

Wpływ dwustopniowego hartowania izotermicznego na właściwości mechaniczne i odporność na ścieranie żeliwa sferoidalnego z węglnikami (CADI)

Influence of two-step austempering process on mechanical properties and wear resistance of carbidic austempered ductile iron (CADI)

Adam Bitka^{1*}, Krzysztof Jaśkowiec¹

¹Instytut Odlewnictwa, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków, Polska

¹Foundry Research Institute, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków, Poland

*Corresponding author: adam.bitka@iod.krakow.pl

Received: 11.05.2018. Accepted in revised form: 30.09.2018.

© 2018 Instytut Odlewnictwa. All rights reserved.

DOI: 10.7356/iod.2018.07

Streszczenie

CADI (Carbodic ADI) – ausferrytyczne żeliwo sferoidalne z węglnikami – jest stosunkowo nowym materiałem inżynierskim wykazującym doskonałą odporność na zużycie ścierne i dostateczną udarność. W niniejszej pracy przebadano wpływ dwustopniowego hartowania izotermicznego na wybrane właściwości żeliwa typu CADI. Dwie partie próbek poddano austenitacji w 900°C przez 60 min. Następnie pierwszą partię poddano konwencjonalnemu jednostopniowemu hartowaniu izotermicznemu w 4 różnych temperaturach kąpeli solnej: 300, 330, 360 i 390°C przez 120 minut. Drugą partię natomiast poddano dwustopniowemu hartowaniu, początkowo przez 10 min w kąpeli solnej o temperaturze 260°C, a następnie w drugiej kąpeli solnej o temperaturze 300, 330, 360 i 390°C przez 120 min. Uzyskane wyniki pokazują, że w porównaniu z konwencjonalną obróbką cieplną dwustopniowy proces ausferrytacji poprawia udarność i odporność na ścieranie żeliwa CADI.

Słowa kluczowe: CADI, żeliwo sferoidalne, węgliki, ausferryt, dwustopniowe hartowanie izotermiczne, udarność, odporność na ścieranie

Abstract

CADI (Carbodic ADI) – ausferritic ductile iron containing carbides – is a relatively new engineering material which exhibits excellent wear resistance and adequate impact strength. In this work the influence of two-step austempering process on selected properties of CADI cast iron was examined. Two batches of samples were initially austenitized at 900°C for 60 min. The first batch of the samples was austempered conventionally by single-step process in a salt bath at 4 different temperatures: 300, 330, 360 and 390°C for 120 min. The second batch was processed by two-step austempering process, first in a salt bath at 260°C for 10 min and subsequently in second salt bath at temperatures 300, 330, 360 and 390°C for 120 min. Results show that two-step austempering process improves impact strength and wear resistance of CADI compared to conventional heat treatment process.

Keywords: CADI, ductile iron, carbides, ausferrite, two-step austempering, impact strength, wear resistance

1. Wprowadzenie

Żeliwo CADI (Carbodic Austempered Ductile Iron) jest wariantem ausferrytycznego żeliwa sferoidalnego (ADI), w osnowie którego znajdują się węgliki. Powszechnie

1. Introduction

CADI (Carbodic Austempered Ductile Iron) is a variant of ausferritic ductile cast iron (ADI) containing carbides in the matrix. It is well known that hard and brittle car-

wiadomo, że twarde i kruche fazy węglkowe są w ausferycie wysoce niepożądane z powodu ich negatywnego wpływu na właściwości, głównie plastyczność oraz odporność na pękanie tego rodzaju osnowy [1]. Jednak w przypadku CADI węgliki są wprowadzone celowo, aby poprawić i tak bardzo dobrą odporność na ścieranie żeliwa ADI, przy jednocześnie zadowalającej udarności [2].

1.1. Otrzymywanie żeliwa CADI

Żeliwo tego rodzaju otrzymuje się w wyniku obróbki cieplnej odlewów z żeliwa sferoidalnego zawierającego węgliki, tzw. austemperyzacji, tj. austenitizacji oraz hartowania z przemianą izotermiczną, prowadzącej do uzyskania osnowy ausferytycznej. Parametry obróbki cieplnej wpływają na udział objętościowy węglków oraz rozmiary składników ausferytu, co daje możliwość osiągnięcia szerokiego spektrum właściwości.

Węgliki w żelowie wyjściowym można otrzymać na wiele sposobów. Najbardziej powszechną metodą jest wyprodukowanie żeliwa zabilonego w wyniku częściowej krystalizacji stopu według metastabilnego układu równowagi Fe-Fe₃C albo modyfikując skład chemiczny żeliwa, obniżając zawartość pierwiastków grafityzujących (np. Si), aby w trakcie krystalizacji wydzieliły się węgliki ledeburytyczne lub poprzez zastosowanie pierwiastków stopowych powodujących powstawanie węglków, np. chromu czy molibdenu, albo sterując chłodzeniem odlewu przy wybijaniu lub stosując ochładzalniki w formie [2,3]. Uzyskane w ten sposób niestopowe węgliki wykazują wysoką tendencję do rozpuszczania się w trakcie austenitizacji, co pozwala na kontrolowanie ich zawartości w żelowie, natomiast węgliki stopowe są bardziej termodynamicznie trwałe i nie ulegają rozpuszczaniu w trakcie obróbki cieplnej w znacznym stopniu [4].

Do bardziej zaawansowanych metod należy zaliczyć technologie umieszczania mechanicznie rozdrobnionych węglków M_xC_y w konkretnych miejscach we wnęce formy przed zalaniem ciekłym stopem lub zastosowanie technik spawalniczych typu napawanie czy wtapianie sproszkowanych węglków [5].

1.2. Odporność na zużycie ścierne żeliwa CADI

Badania laboratoryjne wykazały znakomitą odporność na zużycie ścierne żeliwa CADI w warunkach symulujących działanie zarówno wysokich, jak i niskich sił tarcia. W badaniach zużycia ściernego pod wysokimi naciskami w próbie trzpieniowej zgodnie z amerykańską normą ASTM G132-96 materiał ten przewyższa różne gatunki żeliwa oraz stali odpornej na ścieranie, a także może konkurować z niektórymi gatunkami odpornego na ścieranie żeliwa białego (rys. 1). Należy tu wspomnieć o roli, jaką pełni austenit, będący składnikiem osnowy ausferytycznej, który pod działaniem wysokich nacisków przekształca się w martenzyt (utwardzenie przez zgniot). Wraz z czasem oddziaływania sił tarcia warstwy

bide phases are highly undesirable in the ausferrite due to detrimental effect on properties, mainly toughness and crack resistance of this kind of matrix [1]. However, in the case of CADI, carbides are introduced deliberately to improve the already very good wear resistance of ADI along with satisfactory impact strength [2].

1.1. Production of CADI

This type of cast iron is obtained in a heat treatment process of ductile iron castings containing carbides, so-called austempering, i.e. isothermal quenching of initially austenitized iron, leading to an ausferritic matrix. The volume fraction of carbides and microstructural scale of the ausferrite can be controlled by heat treatment parameters to provide a wide range of properties.

