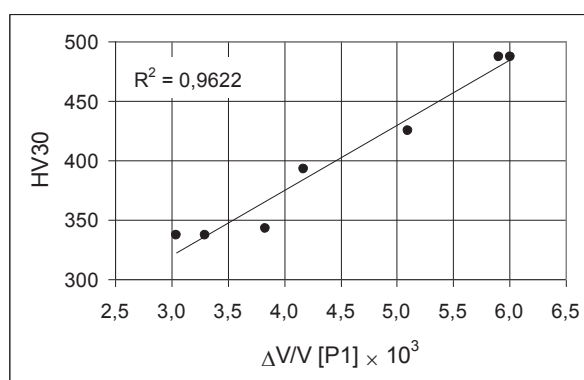
The quantitative identification with evaluation of phase transformations was based on the results given in [13]. In the temperature range of 400–650°C there are two exothermic effects characterized by a negative change in volume, reflecting the decomposition of ausferrite, i.e. the transformation of supersaturated acicular ferrite with the precipitation of  $\text{Fe}_3\text{C}$ , coagulation of troostite

cję naprężeń wraz z utratą koherencji  $\text{Fe}_3\text{C}$  (P1) oraz rozpad austenitu przesyconego węglem i koagulację faz finalnych, takich jak troostyt i sorbit (P2).

Przyjęto roboczą hipotezę, że wielkości efektów P1 i P2 są odpowiednio miarą wytrzymałości i plastyczności materiału. Potwierdza to przedstawiony na [rysunku 5](#) związek między twardością stopów po obróbce jednostopniowej a zmianami objętości niższej temperatury efektów (P1), towarzyszącymi dekompozycji składnika struktury ausferytycznej. Analiza relacji efektów zmian objętościowych (P2) i udziałów objętościowych austenitu wzbogaconego w węgiel wymaga dalszych badań.

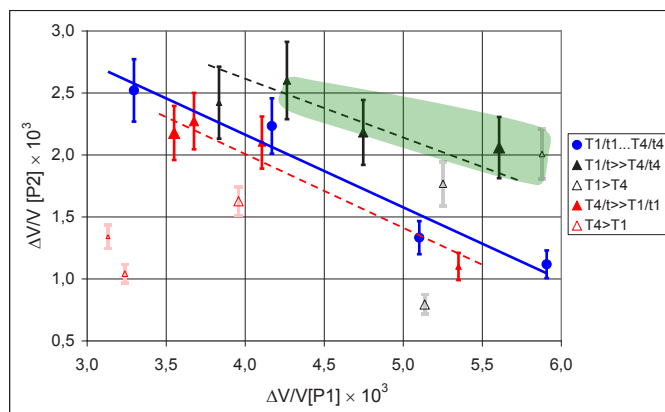
and stress relaxation with the loss of cohesion by  $\text{Fe}_3\text{C}$  (P1), and the decomposition of carbon-saturated austenite with coagulation of the resulting phases, such as troostite and sorbite (P2).

A working hypothesis was adopted that the magnitude of P1 and P2 effects is a measure of the material strength and ductility, respectively. This is confirmed by the relationship shown in [Figure 5](#) between alloy hardness HV30, measured after a single-step heat treatment and volume changes accompanying the exothermic effect (P1) of the decomposition of a constituent of the ausferritic structure. Further studies are required to analyse the relationship between volume changes (P2) and volume fraction of the carbon-rich austenite.



Rys. 5. Relacja między twardością HV30 a względną zmianą objętości towarzyszącą procesowi P1

Fig. 5. Relationship between measured hardness HV30 and relative volume changes accompanying process P1



Rys. 6. Zależność względnej zmiany objętości towarzyszącej procesowi P2 od zmiany objętości towarzyszącej procesowi P1; obróbka standardowa (T1/t1...T4/t4), dwustopniowa (>>) oraz nagrzewanie lub studzenie (>) z szybkościami  $q = 1,2$  i  $4$  K/min

Fig. 6. Relative volume changes accompanying process P2 vs relative volume changes accompanying process P1; standard treatment (T1/t1...T4/t4), two-step treatment (>>), and heating or cooling (>) at a rate of  $q = 1.2$  and  $4$  K/min

**Rysunek 6** przedstawia zależności względnej zmiany objętości związanej z procesem P2 od zmiany objętości towarzyszącej procesowi P1, wyznaczone podczas odpuszczania struktury ausferytycznej, po różnych wariantach obróbki cieplnej. Punkty odpowiadające obróbce dwustopniowej połączono liniami przerywanymi;

