UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Tese de Doutorado

EFEITO DO REVENIMENTO SOBRE A MICROESTRUTURA E O DESEMPENHO MECÂNICO DE UM AÇO MULTICONSTITUÍDO COM ALTO TEOR DE Si

Autor: José Alberto da Cruz Junior

Orientador: Prof. Dr. Dagoberto Brandão Santos

Belo Horizonte, Julho de 2014

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

José Alberto da Cruz Junior

EFEITO DO REVENIMENTO SOBRE A MICROESTRUTURA E O DESEMPENHO MECÂNICO DE UM AÇO MULTICONSTITUÍDO COM ALTO TEOR DE Si

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais

Área de concentração: Metalurgia Física

Orientador: Prof. Dr. Dagoberto Brandão Santos

Belo Horizonte

Escola de Engenharia da UFMG

2014

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus pela minha saúde, inteligência e por estar comigo nos momentos difíceis.

Aos meus pais, José Alberto da Cruz e Edith Barcellos pelas orações, apoio, educação e o amor incondicional.

A minha irmã Marcela Barcellos Cruz e a minha sobrinha Maria Eduarda Barcellos Pereira pelo carinho e incentivo.

A minha namorada Nathália Bruna Andriola Damasceno pelo carinho, companheirismo e incentivo.

Aos professores do PPGEM/UFMG, em especial o Prof. Dr. Dagoberto Brandão Santos pelos ensinamentos adquiridos e orientação.

Aos servidores técnicos, Patrícia Azevedo e Andréia Bicalho pelas análises das amostras.

À Profª. Dr(a). Berenice Gonzalez pelos ensaios de tração.

Ao Prof. Dr. Jefferson Vilela (CDTN) pelos ensaios de impacto.

Ao Prof. Dr. Roberto Figueiredo pela preparação das amostras de MET.

Aos técnicos do centro de microscopia (CM/UFMG) pelas análises das amostras.

À CAPES pela bolsa de estudos concedida.

À Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG) pelo acolhimento e pela educação proporcionada.

“You have to do the best with what God gave you.”

(Forest Gump)

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS iii
LISTA DE TABELAS viii
LISTA DE NOTAÇÕES ix
RESUMO xiii
ABSTRACT xiv
1 – INTRODUÇÃO 1
2 – OBJETIVOS 3
3 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 4
3.1 – Transformação Bainítica 4
3.1.1 – Bainita Superior e Inferior 6
3.1.2 – Fatores que afetam a espessura das placas de bainita 10
3.2 – Bainita nanoestruturada 14
3.2.1 – Termodinâmica da transformação 22
3.3 – Austenita retida e sua estabilidade 25
3.4 – Revenimento 30
4 – METODOLOGIA 35
4.1 – Material 35
4.2 – Tratamentos Térmicos 37
4.3 – Difração de Raios-X 40
4.4 – Ensaio de Tração 41
4.5 – Ensaio de Impacto 45
4.6 – Ensaio de Microdureza Vickers 46
4.7 – Caracterização Metalográfica 46
4.8 – Microscopia Óptica (MO) 46
4.9 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) 47
4.10 – Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) 47
5 – RESULTADOS E DISCUSSÃO 48
5.1 – Caracterização Microestrutural 48
5.1.1 – Caracterização microestrutural dos corpos de prova de tração 48
5.1.2 – Caracterização microestrutural dos corpos de prova de impacto 56

5.2 – Análises por Difração de Raios-X 70

5.3 – Caracterização das propriedades mecânicas 73

5.3.1 – Corpos de prova de tração tratados isotermicamente a 200°C e revenidos a 400°C/1 h 73

5.3.2 – Corpos de prova de tração tratados isotermicamente a 220°C e revenidos a 400°C/1 h 75

5.3.3 – Corpos de prova de tração tratados isotermicamente a 270°C e revenidos a 400°C/1 h 77

5.3.4 – Energia absorvida dos corpos de prova de impacto tratados termicamente em diferentes condições 82

5.4 – Análise da superfície de fratura 85

5.5 – Análise comparativa das propriedades mecânicas do aço SAE 9254 com os aços ARBL 93

6 – CONCLUSÕES 97

7 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS 100

8 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 101

Publicações do autor relacionadas à tese 111

Anexo 112

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 – Microestrutura de um aço eutetóide. (a) Perlita formada a 720°C; (b) Bainita formada a 290°C; (c) Bainita formada a 180°C; (d) Martensita [1].....4

Figura 3.2 – Micrografia eletrônica de transmissão de um feixe de bainita superior em uma liga parcialmente transformada (Fe-0,43%C-2%Si-3%Mn): (a) micrografia óptica; (b, c) imagem de campo claro e imagem de campo escuro correspondendo à austenita retida entre as subunidades; (d) montagem apresentando a estrutura do feixe;.....6

Figura 3.2 (continuação) –(e) esboço da subunidade próximo à região da extremidade do feixe [1].....7

Figura 3.3 – Representação esquemática da bainita superior e bainita inferior [9].....9

Figura 3.4 – Variação na espessura do feixe de ferrita bainítica com a força motriz [11].....10

Figura 3.5 – Distribuição de elementos substitucionais e intersticiais através da interface ferrita bainítica/austenita em uma liga Fe-C-Si-Mn. (a) Imagem de campo iônico. Cada ponto corresponde a um átomo. Interface vertical na imagem, austenita localizada no lado direito. (b) e (d) Mapa dos átomos de Si e Fe, mostrando uma distribuição uniforme. (c) Mapa dos átomos de carbono [12].....11

Figura 3.6 – Representação esquemática dos diferentes componentes da deformação plana invariante [11].....12

Figura 3.7 – Efeito da deformação plana invariante na superfície (a); relaxação plástica que ocorre na austenita adjacente (b) [11].....13

Figura 3.8 – Variação na espessura do feixe de ferrita bainítica com o limite de escoamento (LE) da austenita [11].....14

Figura 3.9 – Efeito da temperatura sobre a fração volumétrica de bainita em um aço C-Mn-Si [26].....16

Figura 3.10 – Espessura da placa de ferrita bainítica em função da temperatura de transformação [27].....17

Figura 3.11 – Micrografia eletrônica de transmissão da microestrutura obtida a 200°C após cinco dias de tratamento [24].....17

Figura 3.12 – Alongamento e limite de resistência de aço bainítico de baixa temperatura comparado com os aços laminados. Apud Sherif [30], Speer *et al*. [31].....18

Figura 3.13 – Micrografia eletrônica de transmissão para amostras tratadas isotermicamente (a) 235°C; (b) 270°C [32].....19

Figura 3.14 – Representação esquemática da origem da curva T0 [1].....24

Figura 3.15 – Esquema da reação incompleta. Após a transformação bainítica, a austenita residual tem uma composição em carbono dada pela linha T0′, ao invés de A$e3$. A$e3$ se refere à linha de equilíbrio [38].....24

Figura 3.16 – Desenvolvimento da microestrutura de um aço (0,29% C, 1,42% Mn, 1,41% Si, 0,04% Al) em função do tempo (s) de formação de bainita a 360°C, após aquecimento intercrítico por 760°C durante 6 min. (α: ferrita intercrítica; α_b: bainita; α': martensita; γ_r: austenita retida) [41].....26

Figura 3.17 – Representação esquemática da microestrutura bainítica ilustrando as posições em que se encontram os blocos e os filmes de austenita retida [49].....28

Figura 3.18 – Variação da fração de austenita em função da deformação plástica [51]....29

Figura 3.19 – Mudanças dos valores de dureza em função das temperaturas e diferentes tempos de revenimento em uma liga 1,59Si-1,94Mn-1,33Cr-0,3Mo-0,02Ni-0,11V (%peso) [19].....32

Figura 3.20 - Difratogramas de raios-X mostrando o efeito das temperaturas de revenimento sobre a fração volumétrica de austenita retida.....33

Figura 3.21 – Imagem obtida no MEV da amostra tratada isotermicamente a 270°C/0,5h e revenida 400°C/1 h. Detalhe da decomposição da austenita retida.....33

Figura 3.22 - Resultados de microdureza em função da temperatura de revenimento. 34

Figura 4.1 – Diagrama TTT de um aço de composição química semelhante ao deste trabalho (0,55%C, 0,78%Mn, 1,62%Si, 0,77%Cr) [61].....36

Figura 4.2 - Micrografia eletrônica de varredura do aço como fornecido, laminado a quente. Ataque nital 2%. Perlita fina e ferrita pró-eutetóide – Fração volumétrica de (Vv) de ferrita pró-eutetóide 6,3%; Dureza Vickers = 324.....36

Figura 4.3 – Montagem usada para a realização dos tratamentos isotérmicos.....37

Figura 4.4 - Representação esquemática do tratamento térmico visando à obtenção dos aços com estrutura multiconstituída de martensita, bainita e austenita retida.....39

Figura 4.5 – Difratograma do aço AISI 9254 multiconstituído, tratado isotermicamente a 270°C por 2 h [35].....41

Figura 4.6 – Dimensões do corpo de prova de tração utilizado neste trabalho.....41

Figura 4.7 - Interpretação gráfica para a formação da estricção [71].....45

Figura 4.8 – Dimensões do corpo de prova de impacto utilizado neste trabalho.....46

Figura 5.1 – MO e MEV das amostras revenidas (400°C/1h) após tratamento isotérmico a 200°C em tempos extremos (a, b) 0,5 h; (c, d) 48 h: martensita revenida (α'_r), filmes de austenita retida (γ_f).....50

Figura 5.2 – MO e MEV das amostras revenidas (400°C/1h) após tratamento isotérmico a 220°C em tempos extremos (a, b) 0,5 h; (c, d) 48 h: martensita revenida (α'_r), filmes de austenita retida (γ_f), ferrita bainítica (α_b).....53

Figura 5.3 – MO e MEV das amostras revenidas (400°C/1h) após tratamento isotérmico a 270°C em tempos extremos (a, b) 0,5 h; (c, d) 48 h: martensita revenida (α'_r), filmes de austenita retida (γ_f), ferrita bainítica (α_b).....55

Figura 5.4 – MEV das amostras tratadas isotermicamente a 200°C em tempos extremos (a) 0,5 h; (c) 48 h e posteriormente revenidas (b) 0,5 h; (d) 48 h: martensita (α'), filmes de austenita retida (γ_f), ferrita bainítica (α_b).....58