Carbides in cast iron can be obtained in many ways. The most common method is the production of mottled iron as a result of partial alloy crystallization according to the metastable Fe-Fe₃C equilibrium system by modifying the cast iron chemical composition, reducing the content of graphitizing elements (e.g. Si) to promote ledeburitic carbides precipitation during crystallization or alloying the melt with carbide stabilizing elements, e.g. chromium and molybdenum or by controlling cooling of casting during shake-out or by placing chills in the mould [2,3]. Non-alloyed carbides obtained in such methods show high tendency to dissolve during austenitization, which allows to control their content in cast iron, while alloyed carbides are more thermodynamically stable and do not dissolve during the heat treatment to a large extent [4].

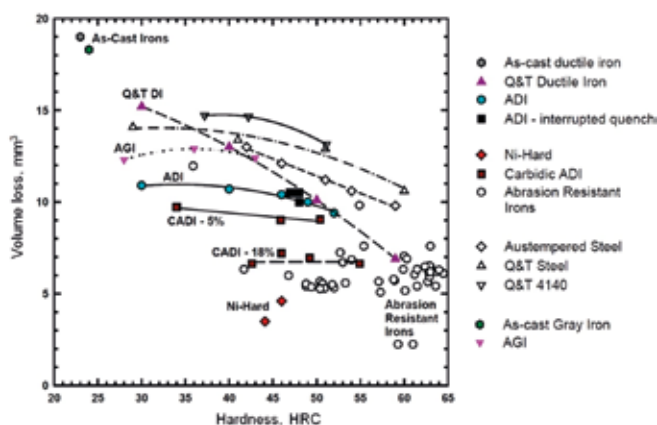
The more advanced methods include the technology of placing mechanically ground M_xC_y carbides at specific locations in the mold cavity before pouring with liquid alloy or by using welding techniques such as hard-facing or purging powdered carbides into the molten weld [5].

1.2. Wear resistance of CADI

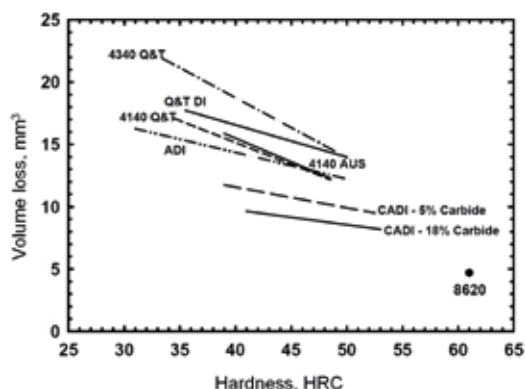
Laboratory tests showed excellent abrasion resistance of CADI in both, high and low stress environments. In the pin abrasion tests, according to the American standard ASTM G132-96, simulating high stress environment, this material exceeds various grades of cast iron and abrasion-resistant steel, and, can also compete with some grades of abrasion-resistant white cast iron (Fig. 1). It is worth mentioning the role of austenite, being a component of the ausferritic matrix, which transforms into martensite under high stress or strain (surface work-hardening). High friction forces gradually strengthen surface layers of this kind of cast iron with time. Thus, the abrasion resistance of ausferritic cast iron is rela-

wierzchnie tego rodzaju żeliwa ulegają stopniowemu umocnieniu. Dlatego też odporność na ścieranie żeliwa ausferytycznego jest względnie niezależna od jego twardości przy takich warunkach zużycia. Podobne wyniki osiągnięto w badaniach zużycia abrazyjnego w zawieszinie piasku według normy ASTM G105-02, podczas których występujące siły nacisku są niewystarczające do przemiany austenitu w martenzyt, a zatem nie dochodzi do utwardzania powierzchniowego żeliwa (rys. 2) [6].

tively independent of its hardness under such conditions of wear. Similar results were obtained in abrasive wear testing in sand suspension according to the ASTM G105-02 standard, during which the existing frictional forces are insufficient to allow the austenite-martensite transformation, and thus no surface hardening of cast iron occurs (Fig. 2) [6].



Rys. 1. Odporność na ścieranie różnych gatunków żeliwa i stali uzyskane w próbie trzpieniowej [6]
 Fig. 1. Wear resistance of various cast irons and steels obtained in pin abrasion tests [6]



Rys. 2. Odporność na ścieranie żeliwa CADI na tle innych materiałów odpornych na ścieranie uzyskana w próbie wg ASTM G105-02 [6]

Fig. 2. Wear resistance of CADI compared to other wear-resistant alloys obtained in wet sand/rubber wheel abrasion test according to ASTM G105-02 [6]

Wyniki badań przedstawione na rysunkach 1 i 2 wskazują, że żeliwo CADI wykazuje tym wyższą odporność na ścieranie, im większy jest udział węglików w jego osnowie. Laino i in. [3] badali wpływ zawartości chromu oraz temperatury hartowania izotermicznego żeliwa sferoidalnego na jego odporność na ścieranie oraz udarność. Ze wzrostem udziału objętościowego węglików w osnowie z 5% do 21%, przy wzroście zawartości chromu od 1,0% wag. do 2,5% wag. (struktura CADI), odporność na ścieranie żeliwa wzrosła prawie o 100% w odniesieniu do żeliwa ADI o tym samym składzie chemicznym (bez dodatku Cr), przy tych samych

Test results presented in the Figures 1 and 2 indicate that CADI exhibits higher wear resistance with higher carbide content in its matrix. Laino et al. [3] investigated the effect of chromium content and austempering temperature of CADI on its wear and impact strength. As the volume fraction of carbides in the matrix increased from 5% to 21%, with an increase in chromium content from 1.0 wt. % to 2.5 wt. % (CADI structure), the wear resistance of cast iron increased by up to 100% with respect to ADI with the same chemical composition (without the addition of Cr), austempered at the same temperature. At the same time, as expected, the presence of carbides

parametrach obróbki cieplnej. Jednocześnie, co było spodziewane, obecność węglików w osnowie żeliwa CADI prowadziła do znacznego spadku udarowości w porównaniu do ADI, ze 101 J do, odpowiednio, 25 J i 7 J przy zawartości 1,0% wag. i 2,0% wag. Cr.

CADI charakteryzuje się stosunkowo niską udarowością, jednak w tym względzie jest bardzo konkurencyjne w stosunku do odpornego na ścieranie żeliwa białego. Autorzy [2] donoszą, że w próbie Charpy'ego na próbkach bez karbu CADI osiąga udarowość na poziomie 11–27 J, podczas gdy gatunki żeliwa białego, w tym żeliwo Ni-Hard lub żeliwo wysokochromowe o zawartości 27% Cr, osiągają jedynie 3 J. Ponadto różne gatunki żeliwa odpornego na ścieranie to stopy zawierające duże ilości dość drogie pierwiastków stopowych, takich jak: chrom, nikiel czy molibden. Dlatego, pomimo kosztów obróbki cieplnej wykonywanej w procesie produkcyjnym żeliwa CADI, całkowite koszty jego produkcji są niższe niż żeliwa wysokostopowego.

1.3. Proces dwustopniowego hartowania izotermicznego

W latach 90. ubiegłego wieku poczyniono pierwsze próby uzyskania żeliwa ADI o podwyższonych właściwościach wytrzymałościowych i plastycznych poprzez zmodyfikowanie etapu hartowania z przemianą izotermiczną. W konwencjonalnej, jednostopniowej obróbce cieplnej w całym czasie trwania etapu hartowania temperatura medium hartowniczego jest stała (rys. 3a), natomiast nowa koncepcja zakłada zmianę temperatury medium w trakcie trwania procesu.