**Figure 6** shows the relationship between relative changes in volume accompanying process P2 and relative changes in volume accompanying process P1, determined while tempering the ausferritic structure obtained after different variants of the heat treatment. Points corresponding to the two-step heat treatment

zwiększenie rozmiaru symboli graficznych informuje o wydłużeniu czasów wytrzymania stopu w temperaturze pierwszego stadium obróbki, które wynosiły 5, 10, 15 i 30 min ( $T_1 = 270^\circ\text{C}$ ) i 2,5, 10 i 15 min ( $T_4 = 390^\circ\text{C}$ ). Punkty leżące nad linią łączącą dane dla obróbki jednostopniowej  $T_1/t_1$  ( $270^\circ\text{C}/120$  min),  $T_2/t_2$  ( $310^\circ\text{C}/90$  min),  $T_3/t_3$  ( $350^\circ\text{C}/60$  min) i  $T_4/t_4$  ( $390^\circ\text{C}/45$  min) prognozują właściwości mechaniczne lepsze niż uzyskane po obróbce jednostopniowej.

Analiza wyników badań dylatometrycznych prowadzi do wniosku, że złożona obróbka ADI może dać lepsze właściwości wytrzymałościowych niż obróbka standardowa. Nadzieję na polepszenie właściwości mechanicznych stopów w stosunku do obróbki jednostopniowej (zaznaczony na rysunku obszar) można wiązać z zabiegiem dwustopniowym polegającym na wytrzymaniu próbki w niskiej temperaturze i dokończeniu procesu przemiany izotermicznej w temperaturze wyższej, dla dłuższych czasów pierwszego stadium oraz z obróbką nieizotermiczną polegającą na nagrzewaniu z małą szybkością.

#### 4. Obróbka cieplna i badania wytrzymałościowe

Na podstawie przeprowadzonej jakościowej optymalizacji parametrów obróbki cieplnej ADI wybrano kilka wariantów zabiegów cieplnych, które poddano weryfikacji za pomocą badań wytrzymałościowych.

Wycięto próbki do badań wytrzymałościowych (stacyczna próba rozciągania w temperaturze pokojowej) i, wykorzystując stanowisko składające się z dwóch pieców z kąpielą solną, przeprowadzono obróbkę cieplną próbek wg zapisanego w tabeli 2 schematu.

Złożoną obróbkę cieplną przeprowadzono w piecu solnym (pierwsze stadium), a następnie przenoszono próbki do pieca z drugą kąpielą solną (o znacznie mniejszej pojemności), gdzie realizowano drugie stadium obróbki ADI.

are connected with dashed lines. Increasing the size of graphic symbols gives information about the elongation time of holding the tested alloy at a temperature of the first step of the treatment. The dwell times are 5, 10, 15 and 30 minutes for the first step temperature  $T_1 = 270^\circ\text{C}$ , and 2,5, 10 and 15 minutes for the first step temperature  $T_4 = 390^\circ\text{C}$ . Points lying on the line and above the line connecting the data for the single-step treatment  $T_1/t_1$  ( $270^\circ\text{C}/120$  min),  $T_2/t_2$  ( $310^\circ\text{C}/90$  min),  $T_3/t_3$  ( $350^\circ\text{C}/60$  min) and  $T_4/t_4$  ( $390^\circ\text{C}/45$  min) predict the mechanical properties superior to those obtained in a single-step treatment.

Analysis of the results of dilatometric studies leads to the conclusion that two-step heat treatment of ADI can give better strength properties than the standard treatment. The expected improvement of mechanical properties compared to a single-step treatment (see area marked in the drawing) can be obtained by a two-step process, which consists in holding the sample at a low temperature (longer times) and completing the isothermal transformation at a higher temperature, and also by a non-isothermal treatment, which consists in slow heating.

#### 4. Heat treatment and mechanical tests

Using the results of a qualitative optimisation of the ADI heat treatment parameters, several variants of this process were selected, performed and subsequently verified by mechanical tests.

Samples for mechanical tests (static tensile test at room temperature) were prepared, and their heat treatment (according to the scheme proposed in Table 2) was carried out using a test stand consisting of two furnaces with salt baths.

Heat treatment was performed in the first salt bath furnace (the first step) and then samples were transferred to the second salt bath furnace of a much smaller capacity, where the second step of the ADI treatment was carried out.