Figura 5.5 – MEV das amostras tratadas isotermicamente a 220°C em tempos extremos (a) 0,5 h; (c) 48 h e posteriormente revenidas (b) 0,5 h; (d) 48 h: martensita revenida (α'_r), filmes de austenita retida (γ_f), ferrita bainítica (α_b).....60

Figura 5.6 – MEV das amostras tratadas isotermicamente a 270°C em tempos extremos (a) 0,5 h; (c) 48 h e posteriormente revenidas (b) 0,5 h; (d) 48 h: martensita (α'), filmes de austenita retida (γ_f), ferrita bainítica (α_b).....63

Figura 5.7 – (a) Microestruturas das amostras do aço temperado em água; HV = 884; e (b) temperado e revenido a 450°C por 1 h; (HV = 565).....64

Figura 5.8 - Resultados de microdureza das amostras tratadas isotermicamente em diferentes temperaturas e tempos: (a) 0,5 h; (b) 48 h.....67

Figura 5.9 – MET da amostra tratada isotermicamente a 200°C/0,5 h e revenida a 400°C/1 h; (a) bainita inferior; (b) distribuição dos carbonetos no interior das placas...68

Figura 5.10 – MET da amostra tratada isotermicamente a 270°C/0,5 h e revenida a 400°C/1 h.....69

Figura 5.11 – Difratogramas de raios-X antes e após o revenimento para tempos extremos de tratamento isotérmico.....72

Figura 5.12 – Curvas tensão x deformação convencional dos ensaios de tração para as amostras após os tratamentos isotérmicos a 200°C e revenidas a 400°C/1 h.....74

Figura 5.13 – Curvas dos expoentes de encruamento instantâneo (n_i).....74

Figura 5.14 – Curvas tensão x deformação convencional dos ensaios de tração para as amostras após os tratamentos isotérmicos a 220°C e revenidas a 400°C/1 h.....76

Figura 5.15 – Curvas dos expoentes de encruamento instantâneo (n_i).....76

Figura 5.16 – Curvas tensão x deformação convencional dos ensaios de tração para as amostras após os tratamentos isotérmicos a 270°C e revenidas a 400°C/1 h.....78

Figura 5.17 – Curvas dos expoentes de encruamento instantâneo (n_i).....78

Figura 5.18 – Resultados das propriedades mecânicas em função da temperatura de tratamento isotérmico e comparados ao aço temperado e revenido.....81

Figura 5.19 – Resultados dos ensaios de impacto das amostras tratadas isotermicamente, antes e após o revenimento, para tempos extremos de tratamento (a) 0,5 h; (b) 48 h.....84

Figura 5.20 – Superfície de fratura dos corpos de prova de impacto tratados isotermicamente a 200°C (a, c); comparados aos corpos de prova tratados isotermicamente e revenidos (b, d).....88

Figura 5.21 – Superfície de fratura dos corpos de prova de impacto tratados isotermicamente a 220°C (a, c); comparados aos corpos de prova tratados isotermicamente e revenidos (b, d).....90

Figura 5.22 – Superfície de fratura dos corpos de prova de impacto tratados isotermicamente a 270°C (a, c); comparados aos corpos de prova tratados isotermicamente e revenidos (b, d).....92

Figura 5.23 – Comparação das propriedades mecânicas, obtidas neste trabalho, do aço SAE 9254 com os aços ARBL.....94

Figura 5.24 – Comparação das propriedades mecânicas, obtidas neste trabalho, do aço SAE 9254 com os aços *maraging* [106].....96

LISTA DE TABELAS

Tabela III.1 – Valores observados para a deformação plana invariante em diferentes transformações.....12

Tabela III.2 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 200°C em diferentes tempos.....20

Tabela III.3 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 220°C em diferentes tempos.....21

Tabela III.4 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 270°C em diferentes tempos.....21

Tabela IV.1 – Composição química do aço (% peso).....35

Tabela IV.2 – Condições dos tratamentos isotérmicos.....38

Tabela V.1 – Fração volumétrica de austenita retida (γ_r) e teor de carbono (C_γ) para as condições de tratamento térmico em %peso.....70

Tabela V.2 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 200°C e revenidas a 400°C/1 h.....75

Tabela V.3 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 220°C e revenidas a 400°C/1 h.....77

Tabela V.4 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 270°C e revenidas a 400°C/1 h.....79

LISTA DE NOTAÇÕES

a_γ = parâmetro de rede da austenita retida

M_i = temperatura de início de formação da martensita

T_0 = local onde ferrita e austenita têm a mesma composição e a mesma energia livre

T_0' = similar a T_0, mas leva em conta a energia de deformação da ferrita bainítica devido ao mecanismo de cisalhamento da transformação

$V_{\alpha'_r}$ = fração volumétrica de martensita revenida

V_b = fração volumétrica da bainita

V_R = fração volumétrica de austenita retida

$V_{\alpha'}$ = fração volumétrica de martensita

$V_{\alpha b}$ = fração volumétrica de ferrita bainítica

$x_{T'_0}$ = concentração de carbono na austenita

$\bar{x}$ = concentração média de carbono na liga

x_c = teor de carbono

x_γ = teor de carbono na austenita residual

ΔG_{max} = variação de energia livre de Gibbs máxima

Δl = deslocamento

A_0 = área da seção transversal inicial

A_1 = linha que separa os campos ferrita-cementita e os campos contendo austenita e ferrita ou austenita e cementita

A_3 = linha que separa os campos ferrita-austenita e austenita

A_i = área instantânea da seção transversal

AISI = American Iron and Steel Institute

ARBL = alta resistência e baixa liga

ASTM = American Society for Testing and Materials

AT = alongamento total

AU = alongamento uniforme

B_i = temperatura de início de transformação da bainítica

C_γ = concentração de carbono na austenita retida

DP = Dual Phase

e = deformação de engenharia

F = força

IPS = deformação plana invariante

K = coeficiente de resistência

l_0 = comprimento útil inicial

LE = limite de escoamento

LE/LR = razão elástica

l_f = comprimento útil final

l_i = comprimento instantâneo

LR = limite de resistência

LRf = limite de resistência à fadiga

M = martensítico

MET = microscopia eletrônica de transmissão

MEV = microscopia eletrônica de varredura

MO = microscopia óptica

n_i = expoente de encruamento instantâneo

P = partitioning

Q = quenching

s = deformação cisalhante

SAE = Society of Automotive Engineers

SiC = carboneto de silício

T = temperatura de transformação em Kelvin

T_i = temperatura de tratamento isotérmico

T_r = temperatura de transformação em graus Celsius

TRIP = Transformation Induced Plasticity

TTT = tempo, temperatura e transformação

V^0_R = volume inicial de austenita retida

V_F = fração volumétrica de ferrita de pró-eutetóide

$V_{\gamma - b}$ = volume de blocos de austenita retida

$V_{\gamma - f}$ = volume de filmes de austenita retida

x_b = teor de carbono aprisionado na ferrita bainítica

α’ = martensita

α'_r = martensita revenida

α_b = ferrita bainítica

γ = austenita

γ_b = bloco de austenita retida

γ_f = filme de austenita retida

δ = deformação volumétrica

ε = deformação plástica verdadeira

ε = deformação verdadeira

σ = tensão de engenharia

σ_v = tensão verdadeira

RESUMO

Neste trabalho foi realizado o estudo do efeito da temperatura de tratamento isotérmico e de revenimento em um aço comercial com alto teor de Si. Trata-se do aço SAE 9254 usado na fabricação de eixos, molas helicoidais e hastes para amortecedores. Corpos de prova de tração desse aço foram austenitizados a 900°C durante 5 min e tratados isotermicamente em diferentes tempos (0,5, 2, 24, 48 h) e temperaturas (200, 220, 270°C) e posteriormente revenidos (400°C/1 h). Corpos de prova de impacto foram tratados para tempos de tratamento de 0,5 e 48 h e submetidos ao revenimento (400°C/1 h). Para efeito de comparação das microestruturas e das propriedades mecânicas, outros corpos de prova de impacto foram apenas tratados isotermicamente para tempos de tratamento de 0,5 e 48 h. A microestrutura com a presença majoritária de martensita revenida, ferrita bainítica, filmes de austenita retida e carbonetos foram observados para amostras tratadas isotermicamente a 200°C e revenidas. Já para as amostras tratadas 270°C e revenidas foi observada uma presença majoritária de ferrita bainítica, filmes de austenita retida, carbonetos e a decomposição de blocos de austenita retida, devido ao revenimento. As propriedades mecânicas dos corpos de prova de tração e de impacto foram similares independentes dos tempos de tratamentos isotérmicos. Os limites de escoamento e de resistência diminuíram com o aumento da temperatura de tratamento isotérmico, devido a uma menor fração volumétrica de martensita formada no resfriamento inicial, resultando no acréscimo da ductilidade. O aumento da temperatura de tratamento isotérmico proporcionou uma maior energia absorvida no impacto, devido a uma maior fração volumétrica de austenita retida. Já os corpos de prova de impacto posteriormente revenidos apresentaram uma queda nos valores de energia absorvida devido à decomposição dos blocos de austenita retida em uma bainita rica em carbonetos. Nas análises da superfície de fratura, corpos de prova de impacto tratados isotermicamente apresentaram uma mistura no modo de fratura com regiões de frágil (clivagem) e dúctil (microcavidades). Para os corpos de prova de impacto tratados isotermicamente e revenidos, a superfície de fratura foi caracterizada como frágil (clivagem) em função da decomposição da austenita retida, o que resultou em uma menor energia de impacto absorvida.

Palavras-chave: revenimento, bainita, martensita, austenita retida, propriedades mecânicas.