Właściwości żeliwa ausferytycznego zależą głównie od udziału ferrytu ($X\alpha$) i wysokowęglowego austenitu ($X\gamma$) w osnowie, morfologii tych faz oraz zawartości węgla w austenicie ($C\gamma$) i całkowitego węgla w austenicie ($X\gamma C\gamma$), na co największy wpływ wywierają temperatura (T_A) i czas (t_A) hartowania izotermicznego [7,8]. Ze wzrostem temperatury hartowania (T_A) obserwuje się wzrost udziału wysokowęglowego austenitu ($X\gamma$) oraz zawartego w nim węgla ($C\gamma$), a morfologia składników mikrostruktury staje się bardziej „gruboziarnista”, co pociąga za sobą wzrost właściwości plastycznych kosztem wytrzymałościowych. W trakcie przemiany izotermicznej austenitu ferryt powstaje w procesie zarodkowania i wzrostu [8,9]. Zarodkowanie zależy od stopnia przechłodzenia, wraz z obniżaniem temperatury przemiany izotermicznej austenitu stopień przechłodzenia rośnie, a z nim ilość zarodków ferrytu. Zastosowanie wysokiego przechłodzenia austenitu wraz z wysoką temperaturą hartowania izotermicznego powinno umożliwić otrzymanie bardzo drobnych wydzieleń ferrytu i austenitu, a zarazem wysokiej wartości parametru $X\gamma C\gamma$. Na tej podstawie Yang i Putatunda [10] opracowali nowy, dwustopniowy proces hartowania, polegający na otrzymaniu wysokiego przechłodzenia w wyniku schłodzenia żeliwa do temperatury 260°C i wytrzymaniu w tej temperaturze do zakończenia

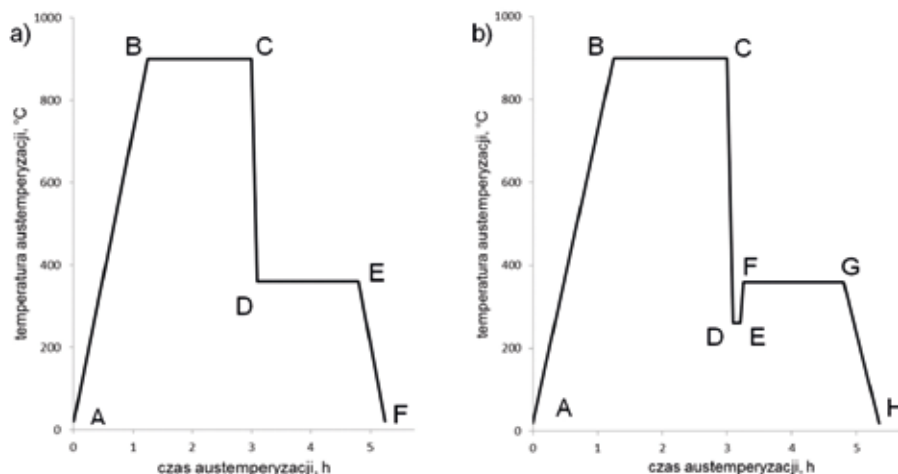
in CADI matrix led to a significant drop in impact strength compared to ADI, from 101 J to 25 J and 7 J, with Cr content of 1.0 wt. % and 2.0 wt. %, respectively.

CADI is characterized by relatively low impact strength, however, it is very competitive to abrasion-resistant white cast iron in this respect. The authors of [2] report that in the un-notched Charpy impact test CADI yields an impact strength of 11–27 J, while white cast iron grades, including Ni-Hard and 27% Cr high-chromium white cast iron, only 3 J. Furthermore, various abrasion-resistant cast irons contain large amounts of quite expensive alloying elements, such as chromium, nickel or molybdenum. Therefore, despite the cost of austempering heat treatment performed in the CADI production process, the total cost of its production is lower than that of high-alloyed cast iron.

1.3. Two-step austempering process

First attempts to obtain ADI with improved both, strength and toughness by modification of the isothermal quenching stage of austempering process were made already in the 1990s. In conventional single-step austempering, the quenching media temperature is constant throughout the process (Fig. 3a), while the new concept assumes a change in the temperature of quenching media during the process.

Ausferritic cast iron properties depend mainly on the ferrite ($X\alpha$) and high carbon austenite ($X\gamma$) content in the matrix, morphology of these phases and carbon content in austenite ($C\gamma$) as well as total carbon in austenite ($X\gamma C\gamma$), which are mostly affected by temperature (T_A) and time (t_A) of isothermal transformation [7,8]. As the austempering temperature (T_A) increases, the high carbon austenite ($X\gamma$) and its carbon content ($C\gamma$) increases, and the morphology of microstructure constituents becomes more “coarse”, which increases toughness at the expense of strength. During the isothermal transformation of austenite, ferrite is formed by nucleation and growth [8,9]. Nucleation depends on the supercooling, as the temperature of austenite isothermal transformation decreases, the supercooling increases, along with the amount of ferrite nuclei. Combining large supercooling together with higher austempering temperature should allow to obtain very fine ferrite and austenite precipitations, and a high value of the $X\gamma C\gamma$ parameter at the same time. Basing on this theory, Yang and Putatunda [10] have developed a novel two-step austempering process consisting in obtaining a large supercooling due to quenching the cast iron to 260°C, holding at this temperature until completion of the nucleation process and then raising the temperature of the quenching media (using a second salt bath) to accelerate the diffusion of car-



Rys. 3. Schemat procesu obróbki cieplnej: a) z jednostopniowym hartowaniem, A-B: nagrzewanie do temperatury austenizacji T_γ , B-C: austenizowanie w T_γ , C-D: schładzanie do temperatury hartowania T_A , D-E: hartowanie z przemianą izotermiczną w T_A , E-F: schładzanie do temperatury otoczenia; b) z dwustopniowym hartowaniem, A-B: nagrzewanie do temperatury austenizacji T_γ , B-C: austenizowanie w T_γ , C-D: schładzanie do temperatury hartowania T_{A1} , D-E: hartowanie w T_{A1} (1. etap), E-F: szybkie podgrzanie do T_{A2} , F-G: hartowanie w T_{A2} (2. etap), G-H: schładzanie do temperatury otoczenia

Fig. 3. Scheme of heat treatment proces: a) single-step austempering, A-B: heating up to the austenitizing temperature T_γ , B-C: holding at austenitizing temperature T_γ , C-D: quenching to the austempering temperature T_A , D-E: hold at the austempering at T_A , E-F: air cool to ambient temperature; b) two-step austempering, A-B: heating up to the austenitizing temperature T_γ , B-C: holding at austenitizing temperature T_γ , C-D: quenching to the first austempering temperature T_{A1} , D-E: hold at the first austempering temperature T_{A1} , E-F: raise temperature immediately to second austempering, F-G: hold at the second austempering temperature T_{A2} , G-H: air cool to ambient temperature

procesu zarodkowania, a następnie podniesieniu temperatury medium hartowniczego (zastosowanie drugiej kąpieli solnej), celem przyspieszenia dyfuzji atomów węgla i wiążącym się z tym wzrostem zawartości węgla w austenicie ($X_\gamma C_\gamma$). Schemat tak przeprowadzonej obróbki cieplnej żeliwa przedstawia rysunek 3b. Uzyskano w ten sposób wyższe wartości właściwości R_m , $R_{p0.2}$ i twardości HRC kosztem wydłużenia w porównaniu do wartości uzyskanych na drodze konwencjonalnej, jednostopniowej obróbki cieplnej. W kolejnych pracach wspomniani naukowcy wykazali, że ADI hartowane dwustopniowo cechuje niższy wykładnik umocnienia przy zgnieciu [11] oraz wyższa odporność na ścieranie [12].