Tabela 2. Parametry obróbki cieplnej próbek wytrzymałościowych

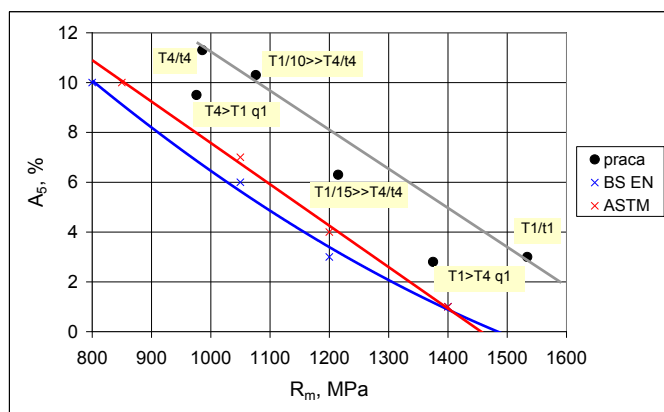
Table 2. Heat treatment parameters of samples prepared for mechanical tests

Symbol obróbki / Symbol of treatment	jednostopniowa/single-step		złożona/complex		q, K/min
	T, °C	t, min	T, °C	t, min	
T1/t1	270	120	–	–	–
T1/10>>T4/t4	270	10	390	45	–
T1/15>>T4/t4	270	15	390	45	–
T4/t4	390	45	–	–	–
T1>T4 q1	270	–	390	–	1,5
T4>T1 q1	390	–	270	–	1,0



Próbki po obróbce cieplnej poddano statycznej próbie rozciągania metali w temperaturze pokojowej, zgodnie z normą PN-EN 10002-1:2004. Wyniki badań wytrzymałościowych prezentuje rysunek 7 w postaci wykresów wiążących wytrzymałość na rozciąganie  $R_m$  i wydłużenie względne  $A_5$  z nałożonymi minimalnymi wartościami tych wielkości, wynikającymi z założeń norm EN 1564 i ASTM A 897.

Heat-treated samples were subsequently subjected to the static tensile test at room temperature in accordance with the PN EN 10002-1:2004 standard. The results of this test are shown in Figure 7 in the form of graphs showing the relationship between the tensile strength  $R_m$  and elongation ( $A_5$ ). The same graph shows also the minimum values of tensile strength and elongation of different grades of ADI as those required by the EN 1564 and ASTM A 897 standards.



Rys. 7. Właściwości wytrzymałościowe badanego stopu po różnych rodzajach obróbki cieplnej ADI

Fig. 7. Mechanical properties of the tested alloy after different types of the ADI heat treatment

Otrzymano lepsze właściwości wytrzymałościowe niż minimalne wartości określone przez normy EN 1564 i ASTM A 897.

Porównanie wyników optymalizacji obróbki cieplnej z wartościami właściwości wytrzymałościowych po statycznej próbie rozciągania (rys. 6 i 7) nie pozwala jednak na rozstrzygnięcie, czy przewidywanie właściwości na podstawie zastosowanej optymalizacji jest zasadne. Brak potwierdzenia wyników symulacji przeprowadzonej za pomocą metody analizy termicznej jest prawdopodobnie spowodowany warunkami eksperymentalnymi – asymetrią w realizacji obu stadiów obróbki cieplnej ADI. Ze względu na brak drugiego pieca solnego o dużej pojemności, który umożliwiłby prawidłowe przeprowadzenie drugiego stadium złożonej obróbki ADI, szybkie ustalenie temperatury przemiany izotermicznej w próbkach bez obniżenia temperatury kąpeli solnej nie było możliwe.

## 5. Wnioski

Na podstawie przeprowadzonych badań można sformułować następujące wnioski.

1. Opracowano dilatometryczną metodę symulacji właściwości wytrzymałościowych ADI opierającą się na ilościowej analizie podwójnego efektu zmian objętościowych związanych z dekompozycją ausferytu podczas nagrzewania. Pozwoliła ona na dobór

Higher mechanical properties were obtained than those minimum specified by the EN 1564 and ASTM A 897 standards.

However, a comparison of the results of the heat treatment optimisation with the values of mechanical properties obtained in a static tensile test (Figs. 6 and 7) does not allow to determine whether the prediction of properties based on the applied optimisation is justified. Failure to confirm the results of simulations carried out by the method of thermal analysis was probably due to the experimental conditions. Since the second high-capacity salt bath furnace was not available, it was difficult to realize properly the second step of the ADI treatment. A quick temperature fixing of isothermal 2<sup>nd</sup> stage in the samples without reducing the salt bath temperature was not possible.

## 5. Conclusions

Based on the studies conducted, the following conclusions can be drawn.

1. A dilatometric method for the simulation of ADI mechanical properties was developed, based on a quantitative analysis of the double effect of changes in volume due to the ausferrite decomposition during heating. The method enabled selection of

parametrów złożonej obróbki ADI, rokujących uzyskanie lepszych właściwości wytrzymałościowych  $R_m$  i  $A_5$  niż po obróbce standardowej, a niemożliwych do uzyskania za pomocą obróbki jednostopniowej.