ABSTRACT

In this work a research was carried out to study the effect of isothermal treatment temperature and tempering in a commercial steel with high content of Si. The steel used was SAE 9254 which is also used in manufacturing axles, coil springs and rods for shock absorbers. Tension specimens of this steel were austenitized at 900°C for 5 minutes and isothermally treated at different times (0.5, 2, 24, 48 h) and temperatures (200, 220, 270°C) and after being tempered (400°C/1 h). Impact specimens were treated in treatment times of 0,5 e 48 h and subjected to tempering (400°C/1 h). For means of comparison of microstructures and mechanical properties, other impact specimens were only isothermally treated for treatment times of 0.5 and 48 h. The microstructure with the major presence of tempered martensite, bainitic ferrite, retained austenite films and carbides were observed for the isothermally treated samples at 200°C and tempered. As for those samples treated at 270°C and tempered was observed a major presence of bainitic ferrite, retained austenite films, carbides and the decomposition of retained austenite blocks, due to tempering. The mechanical properties of tensile and impact specimens were similar independent from isothermal treatment times. Yield strength and ultimate tensile strength decreased with increasing isothermal treatment temperature, due to a lower volume fraction of martensite formed in the initial cooling, resulting in increased of ductility. The rise of isothermal treatment temperature provided greater impact energy absorbed due to a greater volume fraction of retained austenite. As for impact specimens, after tempered, they showed a fall in the values of energy absorbed due to decomposition of retained austenite blocks into bainite rich in carbides. In the analyses of the fracture surface, impact specimens, isothermally treated, showed mixed fracture mode with regions brittle (cleavage) and ductile (dimples). For impact specimens, isothermally treated and tempered, fracture surface was characterized as brittle (cleavage) due to the decomposition of retained austenite, which resulted in a lower impact energy absorbed.

Keywords: tempering, bainite, martensite, retained austenite, mechanical properties.

1 – INTRODUÇÃO

Os aços bainíticos livres de carbonetos têm emergido como uma classe de materiais muito promissora, com aplicações voltadas principalmente ao setor automobilístico. Isso ocorre porque eles apresentam uma boa combinação de elevada resistência mecânica, ductilidade e tenacidade, sendo produzidos também com baixo custo. Existem outras aplicações que estão em constante desenvolvimento como: blindagem, fabricação de rolamentos, eixos, trilhos para a ferrovia, etc.

Em termos de processamento, outra aplicação desses aços é na substituição dos tratamentos térmicos convencionais de têmpera e revenimento em componentes mecânicos de grandes dimensões, nos quais há uma limitada profundidade de têmpera. Dessa forma, aços bainíticos livres de carbonetos proporcionam uma microestrutura uniforme e livre de tensões residuais.

As propriedades mecânicas de aços bainíticos livres de carbonetos podem ser superiores às das ligas temperadas e revenidas, em função de sua microestrutura consistindo de finas placas de ferrita bainítica e austenita retida.

Os aços bainíticos de elevada resistência, contendo quantidades superiores a 1,5% Si na sua composição, não apresentam a precipitação de cementita. O carbono que se difunde da ferrita bainítica para a austenita residual não se precipita, tornando assim a austenita estável à temperatura ambiente. Logo, a microestrutura de um aço com alto teor de Si transformado em baixas temperaturas é constituída por finas placas de ferrita bainítica intercalados com filmes de austenita retida, blocos de austenita retida e ainda pode conter martensita formada no resfriamento final.

A elevada resistência desses aços é devida as finas placas de ferrita bainítica (≈ 50 nm de espessura) e alta densidade de deslocações, enquanto que a tenacidade e a ductilidade são atribuídas aos filmes de austenita retida presentes entre as placas. No entanto, a presença de blocos de austenita retida é indesejável, porque essa forma é bastante instável e tende a se transformar em uma martensita não revenida e frágil sob a influência de uma pequena tensão, contribuindo para uma baixa tenacidade.

A austenita retida sob a forma de filmes finos contém uma maior concentração de carbono em relação aos blocos, porque o excesso de carbono presente na ferrita bainítica difunde-se para a austenita, enriquecendo-a. Uma consequência é que esta austenita retida se torna mais estável mecanicamente e termicamente. A austenita retida na forma de filmes finos contribui para o processo de deformação através do efeito TRIP. Como consequência, a estabilidade mecânica da austenita retida durante o processamento desses aços tem sido estudada. No entanto, pouco tem sido pesquisado sobre sua estabilidade térmica deste constituinte em um aço multiconstituído com grande presença de martensita.

Dessa forma, a presente tese de doutorado tem como objetivo investigar a influência da temperatura de revenimento sobre a microestrutura e o comportamento mecânico de um aço multiconstituído com alto teor de Si, tratado isotermicamente em diferentes temperaturas e tempos. Todas as temperaturas de tratamento isotérmico foram abaixo da temperatura de início de formação da martensita (M_i) propondo dessa forma a formação de bainita abaixo de M_i.

Além disso, no presente trabalho foi realizado um novo procedimento experimental com o propósito de aumentar o desempenho mecânico desse material comparado ao mesmo aço utilizado na prática industrial no estado temperado e revenido a 400 e 500°C por 1 h. Esse é usado na fabricação de eixos, molas helicoidais, ferramentas, hastes para amortecedores, etc.

2 – OBJETIVOS

Objetivo geral:

Investigar o efeito do revenimento sobre o aço multiconstituído que apresenta diferentes quantidades de bainita, austenita retida e martensita, em amostras previamente tratadas isotermicamente em diferentes temperaturas e tempos. Além disto, busca-se aperfeiçoar o desempenho mecânico deste material. Esse procedimento será aplicado ao aço comercial SAE 9254 com alto teor de silício (0,56% C, 0,68% Mn, 1,41% Si e 0,63% Cr).

Objetivos específicos:

- Correlacionar a microestrutura com os resultados de limite de escoamento, limite de resistência, alongamento uniforme, alongamento total, expoente de encruamento instantâneo e energia absorvida após os ensaios de tração e de impacto do aço tratado isotermicamente e posteriormente revenido.
- Avaliar a influência da temperatura de revenimento (400°C) sobre a microestrutura e consequentemente nas propriedades mecânicas.

3 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 – Transformação Bainítica

O termo bainita é uma homenagem a E. C. Bain que, juntamente com E. S. Davenport descobriu em 1930 uma nova microestrutura do aço, consistindo em agregados aciculares e regiões escuras, quando atacadas quimicamente (reproduzida na Fig. 3.1). A morfologia dessa nova microestrutura era diferente dos constituintes perlita e martensita encontrados no mesmo aço.

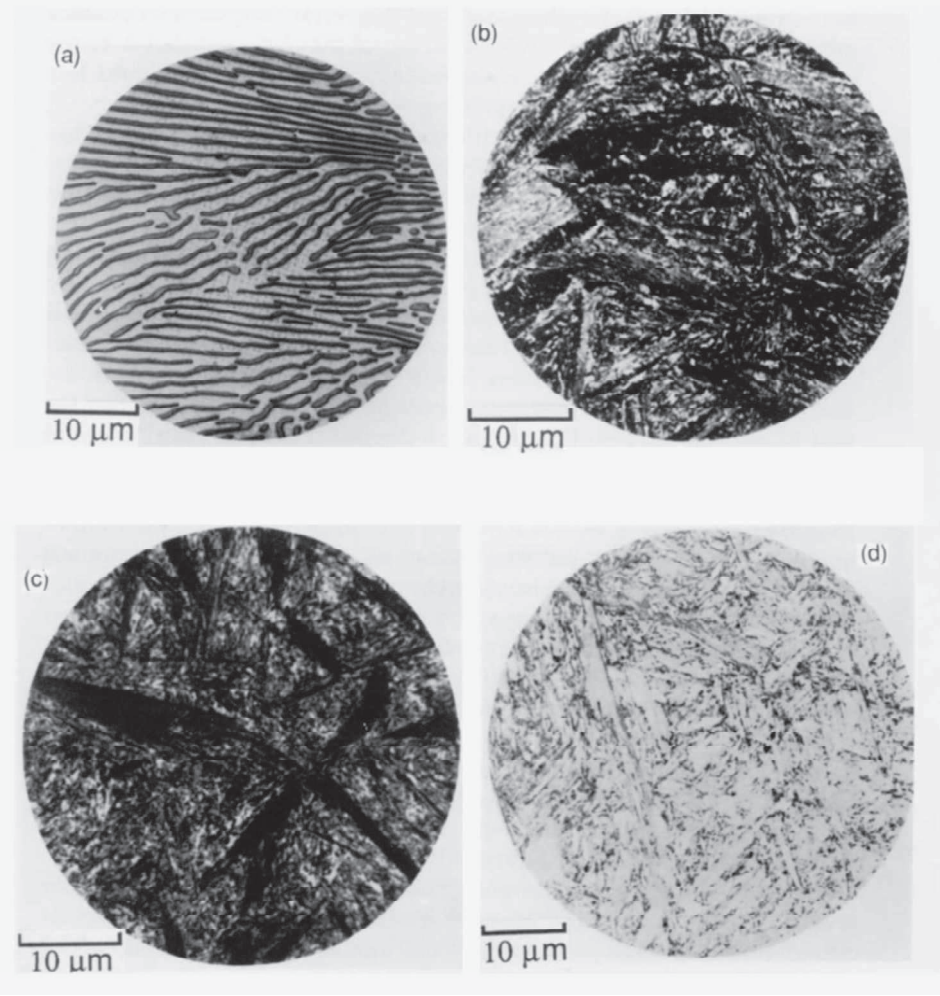


Figura 3.1 – Microestrutura de um aço eutetóide. (a) Perlita formada a 720°C; (b) Bainita formada a 290°C; (c) Bainita formada a 180°C; (d) Martensita [1].

Trata-se de um dos produtos da decomposição isotérmica da austenita, que ocorre entre as temperaturas de formação dos constituintes perlita e martensita. Por isso, a taxa de resfriamento até a região de transformação não deve ser lenta o suficiente para que seja possível a formação de perlita e nem tão alta para formar martensita.

Como a bainita se forma em uma faixa de temperatura intermediária, ela possui uma microestrutura similar, tanto à perlita como à martensita. Ela é similar à perlita, uma vez que a sua formação depende do processo difusional resultando em uma microestrutura com a mistura de ferrita e carbonetos. No entanto, sua morfologia não se apresenta na forma de lamelas. E é similar à martensita porque a ferrita da bainita se forma por um mecanismo de cisalhamento, típico da martensita. Logo, o mecanismo de formação da microestrutura bainítica envolve difusão e cisalhamento.

Ainda hoje há controvérsias a respeito do mecanismo de formação da bainita. A primeira teoria defende a ideia de que a transformação é controlada pelo processo difusional, descrevendo o crescimento da bainita via propagação das bordas com uma série de etapas na interface da transformação [3 - 5]. Já a segunda teoria defende que a transformação bainítica ocorre por cisalhamento pelo processo adifusional, onde o seu crescimento ocorre pela nucleação e crescimento de sucessivas sub-unidades ou placas[2]. Embora exista uma discussão sobre o mecanismo de formação da bainita, a segunda teoria é a mais aceita, porque esta é a que mais se aproxima das observações e dos resultados encontrados nas pesquisas recentes de aços bainíticos livres de carbonetos [3 - 5].