Wpływ dwustopniowego hartowania żeliwa ADI (2SADI) na odporność na zużycie w różnych warunkach ścierania badali również Francucci, Sikora i Dommarco [13]. Zużycie żeliwa 2SADI przy niskich siłach tarcia było mniejsze niż zwykłego ADI i malało ze wzrostem twardości, natomiast odwrotną tendencję zaobserwowano w warunkach intensywnego ścierania, w którym to przypadku odporność na zużycie rosła ze spadkiem twardości a wzrostem plastyczności. Potwierdzili oni także poprawę właściwości wytrzymałościowych kosztem wydłużenia, lecz zaobserwowali również poprawę udamności [13].

Celem niniejszej pracy jest zbadanie wpływu parametrów dwustopniowego procesu hartowania izotermicznego żeliwa sferoidalnego zawierającego węgliki

bon atomów i związanej z tym zwiększenia zawartości węgla w austenicie ($X_\gamma C_\gamma$). Schemat takiego procesu obróbki cieplnej jest przedstawiony na rysunku 3b. Wyższe wartości właściwości, takich jak UTS , YS oraz twardość Rockwella, zostały uzyskane kosztem zmniejszenia wydłużenia w porównaniu z wartościami uzyskanymi przy konwencjonalnym, jednoetapowym hartowaniu. W dalszych pracach wspomniani naukowcy wykazali, że ADI przetworzone dwuetapowo charakteryzuje się niższym wykładnikiem utwardzenia [11] oraz lepszą odpornością na ścieranie [12].

Wpływ dwuetapowego hartowania na odporność na zużycie żeliwa ADI (2SADI) w różnych warunkach ścierania został również przebadany przez Francucci, Sikora i Dommarco [13]. Zużycie żeliwa 2SADI przy niskich siłach tarcia było niższe niż w przypadku konwencjonalnie przetworzonego ADI i zmniejszało się wraz z zwiększaniem twardości. Zjawisko odwrotne obserwowano w warunkach intensywnej abrazyj, gdzie odporność na zużycie wzrosła wraz ze spadkiem twardości i zwiększeniem wydłużenia. Wykazano również poprawę wytrzymałości, choć kosztem zmniejszenia wydłużenia, jednak poprawa wytrzymałości została również potwierdzona [13].

Celem niniejszego badania jest przebadanie wpływu parametrów dwuetapowego procesu hartowania izotermicznego żeliwa sferoidalnego zawierającego węgliki

(CADI) na odporność na zużycie ściernie w metodzie *pin-on-disc* oraz na uderność tego materiału.

2. Metoda badań i wyniki

2.1. Materiał do badań

Wytop żeliwa przeprowadzono w piecu indukcyjnym średniej częstotliwości o wyłożeniu obojętnym. Za wsad posłużyły: surówka specjalna, nawęglacz, FeMn80, FeSi50 oraz FeCr60. Żeliwo sferoidyzowano przy użyciu zaprawy NiMg17 w tyglu pieca w temperaturze 1450°C, a następnie modyfikowano żelazokrzemem FeSi75. Metal rozlano do form wykonanych z masy bentonitowej. Z dolnej części standardowych wlewków YII wycięto próbki do badań. [Tabela 1](#) przedstawia skład chemiczny otrzymanego żeliwa.

Tabela 1. Skład chemiczny żeliwa sferoidalnego, % wag.

Table 1. Ductile cast iron chemical composition, wt. %

C	Si	Mn	P	S	Mg	Ni	Cu	Cr	Fe
3,70	2,69	0,25	0,037	0,008	0,068	1,54	0,95	0,77	bal.

2.2. Obróbka cieplna

W celu przebadania wpływu dwustopniowego austemperywania na wybrane właściwości mechaniczne oraz odporność na ścieranie żeliwa przeprowadzono dwa rodzaje obróbki cieplnej. Pierwszą partię próbek austemperyowano konwencjonalnie, tj. z hartowaniem w stałej temperaturze medium hartowniczego, natomiast drugą partię próbek austemperyowano dwustopniowo, mianowicie pierwszy etap hartowania przebiegał w niższej temperaturze, a drugi etap hartowania – w wyższej temperaturze. Austenitację próbek prowadzono w muflowym piecu elektrycznym Multitherm N41/M w atmosferze argonu w temperaturze 900°C przez 1 h. W przypadku konwencjonalnej obróbki cieplnej próbki hartowano izotermicznie w kąpeli solnej o temperaturze 300, 330, 360 oraz 390°C przez 2 h. W przypadku hartowania dwustopniowego w pierwszym etapie próbki hartowano w kąpeli solnej o temperaturze 260°C przez 10 min, a następnie przeniesiono błyskawicznie do drugiej kąpeli solnej o temperaturze 300, 330, 360 oraz 390°C i hartowano izotermicznie przez 2 h. [Rysunek 3](#) przedstawia schematycznie oba procesy obróbki cieplnej. W [tabeli 2](#) przedstawiono parametry obróbki cieplnej badanego żeliwa.

2. Experimental procedure and results

2.1. Testing material

Cast iron was melted in medium-frequency induction furnace with neutral lining. Charging materials used were: pig-iron, carburizer, FeMn80, FeSi50 and FeCr60. Spheroidization with NiMg17 master alloy was performed in the furnace at 1450°C followed by inoculation with FeSi75. The melt was then poured into green sand moulds. Samples were cut out from the bottom section of the YII ingots. Chemical composition of cast iron is presented in [Table 1](#).

2.2. Heat treatment process

In order to investigate the influence of two-step austempering on selected mechanical properties and wear resistance of cast iron, two types of heat treatment were carried out. The first batch of samples was austempered conventionally, i.e. at a constant temperature of the quenching media, while the second batch of samples was austempered in two steps, the first austempering step was carried out at a lower temperature and the second austempering step at a higher temperature. Austenitization of samples was carried out in a Multitherm N41/M muffle furnace under argon protective atmosphere at 900°C for 1 h. In the case of conventional heat treatment, samples were austempered in a salt bath at 300, 330, 360 and 390°C for 2 h, while in two-step austempering, in the first step samples were austempered in a salt bath at 260°C for 10 min, then transferred immediately to a second salt bath at 300, 330, 360 and 390°C and held at these temperatures for 2 hours. [Figure 3](#) schematically shows both heat treatment processes. [Table 2](#) presents the heat treatment parameters of examined cast iron.