- Przeprowadzono statyczną próbę rozciągania metali w temperaturze pokojowej i uzyskano bardzo dobre właściwości wytrzymałościowe, lepsze niż minimalne wartości określone przez normy EN 1564 i ASTM A 897.
  - Przeprowadzone testy właściwości wytrzymałościowych nie potwierdziły w pełni wyników symulacji; bardzo dobre właściwości wytrzymałościowe  $R_m$  i  $A_5$  uzyskane na drodze obróbki wielostopniowej i nieizotermicznej otrzymano również na drodze klasycznej obróbki jednostopniowej przy odpowiednim doborze parametrów.
  - Jako przyczynę braku korelacji można wskazać prawdopodobne błędy systematyczne związane z przeprowadzeniem dwustopniowej obróbki cieplnej próbek wytrzymałościowych z wykorzystaniem pieca solnego o małej pojemności, co mogło zakłócić drugie stadium złożonej obróbki cieplnej ADI.
  - Weryfikacja metody symulacji efektywności złożonej obróbki ADI wymaga dalszych badań w kierunku korelacji efektów zmian objętościowych i udziałów objętościowych austenitu wzbogaconego w węgiel oraz rozszerzenia bazy danych eksperymentalnych właściwości wytrzymałościowych ADI.
- The static tensile test was performed at room temperature and very good mechanical properties were obtained, superior as a matter of fact to those, minimum values specified by the EN 1564 and ASTM A 897 standards.
  - The performed mechanical tests did not fully confirm the results of the simulation; very good mechanical properties ( $R_m$  and  $A_5$ ) obtained by multi-step and non-isothermal treatment were also obtained by standard single-step treatment with properly selected parameters.
  - The lack of correlation was ascribed to probable systematic errors caused by the use of a low-capacity salt bath furnace in the two-step heat treatment of samples, which might disturb the second step of this complex process.
  - Verification of the method simulating the effectiveness of the ADI complex heat treatment requires further studies of a relationship between the effect of volume changes and volume fraction of carbon-rich austenite with an extension of the database comprising the experimental mechanical properties of ADI.

## 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 the National Science Centre; grant No. UMO-2013/09/B/ST8/02061.

## Literatura/References

- Bayati, H., Elliott, R. (1999). The concept of an austempered heat treatment processing window. *Int. J. Cast Metal Res.*, 11(5), 413–417.
- Putatunda, S.K. (2001). Development of austempered ductile cast iron (ADI) with simultaneous high yield strength and fracture toughness by a novel two-step austempering process. *Mat. Sci. Eng. A*, 315(1–2), 70–80.
- Hsu, C.-H., Chuang, T.-L. (2001). Influence of stepped austempering process on the fracture toughness of austempered ductile iron. *Metall. Mater. Trans. A*, 32A(10), 2509–2514A.
- Santos, H., Duarte, A., Seabra, J. (2002). Austempered ductile iron with tempered martensite. *Int. J. Cast Metal Res.*, 15(2), 117–124.
- Putatunda, S.K., Yang, J. (2003). A novel processing of austempered ductile cast iron (ADI). *Mater. Sci. Forum*, 426–432(part 2), 913–918.
- Putatunda, S.K. (2003). Improvement in Stress Corrosion Crack Growth Resistance of an Austempered Cast Steel by a Novel Two-Step Austempering Process. *Mater. Manuf. Process.*, 18(4), 667–684.
- Batra, U., Ray, S., Prabhakar, S.R. (2004). Tensile Properties of Copper Alloyed Austempered Ductile Iron: Effect of Austempering Parameters. *J. Mater. Eng. Perform.*, 13(5), 537–541.

8. Yang, J., Putatunda, S.K. (2004). Improvement in strength and toughness of austempered ductile cast iron by a novel two-step austempering process. *Mater. Design*, 25(3), 219–230.
9. Yang, J., Putatunda, S.K. (2004). Influence of a novel two-step austempering process on the strain-hardening behavior of austempered ductile cast iron (ADI). *Mat. Sci. Eng. A*, 382(1–2), 265–279.
10. Kaczorowski, M., Krzyńska, A., Psoda M. (2004). Badania strukturalne żeliwa sferoidalnego po dwustopniowym hartowaniu izotermicznym. *Archiwum Odlewnictwa*, 4(12), 127–138.
11. Pérez, M.J., Cisneros, M.M., Valdés, E., Mancha, H., Calderón, H.A., Campos R.E. (2002). Experimental Study of Austempered Ductile Irons. *J. Mater. Eng. Perform.*, 11(5), 519–526.
12. Elsayed, A.H., Megahed, M.M., Sadek, A.A., Abouelela, K.M. (2009). Fracture toughness characterization of austempered ductile iron produced using both conventional and two-step austempering process. *Mater. Design*, 30(6), 1866–1877.
13. Gazda, A. (2010). Analysis of decomposition processes of ausferrite in copper-nickel austempered ductile iron. *J. Therm. Anal. Calorim.*, 102(3), 923–930.