Conforme os trabalhos [3 - 6], os autores realizaram pela primeira vez a caracterização em escala atômica de aços bainíticos livres de carbonetos e constataram a supersaturação de carbono na ferrita bainítica, nos instantes iniciais de transformação. Posteriormente, esses átomos de carbono difundiram-se para a austenita residual, imediatamente após a transformação. No entanto, alguns átomos de carbono permaneceram dentro da ferrita bainítica, aprisionados nas deslocações ou em outros defeitos. Observações em escala atômica apresentaram também que a quantidade de carbono retida na ferrita bainítica aumenta com a diminuição da temperatura de transformação por causa da menor difusividade de carbono. E que os átomos de ferro e elementos de liga substitucionais não se difundiram durante a transformação bainítica. Esses resultados forneceram forte

evidência de que a transformação bainítica foi essencialmente cisalhante, de modo que a ferrita bainítica reteve muito do teor de carbono da austenita na transformação inicial.

A bainita pode ser classificada como bainita superior ou inferior. A diferença entre essas microestruturas está no modo como ocorre a precipitação dos carbonetos em função da temperatura de transformação. A seção a seguir descreve esses dois constituintes.

3.1.1 – Bainita Superior e Inferior

A bainita superior e inferior é composta por placas de ferrita bainítica e carbonetos. O conjunto de placas e carbonetos pode ser chamado de "feixes" (*sheaves*). Cada placa é composta por finas ripas, conhecidas como sub-unidades. Essas estão dispostas em forma de agulhas e suas dimensões são uniformes dentro de cada feixe. A figura 3.2 ilustra a morfologia dos feixes de bainita.

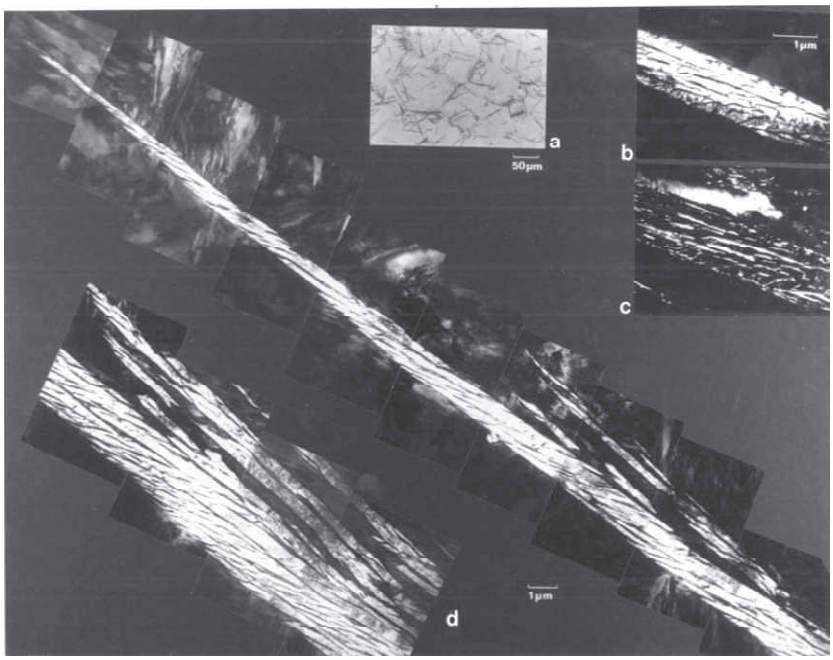


Figura 3.2 – Micrografia eletrônica de transmissão de um feixe de bainita superior em uma liga parcialmente transformada (Fe-0,43%C-2%Si-3%Mn): (a) micrografia óptica; (b, c) imagem de campo claro e imagem de campo escuro correspondendo à austenita retida entre as subunidades; (d) montagem apresentando a estrutura do feixe;



(e)

Figura 3.2 (continuação) –(e) esboço da subunidade próximo à região da extremidade do feixe [1].

A formação da bainita superior ocorre em dois estágios distintos, o primeiro envolvendo a formação de finas placas de ferrita e o segundo a precipitação de carbonetos. Essas placas tem cerca de 0,2 μm de espessura e 10 μm de comprimento, com uma solubilidade muito baixa de carbono (< 0,02 %peso) [3]. Dessa forma, após atingir o limite de solubilidade, o carbono se difunde para a austenita residual enriquecendo-a.

Posteriormente ocorre a precipitação dos carbonetos a partir do contorno de grão da austenita/ferrita, isto é, os contornos de grãos austeníticos são sítios de nucleação heterogênea para a formação dos carbonetos.

Quando aços de alto teor de C são resfriados até a região de formação da bainita, há uma tendência de precipitação de cementita como filmes finos. O seu crescimento pode ser restringido pela diminuição da temperatura de transformação [1].

A fração de carbonetos formados depende da concentração de carbono na liga. Placas de ferrita bainítica, separados por camadas contínuas de cementita, são resultado de elevadas concentrações. Já para baixas concentrações, formam-se pequenas partículas de cementita. Se quantidades suficientes de elementos de liga, como Si e Al forem

adicionados ao aço, estes retardam a formação de cementita, resultando em uma microestrutura livre de carbonetos, constituída de ferrita bainítica e austenita retida, enriquecida em carbono à temperatura ambiente [7].

O constituinte bainita inferior é muito semelhante à bainita superior. A principal diferença é que as partículas de cementita se precipitam também no interior das placas de ferrita, gerando carbonetos extremamente finos, apenas com poucos nanômetros de espessura e cerca de 500 nm de comprimento. Logo, formam-se dois tipos de precipitados de cementita: aqueles que crescem da austenita enriquecida em carbono e separam as placas de ferrita bainítica, e outros que se precipitam no interior da ferrita bainítica [1].

Como ocorre precipitação de carbonetos no interior da ferrita bainítica, uma menor quantidade de carbono se difunde para a austenita residual. Logo, são poucas as partículas de cementita que se precipitam entre as placas de ferrita bainítica, quando comparadas com a bainita superior. Um resultado importante é que a bainita inferior é mais tenaz, pois camadas espessas de cementita, presentes na bainita superior, facilitam a nucleação de trincas e a formação de microcavidades [7].

Nem sempre ocorre a formação de cementita no interior da ferrita bainítica. Outros carbonetos de transição podem ocorrer primeiro, como por exemplo, em aços de elevado teor de carbono contendo mais que 1% Si. Nesses, os carbonetos epsilon (ε) são observados no interior da ferrita bainítica [7].

Matas e Hehemann [8] propuseram que a diferença entre a bainita superior e inferior resulta da velocidade com que os átomos de carbono se difundem a partir da ferrita bainítica para a austenita.

Para temperaturas elevadas, a difusão do carbono é rápida e não ocorre a precipitação de carbonetos no interior da ferrita bainítica, gerando o constituinte bainita superior. Eventualmente, a cementita precipitada a partir da austenita residual se apresenta na forma de filmes finos. Já na bainita inferior, a menor difusão associada com a redução da temperatura de transformação permite ao carbono se precipitar como carbonetos finos dentro da ferrita bainítica. A figura 3.3 mostra a representação da bainita superior e bainita inferior [9].

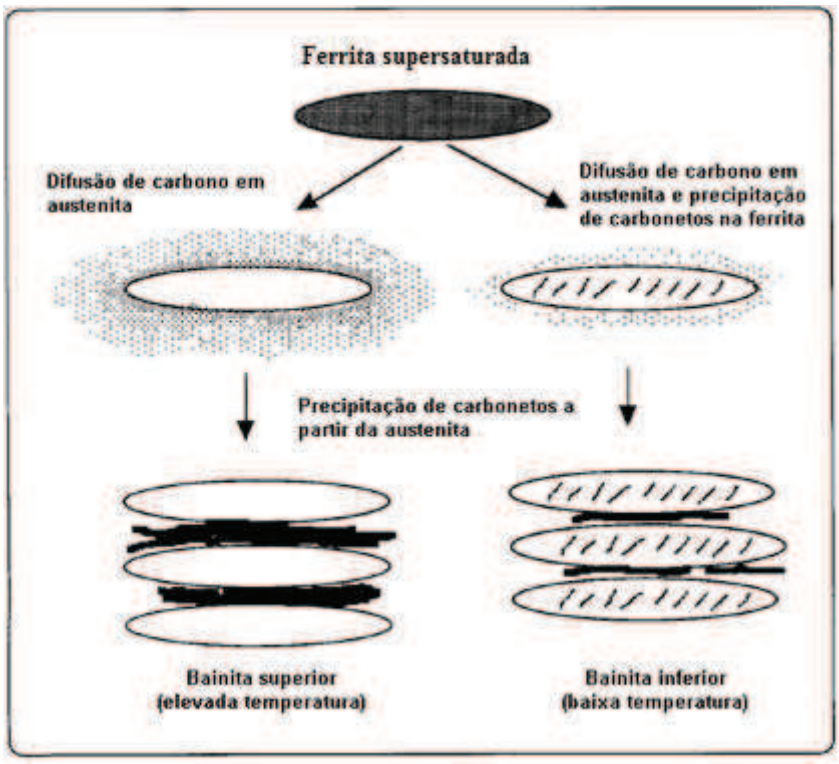


Figura 3.3 – Representação esquemática da bainita superior e bainita inferior [9].

Há outro tipo de classificação de bainita, menos usual, denominada bainita granular. Este tipo de bainita ocorre durante a transformação no resfriamento contínuo em um aço de baixo carbono. A microestrutura observada por microscopia óptica (MO) ou eletrônica de varredura (MEV) se apresenta na forma de espessas placas de ferrita com ilhas de austenita retida e martensita, daí a sua classificação.

Uma característica da bainita granular é a falta de carbonetos na microestrutura. O carbono que é difundido da ferrita bainítica estabiliza a austenita residual, de modo que a microestrutura final consiste de austenita retida, ferrita bainítica e martensita de elevado teor de carbono [10].