Tabela 2. Parametry obróbki cieplnej

Table 2. Heat treatment parameters

Oznaczenie próbki / Sample	Austenityzacja T_{γ} (°C) / t_{γ} (min) / Austenitization T_{γ} (°C) / t_{γ} (min)	Hartowanie izotermiczne / Austempering	
		1. etap T_{A1} (°C) / t_{A1} (min) / 1 st step T_{A1} (°C) / t_{A1} (min)	2. etap T_{A2} (°C) / t_{A2} (min) / 2 nd step T_{A2} (°C) / t_{A2} (min)
		CADI 300	900/60
CADI 330		330/120	
CADI 360		360/120	
CADI 390		390/120	
2SCADI 300	260/10	300/120	
2SCADI 330	260/10	330/120	
2SCADI 360	260/10	360/120	
2SCADI 390	260/10	390/120	

2.3. Mikrostruktura

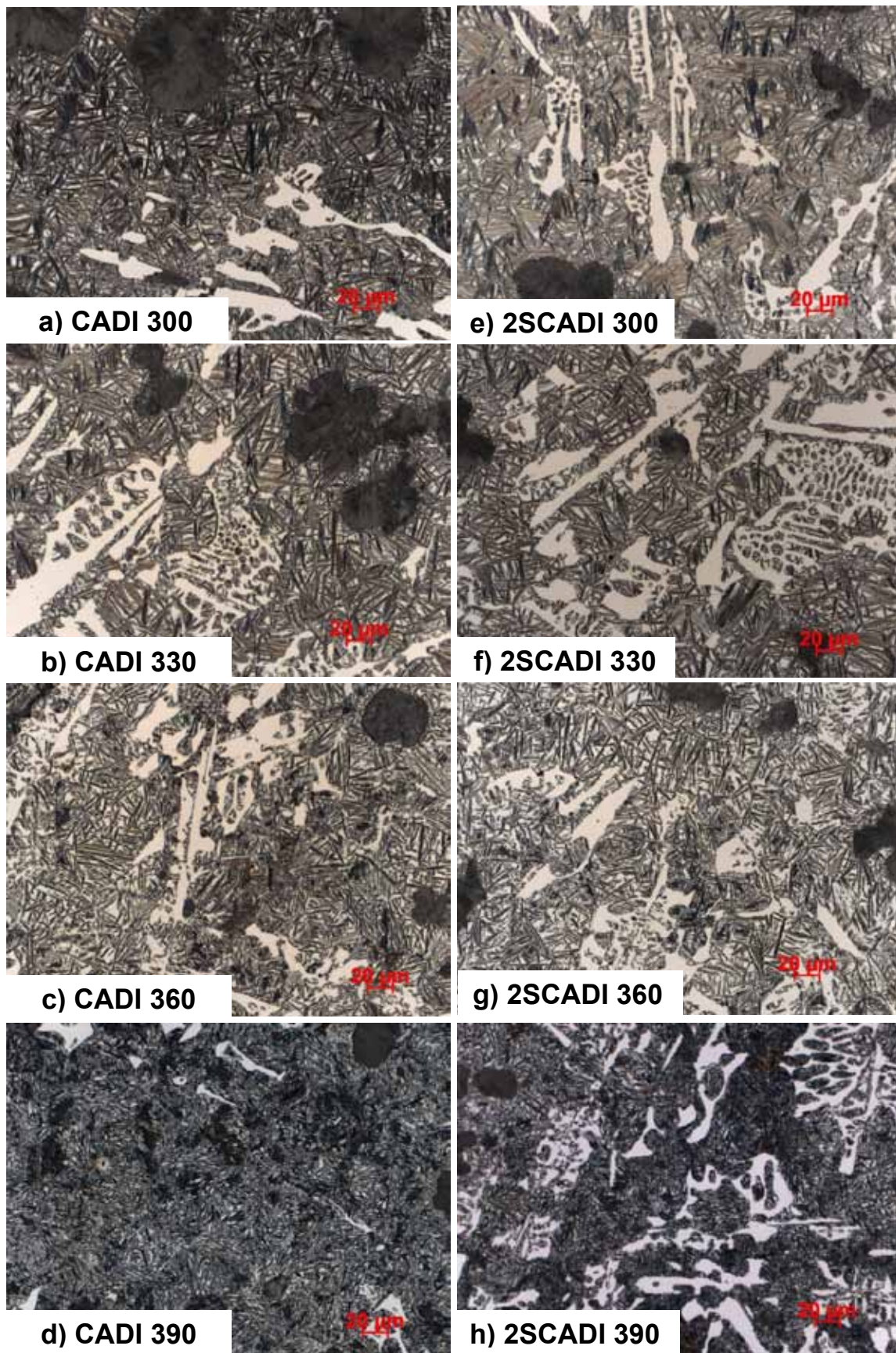
Próbki do badań mikrostruktury przygotowano standardowymi metodami. Zgłady metalograficzne trawiono odczynnikiem Mi1Fe. Obserwację mikrostruktury prowadzono za pomocą mikroskopu Zeiss Axio Observer Z1m. Mikrostruktura żeliwa w stanie lanym (rys. 4) składała się z perlitu o dużej dyspersji z wydzieleniami grafitu kulkowego i węglików. Na rysunku 5 zestawiono mikrostruktury badanego materiału uzyskane w wyniku obróbki cieplnej zgodnie z parametrami podanymi w tabeli 2. Widoczna jest charakterystyczna struktura osnowy ausferytu składająca się z ciemnych igieł ferrytu oraz jasno trawiącego się austenitu z wydzieleniami grafitu i węglików.

2.3. Microstructure

Samples for microstructure examination were prepared using standard cutting and polishing techniques. Metallographic sections were etched with Mi1Fe reagent. Microstructure observation was carried out using a Zeiss Axio Observer Z1m microscope. The cast iron microstructure in as-cast condition (Fig. 4) consisted of nodular graphite and carbides distributed in pearlitic matrix with high dispersion. Figure 5 shows the microstructures of the examined material after heat treatment in accordance with parameters given in Table 2. Typical microstructure of ausferritic matrix consisting of dark ferrite needles and light etching austenite with graphite and carbide precipitations is observed.



Rys. 4. Mikrostruktura żeliwa w stanie surowym
Fig. 4. As-cast microstructure of cast iron



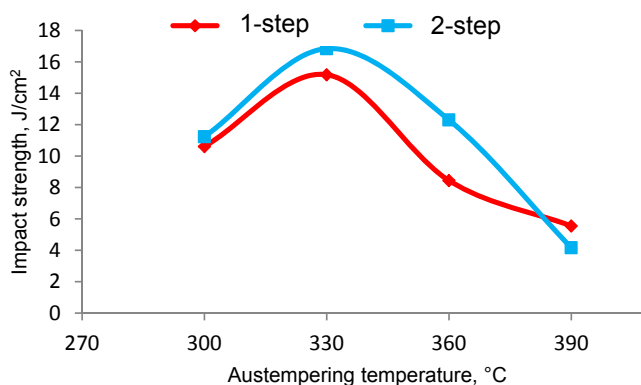
Rys. 5. Mikrostruktura żeliwa CADI po obróbce cieplnej
Fig. 5 Microstructure of CADI after heat treatment

2.4. Próby udarowościowe

Badania udarowości żeliwa przeprowadzono na obrabionych cieplnie standardowych próbkach $10 \times 10 \times 55$ mm bez karbu przy użyciu młota Charpy'ego Zwick/Roell RKP 450 z bijakiem o początkowej energii 150 J w temperaturze otoczenia. Dla każdego wariantu obróbki cieplnej wartością udarowości jest średnia z 3 prób. **Rysunek 6** przedstawia uzyskane wyniki.

2.4. Impact testing

The impact tests of cast iron were carried out on heat treated, un-notched standard samples of $10 \times 10 \times 55$ mm using a Zwick/Roell RKP 450 Charpy hammer with an initial energy of 150 J at ambient temperature. The reported values shown in **Figure 6** are the average of 3 determinations for each heat treatment variant.



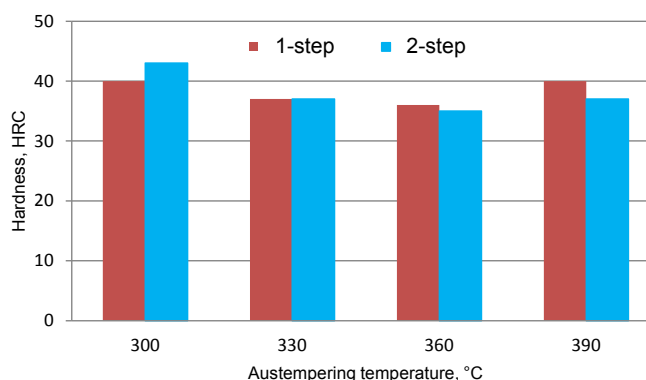
Rys. 6. Udarność żeliwa w zależności od parametrów obróbki cieplnej
Fig. 6. Impact strength of CAD1 depending on austempering parameters

2.5. Badania twardości

Pomiary twardości przeprowadzono przy użyciu typowego twardościomierza dla metody Rockwella. Dla każdego wariantu obróbki cieplnej jako wynik przyjęto średnią z 5 pomiarów. **Rysunek 7** prezentuje zmianę twardości CAD1 w zależności od zastosowanych parametrów obróbki cieplnej.

2.5. Hardness testing

Hardness measurements were performed using a typical Rockwell hardness tester. For each heat treatment variant, the average of 5 measurements was taken as the result. **Figure 7** shows the change in hardness of CAD1 depending on the heat treatment parameters.



Rys. 7. Twardość żeliwa w zależności od parametrów obróbki cieplnej
Fig. 7. Hardness of CAD1 depending on austempering parameters

2.6. Badania odporności na ścieranie

Odporność na zużycie ścierne żeliwa w zależności od parametrów obróbki cieplnej wyznaczono w metodzie *pin-on-disc* przy użyciu trybometru Ducom TR-20 (**rys. 8**). W metodzie tej próbka badanego materiału

2.6. Wear resistance testing

Wear resistance of cast iron depending on the heat treatment parameters was determined in pin-on-disc method using the Ducom TR-20 tribometer (**Fig. 8**). In this method, a pin-shaped sample of tested material

w postaci trzpienia $\varnothing 6 \times 32$ mm zakończonego półkolistą czaszą dociskaną ze stałą siłą normalną trze o wirującą przeciwpóbkę w kształcie dysku wykonaną ze stali EN-31 o twardości 60–62 HRC (rys. 9). Próby prowadzono w temperaturze otoczenia przy obciążeniu 20 N oraz 400 obr/min na drodze 2336 m. Odporność na ścieranie żeliwa CADI oceniono na podstawie średniej utraty masy z 3 prób dla każdego wariantu obróbki cieplnej (rys. 10). Próbkę ważono przed i po próbie z dokładnością 0,1 mg. W tabeli 3 zestawiono wyniki z wszystkich przeprowadzonych prób.

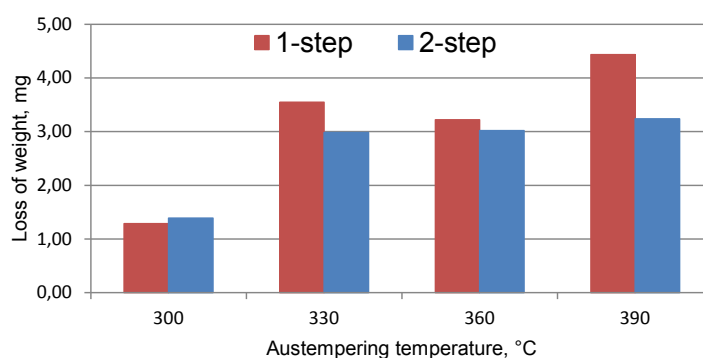
$\varnothing 6 \times 32$ mm in size with a semispherical end is pressed with constant normal force against a rotating disk-shaped counter-sample made of EN-31 steel with hardness of 60–62 HRC (Fig. 9). Tests were carried out at ambient temperature under a 20 N load and disc rotation of 400 rpm over distance of 2336 m. The wear resistance of CADI was evaluated as the average of the weight loss measurements from 3 tests for each heat treatment variant (Fig. 10). Samples were weighed before and after the test by the means of 0,1 mg precision scale. Table 3 summarizes the results from all tests carried out.



Rys. 8. Trybometr Ducom TR-20 do badań odporności na zużycie metodą pin-on-disc
Fig. 8. Ducom TR-20 pin-on-disc tribometer for wear tests



Rys. 9. Próbkę żeliwa CADI oraz przeciwpóbkę ze stali EN-31
Fig. 9. Pin-shaped CADI samples and EN-31 steel counter-sample



Rys. 10. Średni ubytek masy żeliwa w zależności od wariantu obróbki cieplnej
Fig. 10. Average loss of weight of CADI samples depending on heat treatment variant

Tabela 3. Wyniki prób udarności, twardości oraz ścierania w zależności od wariantu obróbki cieplnej

Table 3. Results of impact, hardness and wear tests depending on heat treatment variant

Oznaczenie próbki / Sample	Udarność, J/cm ² / Impact strength, J/cm ²	Twardość, HRC / Hardness, HRC	Ubytek masy, mg / Loss of weight, mg
CADI 300	10,6	40	2,26
2SCADI 300	11,2	43	1,39
CADI 330	15,2	37	3,54
2SCADI 330	16,8	37	2,98
CADI 360	8,4	36	3,22
2SCADI 360	12,3	35	3,02
CADI 390	5,6	40	4,43
2SCADI 390	4,2	37	4,08

3. Dyskusja wyników

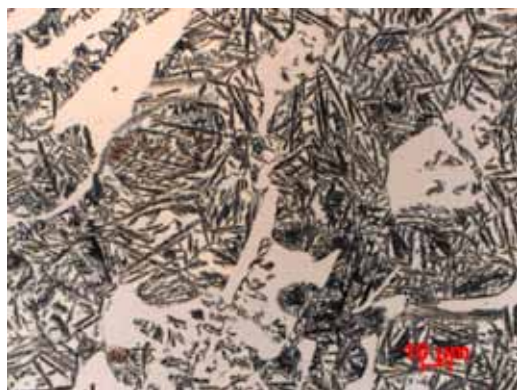
Rysunek 5 przedstawia mikrostruktury żeliwa po jednostopniowej (a–d) oraz dwustopniowej (e–h) obróbce cieplnej. Zaobserwowano wzrost rozmiarów wydzielań ferrytu, wzrost udziału austenitu oraz zmianę charakteru kształtu ferrytu z iglastego na postrzępiony ze wzrostem temperatury hartowania izotermicznego dla obu rodzajów obróbki cieplnej. Niespodziewanie, w wyższych wartościach temperatury hartowania, tj. 360 oraz 390°C, pojawiły się wydzielenia martenzytu, którego udział był większy w wyższej temperaturze hartowania izotermicznego (rys. 11). Ponieważ martenzyt był obecny zarówno w próbkach obrabianych jedno-, jak i dwustopniowo, sugerowałoby to przesunięcie okna procesowego ku dłuższym czasom w wysokich temperaturach przemiany izotermicznej austenitu, lecz wymaga to potwierdzenia w dalszych pracach badawczych.