3.1.2 – Fatores que afetam a espessura das placas de bainita

A redução da espessura das placas de bainita é o principal fator responsável pelo aumento da resistência mecânica. De acordo com Sing [11], os fatores que contribuem para a alteração da espessura das placas são o limite de escoamento da austenita (LE) e a variação de energia livre (força motriz) necessária para a nucleação.

O aumento da força motriz irá proporcionar um aumento na taxa de nucleação e, consequentemente, maior será a fração de bainita. Isso leva ao refinamento da microestrutura, uma vez que o aumento no número dos núcleos de bainita limita o crescimento de seus feixes, tornando assim uma microestrutura mais refinada. A figura 3.4 mostra a variação da espessura da placa de bainita em função da variação da energia livre (ΔG_{max}). Observa-se que quanto menor ΔG_{max} (maior super-resfriamento) menor é a espessura da placa de bainita.

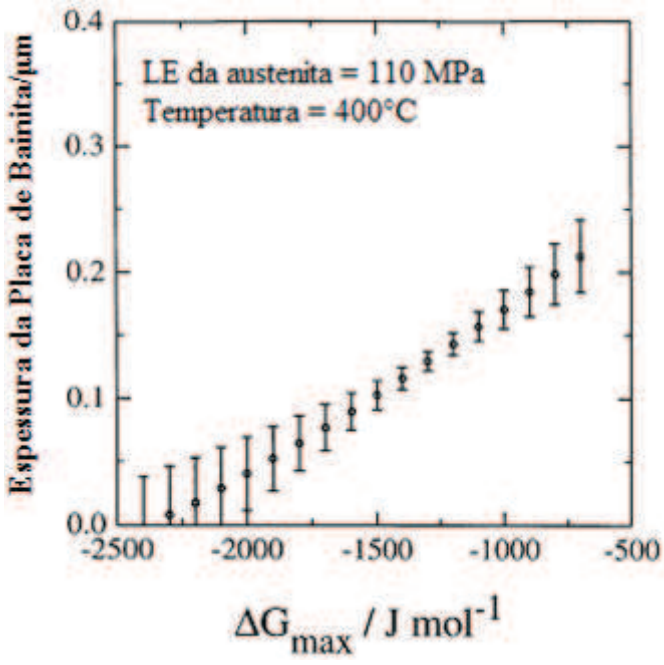


Figura 3.4 – Variação na espessura do feixe de ferrita bainítica com a força motriz [11].

O crescimento da bainita ocorre por cisalhamento, ocasionando uma mudança na superfície da região transformada. Esta mudança pode ser descrita com uma deformação

plana invariante (IPS). Martensita e ferrita de Widmanstätten exibem também uma superfície de relevo em função de sua formação [12]. A deformação plana invariante (IPS) é caracterizada por um grande componente de cisalhamento(s). Esse componente descreve que o mecanismo de transformação envolve transferência ordenada de átomos a partir da fase de origem para a fase produto.

A deformação envolve movimento coordenado de átomos à medida que a transformação progride. Com isso, e mediante as técnicas de alta resolução, tem sido demonstrado que o ferro e os solutos substitucionais tais como Mn, Si, Ni, Mo e Cr permanecem fixos em suas posições originais após a transformação bainítica. A figura 3.5 mostra imagens realizadas por sonda atômica sobre uma microestrutura bainítica [12, 13].

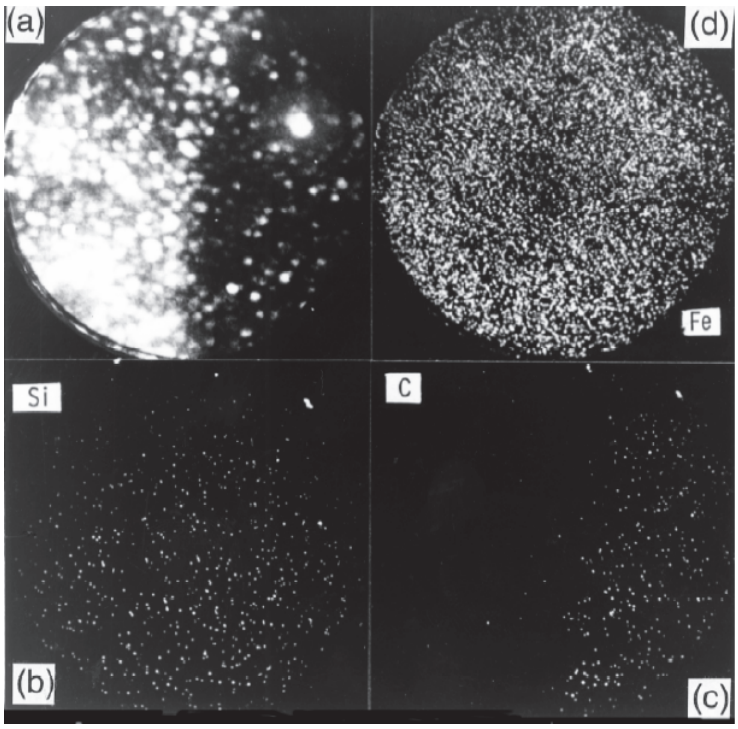


Figura 3.5 – Distribuição de elementos substitucionais e intersticiais através da interface ferrita bainítica/austenita em uma liga Fe-C-Si-Mn. (a) Imagem de campo iônico. Cada ponto corresponde a um átomo. Interface vertical na imagem, austenita localizada no lado direito. (b) e (d) Mapa dos átomos de Si e Fe, mostrando uma distribuição uniforme. (c) Mapa dos átomos de carbono [12].

A figura 3.6 apresenta a natureza da deformação plana invariante (IPS), sendo formada por uma combinação de duas componentes de deformação. Uma corresponde à deformação cisalhante (s) e a outra pela alteração de volume (δ) resultante da formação do produto. Os resultados experimentais desses componentes são resumidos na tabela III.1 para diferentes microestruturas.

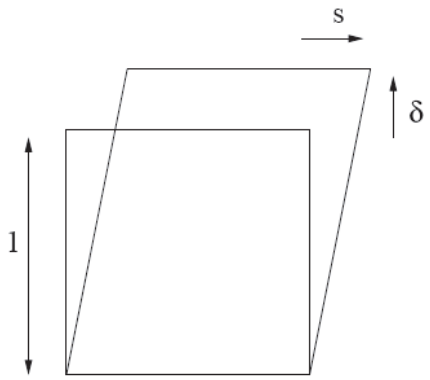


Figura 3.6 – Representação esquemática dos diferentes componentes da deformação plana invariante [11].

Tabela III.1 – Valores observados para a deformação plana invariante em diferentes transformações

Produto	s	δ	Morfologia	Referências
Ferrita de Widmanstätten	0,36	0,03	Feixes finos	Watson e McDougall [14]
Bainita	0,22	0,03	Feixes finos	Sandvik [15]
Bainita	0,26	_____	Feixes finos	Swallon e Bhadeshia [16]
Martensita	0,24	0,03	Feixes finos	Dunne e Wayman [17]
Bainita nanoestruturada	0,46	_____	Feixes finos	Peet e Bhadeshia [18]

O mecanismo de transformação leva a uma deformação elástica da estrutura cristalina da austenita, com uma energia gasta estimada de 400 J/mol [1]. No entanto, esta deformação nem sempre é acomodada elasticamente e com isso ocorre uma relaxação plástica na austenita adjacente [16], conforme ilustrado esquematicamente na figura 3.7.

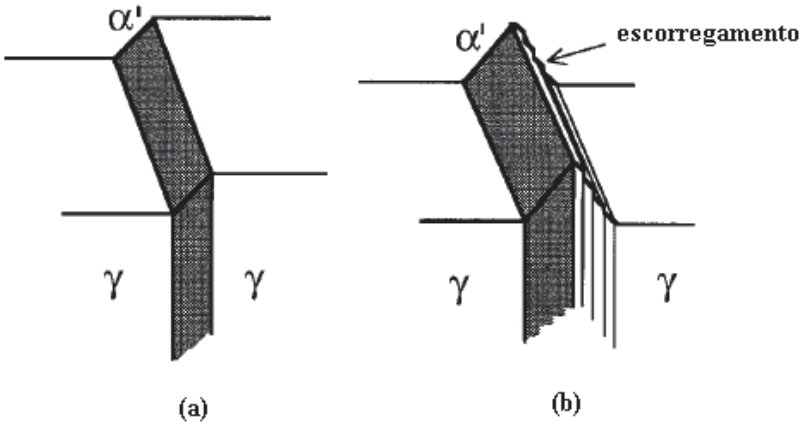


Figura 3.7 – Efeito da deformação plana invariante na superfície (a); relaxação plástica que ocorre na austenita adjacente (b) [11].

Esta relaxação plástica promove o aparecimento de deslocações após a formação da bainita. Essas deslocações, por sua vez, resistem ao avanço adicional da interface bainita/austenita devido ao aumento do limite de escoamento da austenita. Logo, menor é a espessura da placa de bainita quanto maior for o limite de escoamento, conforme pode ser visto na figura 3.8. Nessa figura, o fato da espessura da placa de bainita e as barras de erro tornarem-se maiores para valores acima de 130 MPa deve-se a um menor conjunto de dados experimentais.

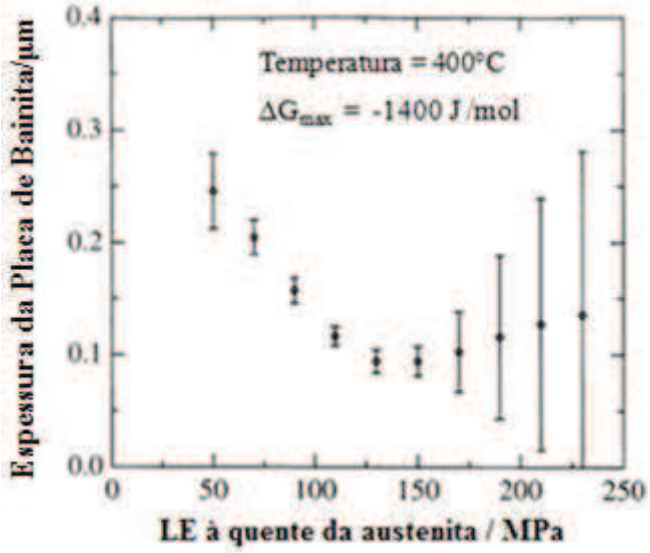


Figura 3.8 – Variação na espessura do feixe de ferrita bainítica com o limite de escoamento (LE) da austenita [11].