Wpływ obróbki dwustopniowej na wymiary składników osnowy jest nie do uchwycenia metodami mikroskopii świetlnej, ponieważ różnice w porównaniu do obróbki konwencjonalnej są rzędu nanometrów [11].

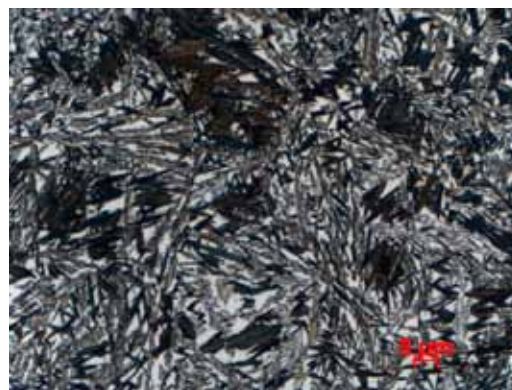
3. Discussion

Figure 5 shows CADI microstructures after single-step (a–d) and two-step (e–h) austempering. As the temperature of both, single- and two-step process increases, an increase in ferrite grain size, austenite content as well as the change of ferrite from acicular to feathery type were observed. Surprisingly, at higher austempering temperatures, i.e. 360 and 390°C, martensite precipitations were present, and their content was larger at higher austempering temperature (Fig. 11). Presence of martensite in the samples processed in both, single- and two-step austempering, suggests a shift of the process window to longer austempering times at higher isothermal transformation temperatures, but this needs confirmation in further research.

Compared to conventional heat treatment, the effect of two-step austempering on matrix microstructural constituents size is unperceivable by light microscopy, as the difference in ferrite mean particle size is in the order of nanometers [11].



a)



b)

Rys. 11. Wydzielenia martenzytu w osnowie ausferytycznej w próbkach a) 2SCADI 360 i b) CADI 390

Fig. 11. Martensite precipitations in ausferritic matrix in: a) 2SCADI 360 and b) CADI 390 samples

W wyniku dwustopniowego hartowania osiągnięto poprawę udarności żeliwa CAD1 (rys. 6), aczkolwiek przy przyjętych parametrach obróbki cieplnej efekt ten nie jest spektakularny. Wyniki badań wskazują ewidentnie na negatywny wpływ martenzytu na udarność żeliwa ausferytycznego. Obecność martenzytu w próbkach CAD1 360 oraz CAD1 390 spowodowała niemal, odpowiednio, dwukrotny oraz trzykrotny spadek udarności w porównaniu z próbką CAD1 330, chociaż spodziewany był trend odwrotny. Udarność żeliwa ausferytycznego rośnie z udziałem wysokowęglowego austenitu w osnowie, a więc i z temperaturą hartowania. Należałoby zatem spodziewać się wzrostu udarności CAD1 ze wzrostem temperatury hartowania przy odpowiednio dobranych parametrach obróbki cieplnej. Poprawa udarności w wyniku zastosowania dwustopniowej obróbki cieplnej również wiąże się ze wzrostem udziału austenitu w osnowie. W pierwszym etapie procesu dwustopniowego ($T_A = 260^\circ\text{C}$) występuje większe przechłodzenie i tworzy się większa ilość zarodków ferrytu niż w procesie jednostopniowym. Ponieważ w tak niskiej temperaturze zarodkowanie stanowi w większym stopniu o tworzeniu się mikrostruktury niż wzrost, w efekcie powstają drobniejsze wydzielenia ferrytu, które zajmują mniejszą przestrzeń w osnowie, co prowadzi do większego udziału objętościowego austenitu [10].

Badania twardości nie wskazują jednoznacznie na spodziewaną poprawę tej właściwości w całym zakresie temperatury dwustopniowego hartowania żeliwa CAD1 (rys. 7). Zaobserwowano spadek twardości ze wzrostem temperatury przemiany izotermicznej zarówno przy jedno-, jak i dwustopniowej obróbce cieplnej. Najwyższą twardość uzyskano na próbkach hartowanych w najniższej temperaturze, przy czym proces dwustopniowy dał wyższe wyniki. W próbkach hartowanych w temperaturze 360 i 390°C, w mikrostrukturze których występuje martenzyt, jest on dodatkowym czynnikiem wpływającym na twardość materiału. W tym przypadku uzyskano nieco wyższe twardości żeliwa obrabianego jednostopniowo. Zwłaszcza w próbce CAD1 390 obserwuje się silny wpływ obecnego martenzytu na wzrost twardości, wartością której dorównuje próbce CAD1 300.

Wyniki badań trybologicznych (rys. 10) wykazały poprawę odporności na ścieranie żeliwa CAD1 w wyniku zastosowania dwustopniowej obróbki cieplnej w prawie całym zakresie temperatury hartowania izotermicznego. Najwyższą odporność na ścieranie żeliwa uzyskano dla najniższej temperatury hartowania izotermicznego i jedynie w tym przypadku zastosowanie dwustopniowej obróbki cieplnej nie wpłynęło korzystnie na tę właściwość. Ze wzrostem temperatury przemiany izotermicznej do 330°C odporność na ścieranie badanego materiału maleje, co związane jest ze spadkiem twardości żeliwa. Wpływ obecności martenzytu w próbkach hartowanych jedno- i dwustopniowo w 360 i 390°C jest niejednoznaczny. Z jednej strony próbki CAD1 360 i 2SCAD1 360 wykazały nieco mniejsze zużycie w porównaniu

Two-step austempering resulted in an improvement of CAD1 impact strength (Fig. 6), although this effect is not spectacular with the heat treatment parameters used. The test results clearly indicate the negative effect of martensite on the impact strength of ausferritic cast iron. The presence of martensite in CAD1 360 and CAD1 390 samples resulted in almost twice and three times the drop in impact strength compared to CAD1 330, although the opposite trend was expected. The impact strength of ausferritic cast iron increases with the increase of high carbon austenite content in the matrix, and thus as the austempering temperature raises. Therefore, with proper selection of the heat treatment parameters, an increase of CAD1 impact strength would be expected with the increase of austempering temperature. Improvement of impact strength, as a result of using a two-step heat treatment, is also associated with an increase of the austenite content in the matrix. In the first step of a two-step process ($T_A = 260^\circ\text{C}$), the supercooling is greater and more ferrite nuclei are formed than in a single-step process. Because at such a low temperature the microstructure formation is controlled rather by nucleation than growth, smaller ferrite particles are formed, which occupy less space in the matrix, and which leads to a higher volume fraction of austenite [10].