3.2 – Bainita nanoestruturada

Aços bainíticos de elevada resistência não apresentavam, na prática, o mesmo desempenho mecânico que os aços martensíticos revenidos, devido à espessa camada de cementita presente na bainita, prejudicando dessa forma a sua tenacidade [19]. Conforme dito anteriormente, é conhecido que a precipitação de cementita durante a transformação bainítica pode ser suprimida, na condição de para-equilíbrio. Isso é conseguido pela adição de silício no aço (~ 1,5 %peso). O Si tem baixa solubilidade na cementita, ou seja, o Si que é rejeitado, aumenta sua concentração no entorno do embrião de cementita. Como o Si aumenta a atividade do carbono localmente, a difusão do carbono ocorre em favor do crescimento do embrião. No entanto, os átomos de Si funcionam como uma barreira em torno do embrião de cementita. Dessa forma, reduz o fluxo de carbono e consequentemente inibe o crescimento de cementita [20-22]. Por outro lado, sob a condição de equilíbrio, a solubilidade de Si na cementita é desprezível, de modo que sua concentração praticamente não afeta a fração volumétrica da fase. Como consequência, a elevada temperatura de transformação envolvendo cementita, tal como a formação de perlita, não é afetada pela adição de Si [20].

As vantagens da microestrutura formada por ferrita bainítica e austenita retida podem ser listadas a seguir [7]:

1. A ausência de cementita promove uma microestrutura mais resistente à falha por clivagem e à formação de cavidades, pois esta é responsável pelo início da fratura em aços de elevada resistência.

2. Aumento de resistência devido ao tamanho de grão ultrafino das placas de ferrita bainítica, que geralmente têm espessura inferior a 1 μm. É a espessura desses feixes que determina a distância média livre de escorregamento. É conhecido que o refinamento de grão é o mecanismo disponível para melhorar a resistência e a tenacidade simultaneamente.

3. A ductilidade dos filmes de austenita dispersos entre as placas de ferrita bainítica pode impedir a propagação de uma trinca. Estes filmes favorecem um aumento na tenacidade quando a austenita é induzida a se transformar em martensita (efeito TRIP).

4. A presença de austenita retida pode melhorar a resistência à corrosão do aço, pois a difusão de hidrogênio na austenita é menor do que na ferrita.

5. Aços com microestrutura de ferrita bainítica e austenita retida podem ser obtidos sem o uso de elementos de liga de alto custo.

Estudos [23-25] constataram que aços bainíticos de alto carbono e ligados com silício podem ser obtidos em baixas temperaturas de transformação (125 - 300°C). O resultado da baixa temperatura de transformação é que as placas de ferrita bainítica são extremamente finos, 20-40 nm de espessura, tornando o aço muito resistente.

O grau de transformação da bainita aumenta com o super-resfriamento, a partir da temperatura de início de transformação bainítica (B_s). Dessa forma, uma menor temperatura de transformação favorece o aumento da fração volumétrica de ferrita bainítica [26], conforme pode ser observado na figura 3.9. Placas espessas de ferrita bainítica são obtidas para maiores temperaturas de transformação, enquanto que finas placas de ferrita bainítica podem ser obtidas pela redução da temperatura de transformação.

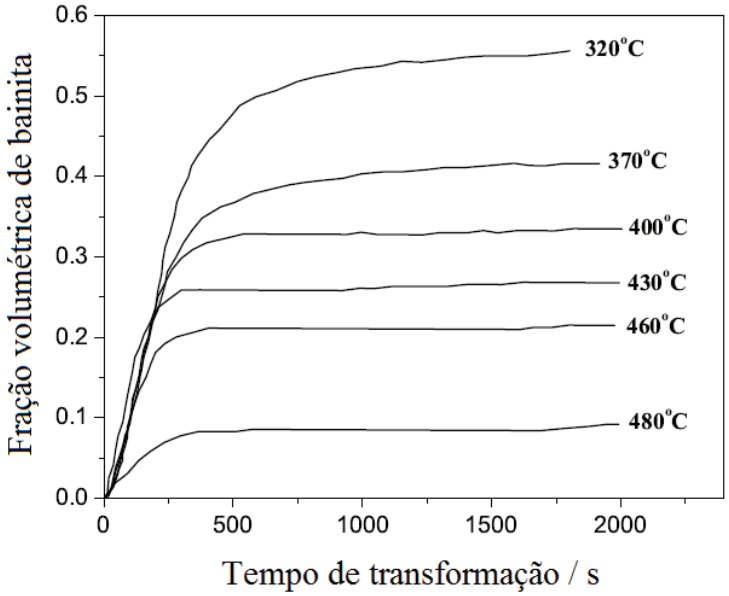


Figura 3.9 – Efeito da temperatura sobre a fração volumétrica de bainita em um aço C-Mn-Si [26].

O limite de escoamento da austenita aumenta quanto menor for a temperatura de formação da bainita. Este aumento de resistência da austenita restringe o movimento da interface bainita/austenita durante a transformação, forçando a formação de placas mais estreitas, conforme explicado na seção anterior. Esses resultados estão de acordo com os encontrados por Garcia-Mateo [27] que, trabalhando com três ligas de composição química diferentes, constatou o efeito da temperatura de transformação sobre a espessura das placas de ferrita bainítica, conforme mostrado na figura 3.10.

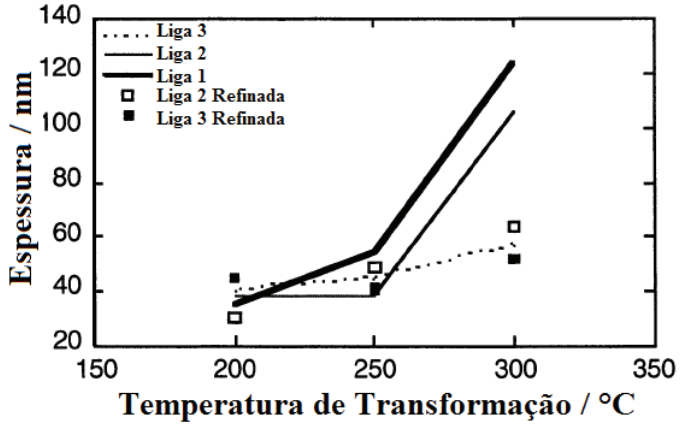


Figura 3.10 – Espessura da placa de ferrita bainítica em função da temperatura de transformação [27].

Bhadeshia e Caballero [23-25] observaram que os feixes de ferrita bainítica formados a 200°C e durante 5 dias de tratamento térmico (Fig. 3.11) em um aço de composição química de altos teores de carbono e elementos de liga (0,98% C, 1,46% Si, 1,89% Mn, 0,26% Mo, 1,26% Cr) apresentaram uma espessura menor que 50 nm, com cada placa separada por filmes finos de austenita retida. Este filme fino é responsável pela elevada tenacidade da microestrutura. Valores de dureza de aproximadamente 600 HV e limite de resistência acima de 2,5 GPa foram obtidos em uma microestrutura nanoestruturada [19].

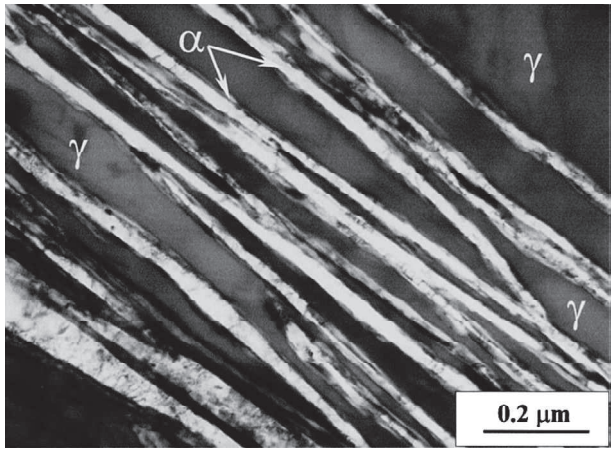


Figura 3.11 – Micrografia eletrônica de transmissão da microestrutura obtida a 200°C após cinco dias de tratamento [24].

Caballero *el al.* [19] foram os primeiros a investigar a transformação em aços de alto teor de carbono e silício em baixas temperaturas. O resultado dessa investigação consistiu em um aço com microestrutura de dimensão nanométrica e consequentemente uma elevada resistência. A descoberta originou-se a partir de um estudo dos constituintes bainita e martensita, produzida a partir do resfriamento contínuo de aços médio carbono (Fe-0,3C-1,51Si-1,42Cr-0,25Mo-3,53Ni e Fe-0,32C-1,45Si-1,97Mn-1,26Cr-0,26Mo-0,1V (%peso)) [28, 29]. Esses aços apresentaram uma microestrutura predominantemente bainítica, consistindo de placas de ferrita bainítica superior, separados por filmes finos de austenita retida. Estudo termodinâmico foi utilizado no projeto da liga com o objetivo de maximizar a fração volumétrica transformada de bainita, evitando grandes áreas de austenita retida que é prejudicial à tenacidade.

Valores de tenacidade à fratura de aproximadamente 130 MPa.m$^{1/2}$ foram obtidos, juntamente com uma resistência variando de 1600-1700 MPa. Esses valores correspondem às propriedades mecânicas críticas dos aços *maraging*, os quais apresentam um custo de fabricação 30 vezes maior por causa do alto teor de cobalto e níquel. As propriedades mecânicas são também superiores às dos aços temperados e revenidos, aços DP e aços TRIP, conforme apresentado na figura 3.12.

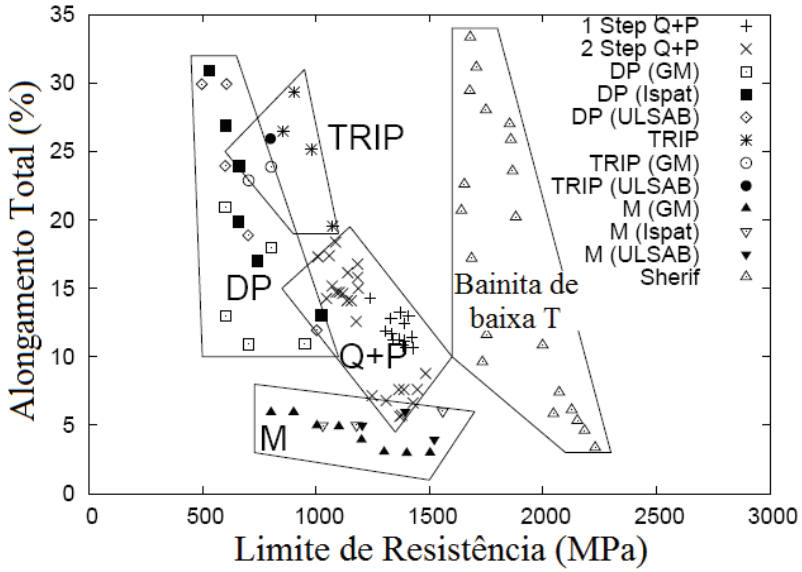
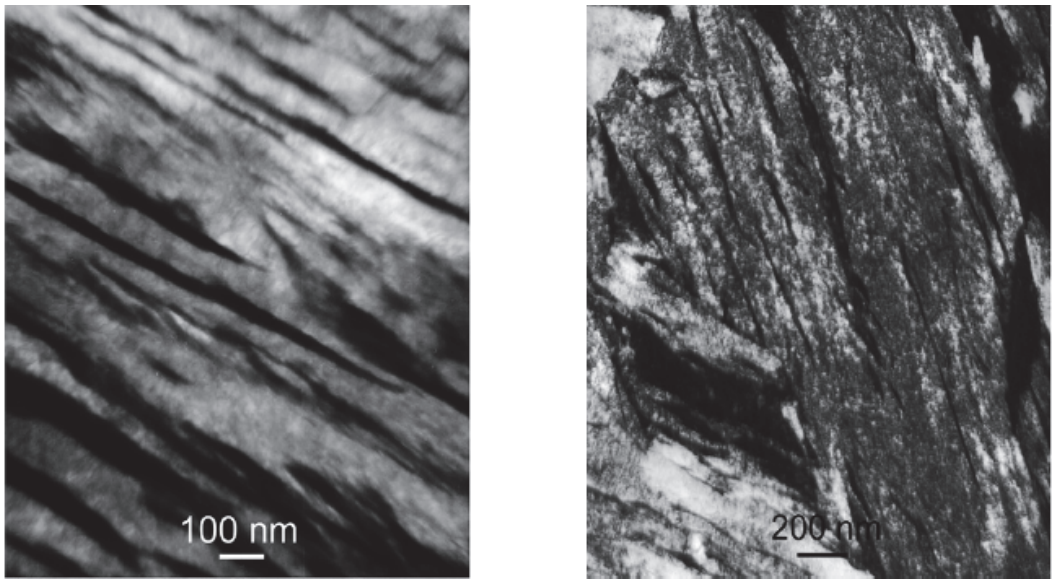


Figura 3.12 – Alongamento e limite de resistência de aço bainítico de baixa temperatura comparado com os aços laminados. Apud Sherif [30], Speer *et al*. [31].

Wang *et al*. [32] investigaram a formação de bainita no aço 60Si2CrVA (0,59% C, 1,61% Si, 0,56% Mn, 1,01% Cr, 0,13% V, 0,02% Al, 0,012% P, 0,011% S). A microestrutura formada por finos filmes de austenita retida, presente entre as placas de ferrita bainítica, transformadas nas temperaturas de 235°C, apresentou limite de resistência de 1980 MPa, 9,5% de alongamento total e uma dureza de 54 HRc. Já para transformação a 270°C, os resultados obtidos foram 1880 MPa de limite de resistência, 10,5% de alongamento total e 50 HRc (Fig. 3.13).



(a) (b)

Figura 3.13 – Micrografia eletrônica de transmissão para amostras tratadas isotermicamente (a) 235°C; (b) 270°C [32].

Diferentemente dos demais trabalhos, Hase [33] realizou experimentos em uma liga (0,79% C, 1,56% Si, 1,98% Mn, 1,01% Cr, 0,24% Mo, 1,01% Al, 1,51% Co). Após austenitização a 900°C, as amostras foram submetidas a dois estágios seguidos de tratamentos isotérmicos, um com intervalo de temperatura de 250-350°C durante 18 h e outro mantido a 250°C com o mesmo tempo de tratamento. O resultado desses dois estágios de tratamentos isotérmicos consistiu em uma distribuição bimodal do tamanho das placas de ferrita bainítica e um refinamento dos blocos de austenita. Este

refinamento conduziu a uma melhor estabilidade mecânica da austenita retida. Uma elevada ductilidade de 40% de alongamento total com tenacidade de fratura 63 MPa.m$^{1/2}$ e um limite de resistência de 1500 MPa foram alcançados.

Chakraborty [34] investigou o tradicional aço SAE 52100 (1,1% C, 1,46% Cr e 0,27% Si) usado para a fabricação de rolamentos. As temperaturas de austêmpera foram 250, 270 e 400°C, e os tempos de tratamentos isotérmicos variaram de 10 a 120 min. A austêmpera (270°C, 30 min) seguida pela têmpera em água resultou em uma microestrutura formada por bainita e martensita com níveis de dureza, 62 HRc, limite de resistência 2250 MPa e resistência ao impacto de 53 J. A baixa quantidade de Si foi insuficiente para prevenir a precipitação de carbonetos.

Cruz Junior [35] e Cruz Junior *et al*. [36, 37] investigaram a influência do ciclo térmico sobre o comportamento mecânico de um aço (0,56% C, 1,41% Si, 0,68% Mn, 0,63% Cr). As amostras foram submetidas a uma temperatura de austenitização de 900°C por 5 min. Em seguida, foram rapidamente transferidas em um banho metálico (40Pb-60Sn) mantido a 200, 220 e 270°C, onde permaneceram por 0,5, 2, 24 e 48 h. Os resultados das propriedades mecânicas são apresentados nas tabelas III.2 a III.4 a seguir.

Tabela III.2 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 200°C em diferentes tempos

Tempo (h)	LE (MPa)	LR (MPa)	AU (%)	AT (%)	Microdureza (HV)	LE/LR
0,5	1092 ± 52	1994 ± 39	3,5 ± 0,7	4,2 ± 0,7	717 ± 5	0,55
2	979 ± 62	2248 ± 30	6,0 ± 0,1	6,0 ± 0,1	725 ± 4	0,43
24	1689 ± 41	2112 ± 15	1,6 ± 0,5	2,9 ± 0,3	675 ± 3	0,8
48	1651 ± 21	2105 ± 21	2,0 ± 0,1	2,3 ± 0,1	708 ± 4	0,78

Tabela III.3 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 220°C em diferentes tempos

Tempo (h)	LE (MPa)	LR (MPa)	AU (%)	AT (%)	Microdureza (HV)	LE/LR
0,5	1217 ± 67	2020 ± 28	3,3 ± 0,4	4,1 ± 0,7	669 ± 4	0,6
2	1256 ± 79	2006 ± 74	3,4 ± 0,2	5,5 ± 0,1	669 ± 6	0,62
24	1648 ± 53	1927 ± 21	2,4 ± 0,2	4,0 ± 0,6	684 ± 4	0,85
48	1650 ± 54	1974 ± 27	2,1 ± 0,1	2,5 ± 0,1	693 ± 3	0,83

Tabela III.4 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 270°C em diferentes tempos

Tempo (h)	LE (MPa)	LR (MPa)	AU (%)	AT (%)	Microdureza (HV)	LE/LR
0,5	1273 ± 7	1729 ± 41	2,6 ± 0,4	4,2 ± 0,4	520 ± 3	0,73
2	1363 ± 41	1613 ± 37	2,0 ± 0,1	3,7 ± 0,2	523 ± 4	0,84
24	1355 ± 40	1518 ± 73	1,6 ± 0,2	3,8 ± 0,7	505 ± 3	0,89
48	1500 ± 41	1762 ± 12	1,9 ± 0,1	3,5 ± 0,2	554 ± 3	0,85

As amostras tratadas isotermicamente a 200°C apresentaram uma microestrutura majoritariamente martensítica com presença de bainita e austenita retida. A análise de superfície de fratura foi caracterizada como frágil. Isso foi devido à grande quantidade de martensita presente.

Já para amostras tratadas isotermicamente a 220°C, foi observada uma microestrutura multiconstituída de martensita, bainita e austenita retida. As superfícies de fraturas foram caracterizadas por quasi-clivagem com presença de microcavidades. Embora exista uma mistura no mecanismo de fratura, a fratura dúctil foi dominante.

E por fim, as amostras tratadas isotermicamente a 270°C apresentaram uma microestrutura majoritariamente bainítica, com austenita retida e alguma martensita. As superfícies de fraturas foram caracterizadas como dúcteis em função da grande presença de microcavidades e com algumas regiões de fratura frágil.

3.2.1 – Termodinâmica da transformação

De acordo com Bhadeshia [21], transformações bainíticas envolvem sucessivas nucleações e crescimentos adifusionais do tipo martensítico, gerando quantidades significativas de deformação. Uma consequência deste tipo de crescimento adifusional é que as sub-unidades de ferrita bainítica ficam supersaturadas em carbono.

O excesso de carbono presente na ferrita bainítica difunde para a austenita residual de forma que a placa seguinte cresça a partir da austenita enriquecida em carbono. A transformação prossegue, enriquecendo continuamente a austenita residual em carbono, enquanto a variação de energia livre for favorável. O processo finalmente cessa quando a concentração de carbono na austenita residual atinge a curva T_0', na qual ferrita bainítica e austenita estão em equilíbrio($\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha} = 0$). Logo, não ocorrerá formação adifusional de uma nova sub-unidade de ferrita bainítica de acordo com a figura 3.14.

A curva T_0 é o local onde ferrita e austenita de mesma composição têm energia livre idêntica. A curva T_0' é similar a T_0, mas leva em conta a energia de deformação da ferrita bainítica devido ao mecanismo de cisalhamento da transformação, estimada em um valor de 400 J/mol [1].

A reação é dita ser incompleta porque a austenita não alcança a composição de equilíbrio dada pela linha Ae_3. Se a formação da ferrita ocorre por mecanismo difusional (reconstrutivo), a transformação irá parar quando a concentração de carbono na austenita atingir a curva Ae_3, como é o caso de formação da ferrita poligonal.