Hardness tests do not indicate clearly the expected improvement of this property in the entire temperature range of two-step austempering of CAD1 (Fig. 7). A decrease in hardness was observed with the increase of the isothermal transformation temperature in both, single- and two-step heat treatment. The highest hardness was obtained on samples austempered at the lowest temperature, with the two-step process giving higher values. In samples austempered at 360 and 390°C, the presence of martensite in their microstructure is an additional factor affecting the hardness of the material. In this case, a slightly higher hardness of cast iron heat treated in single-step process was obtained. Especially in the CAD1 390 sample a strong influence of martensite on the increase in hardness is observed, the value of which is comparable to the CAD1 300 sample.

Tribological test results (Fig. 10) show an improvement in wear resistance of CAD1 in almost the entire temperature range of austempering as a result of two-step processing. The highest wear resistance of cast iron was obtained for the lowest temperature of austempering, and only in this case the use of a two-step heat treatment have not improved this property. As the temperature of isothermal transformation increases to 330°C, the wear resistance of tested material decreases, which is related to the decrease in hardness. The effect of the presence of martensite in samples austempered in single- and two-step process at 360 and 390°C is not clear. On one hand, the CAD1 360 and 2SCAD1 360 samples exhibit slightly lower wear com-

z CADI 330 oraz 2SCADI 330 przy nieznacznie niższej twardości, natomiast próbki CADI 390 oraz 2SCADI 390, w mikrostrukturze których znajdowało się najwięcej martenzytu, wykazały najwyższe zużycie.

4. Wnioski

W pracy porównano efekty zastosowania jedno- i dwustopniowego procesu hartowania izotermicznego żeliwa sferoidalnego typu CADI. Wyniki przeprowadzonych badań prowadzą do następujących konkluzji:

1. W obu rodzajach zastosowanej obróbki cieplnej w wyniku hartowania z przemianą izotermiczną w temperaturze 360°C i wyższej w osnowie ausferytu badanego żeliwa utworzył się martenzyt, którego obecność wpłynęła bardzo niekorzystnie na udarność.
2. W odniesieniu do jedno-stopniowego procesu obróbki cieplnej dwustopniowe hartowanie izotermiczne poprawia udarność żeliwa CADI, aczkolwiek nieznacznie przy tak dobranych parametrach obróbki cieplnej.
3. Przeprowadzone badania trybologiczne nie wskazują jednoznacznie na pozytywny efekt dwustopniowego hartowania izotermicznego na odporność na ścieranie CADI, aczkolwiek generalnie zastosowanie tego rodzaju obróbki cieplnej ma korzystny wpływ na tą właściwość.

Podziękowania

Niniejsza praca powstała w ramach projektu statutowego przeprowadzonego w Instytucie Odlewnictwa w Krakowie i została sfinansowana przez Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego (nr zlec. 6014/00).

Literatura/References

1. Putatunda S.K., P.K. Gadicherla. 1999. „Influence of austenitizing temperature on fracture toughness of a low manganese austempered ductile iron (ADI) with ferritic as cast structure”. *Materials Science and Engineering: A* 268 (1-2) : 15-31. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00120-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00120-3).
2. Hayrynen K.L., K.R. Branderberg. 2003. „Carbide Austempered Ductile Iron (CADI) – The new wear material”. *AFS Transactions* 111 : 845-850.
3. Laino S., J.A. Sikora, R.C. Dommarco. 2008. „Development of wear resistant carbide austempered ductile iron (CADI)”. *Wear* 265 (1-2) : 1-7. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.wear.2007.08.013>.
4. Caldera M., G.L. Rivera, R.E. Boeri, J.A. Sikora. 2005. „Precipitation and dissolution of carbides in low alloy ductile iron plates of varied thickness”. *Materials Science and Technology* 21 (10) : 1187-1191. DOI: <https://doi.org/10.1179/174328405X62242>.

pared to the CADI 330 and 2SCADI 330 at a slightly lower hardness, while the CADI 390 and 2SCADI 390 samples, in the microstructure of which martensite content was greatest, showed the highest wear.

4. Conclusions

In this study effects of conventional single-step and two-step austempering of CADI cast iron were compared. The results of the performed tests lead to following conclusions:

1. In both types of heat treatment, in the cast iron ausferritic matrix martensite was formed during isothermal transformation at 360°C and higher, presence of which had a very detrimental effect on the impact strength.
2. Two-step austempering process improves impact strength of CADI compared to single-step process, although an improvement is rather slight with heat treatment parameters chosen herein.
3. The tribological examinations do not indicate clearly the positive effect of two-step austempering on CADI wear resistance, although in general, the use of this type of heat treatment has a positive effect on this property.

Acknowledgements

This work was carried out as part of a statutory project at the Foundry Research Institute in Krakow and was financed by the Ministry of Science and Higher Education (order number 6014/00).

5. Keough J.R., K.L. Hayrynen. 2000. „Carbide Austempered Ductile Iron (CADi)”. Pobrane z: www.appliedprocesses.com [dostęp: 3.10.2017]
6. Keough J.R., K.L. Hayrynen. 2005. „Wear properties of austempered ductile irons”. *SAE Technical Paper*, 2005-01-1690. DOI: <https://doi.org/10.4271/2005-01-1690>.
7. Moore D.J., T.N. Rouns, K.B. Rundman. 1985. „The effect of heat treatment, mechanical deformation, and alloying element additions on the rate of bainite formation in austempered ductile irons”. *Journal of Heat Treating* 4 (1) : 7–24. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF02835485>.
8. Guzik E. 2001. *Procesy uszlachetniania żeliwa – wybrane zagadnienia*. Archiwum Odlewnictwa, Monografia Nr 1M. Katowice: PAN.
9. Rundman K.B., D.J. Moore, K.L. Hayrynen, W.J. Dubensky, T.N. Rouns. 1988. „The microstructure and mechanical properties of austempered ductile iron”. *Journal of Heat Treating* 5 (2) : 79–95. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF02833175>.
10. Yang J., S.K. Putatunda. 2004. „Improvement in strength and toughness of austempered ductile cast iron by a novel two-step austempering process”. *Materials & Design* 25 (3) : 219–230. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2003.09.021>.
11. Yang J., S.K. Putatunda. 2004. „Influence of a novel two-step austempering process on the strain-hardening behavior of austempered ductile cast iron (ADI)”. *Materials Science and Engineering: A* 382 (1–2) : 265–279. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.04.076>.
12. Yang J., S.K. Putatunda. 2005. „Effect of microstructure on abrasion wear behavior of Austempered Ductile Cast Iron (ADI) processed by a novel two-step austempering process”. *Materials Science and Engineering: A* 406 (1–2) : 217–228. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.06.036>.
13. Francucci G., J. Sikora, R. Dommarco. 2008. „Abrasion resistance of ductile iron austempered by the two-step process”. *Materials Science and Engineering: A* 485 (1–2) : 46–54. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.07.081>.