Quando ocorre a precipitação de carbonetos, o consumo de carbono durante a formação dos carbonetos mantém a concentração na austenita abaixo de T_0'. Assim, a austenita residual não se enriquece em carbono de forma a alcançar a curva T_0', onde a transformação cessa. Logo, se obtém uma microestrutura inteiramente bainítica.

A fração de ferrita bainítica aumenta à medida que a temperatura de transformação diminui. Isto pode ser explicado através da curva T_0' e a concentração média de carbono, $\bar{x}$, na liga (Fig. 3.15). A fração máxima de bainita, V_b, que se pode formar para uma dada temperatura T, é dada pela seguinte equação:

$$V_b = \frac{\left(x_{T_o'} - \bar{x}\right)}{x_{T_0'} - x_b} \tag{3.1}$$

onde $x_{T_0'}$ é a concentração de carbono na austenita dada pela curva T_0' e x_b é a quantidade de carbono aprisionado na ferrita bainítica, ou em solução sólida ($x_b = 0{,}03$ %peso).

O aumento da fração de ferrita bainítica na microestrutura minimiza a quantidade de austenita retida em forma de blocos. Esta forma de austenita retida é bastante instável e tende a se transformar em uma martensita não revenida e frágil de elevado carbono, sob a influência de uma pequena tensão [38].

Existem outros dois métodos de aumentar a fração de ferrita bainítica: reduzindo a concentração média de carbono na liga $\bar{x}$ (eq. 3.1) e movendo a curva T_0' para elevadas concentrações de carbono devido à modificação do teor de elemento de liga substitucional do aço de forma a alterar a estabilidade das fases [39].

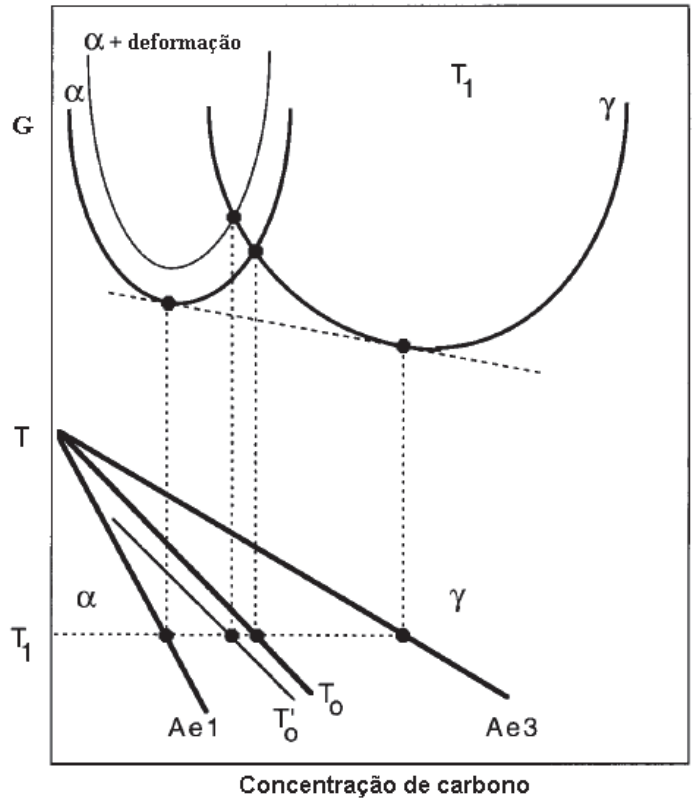


Figura 3.14 – Representação esquemática da origem da curva T_0 [1].

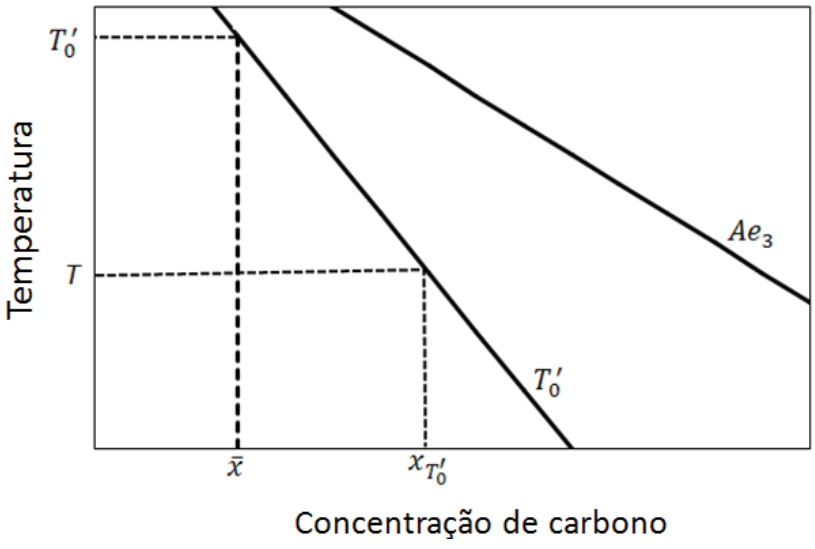


Figura 3.15 – Esquema da reação incompleta. Após a transformação bainítica, a austenita residual tem uma composição em carbono dada pela linha T_0', ao invés de Ae_3. Ae_3 se refere à linha de equilíbrio [38].

3.3 – Austenita retida e sua estabilidade

Aços com elevada ductilidade e resistência mecânica têm sido estudados e projetados para serem aplicados, principalmente, na indústria automobilística. Nesse setor, eles são empregados como membros de partes estruturais com o objetivo de melhorar a segurança dos passageiros.

Esta combinação de resistência e ductilidade pode ser obtida pelo efeito da transformação induzida por deformação plástica da austenita retida em martensita (TRIP), presente, por exemplo, na microestrutura de um aço multiconstituído. Dessa forma, a composição química e o ciclo de processamento de um aço são projetados de modo a se obter uma quantidade de austenita retida na microestrutura final que será responsável para tal efeito [39].

O ciclo de processamento consiste em dois estágios de tratamentos térmicos de aços baixo carbono laminados a frio. O primeiro envolve um aquecimento na região intercrítica com o propósito de obter, de forma controlada, certa fração volumétrica de austenita juntamente com ferrita. Já o segundo, trata-se de um tratamento isotérmico no qual a austenita formada no aquecimento intercrítico se transforma em bainita. Durante o tratamento isotérmico, o excesso de carbono difunde da ferrita bainítica para a austenita, de modo que, após o tratamento, a austenita torna-se estável à temperatura ambiente.

No entanto, durante o resfriamento pode ocorrer transformação parcial da austenita em martensita para menores tempos de tratamentos isotérmicos, conforme mostra a figura 3.16 [40, 41]. Isso acontece porque a austenita não se enriquece em carbono o suficiente para que a temperatura de início de formação de martensita (M_i) permaneça abaixo da temperatura ambiente. Com isso, parte da austenita se transforma em martensita. Logo, a microestrutura de um aço TRIP multiconstituído consiste de ferrita intercrítica, bainita, austenita retida e ainda pode conter martensita. Essa microestrutura proporciona ao aço uma elevada resistência à fadiga e elevada capacidade de absorção de energia no ensaio de impacto [41].

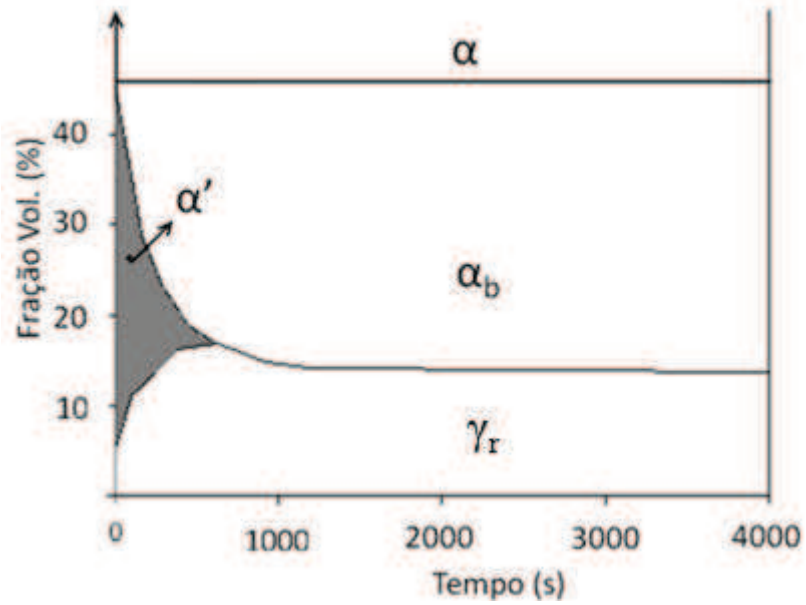


Figura 3.16 – Desenvolvimento da microestrutura de um aço (0,29% C, 1,42% Mn, 1,41% Si, 0,04% Al) em função do tempo (s) de formação de bainita a 360°C, após aquecimento intercrítico por 760°C durante 6 min. (α: ferrita intercrítica; α_b: bainita; α': martensita; γ_r: austenita retida) [41].

No entanto, os aços TRIP multiconstituídos podem apresentar limitações em certas características, como por exemplo, a capacidade de obter formas mais complexas. Essa deficiência deve-se à formação de fendas na interface entre a ferrita e a austenita retida [42]. É, então, necessário buscar alternativas para suprimir esse defeito.

Uma alternativa é a produção do aço bainítico, que apresenta boa capacidade de obter componentes mecânicos com formas mais complexas devido a uma microestrutura uniforme de ferrita bainítica e austenita retida. Isso ocorre porque a matriz de ferrita é substituída pelos feixes de ferrita bainítica [42].

A quantidade de bainita aumenta para maiores tempos de transformação isotérmica. No entanto, a quantidade máxima obtida para uma dada temperatura de transformação isotérmica é restrita pelo fenômeno da reação incompleta (Fig. 3.14) [43]. O resultado dessa transformação leva a uma microestrutura composta por ferrita bainítica e austenita retida na forma de filmes e blocos.

A austenita retida sob a forma de filmes finos está presente entre as placas de ferrita bainítica. Esta contém uma maior concentração de carbono em relação aos blocos, isso porque o excesso de carbono presente na ferrita bainítica se difunde para a austenita, enriquecendo-a [15]. Dessa forma, os filmes de austenita retida apresentam uma maior estabilidade térmica. A temperatura M_i correspondente aos filmes de austenita é menor do que a dos blocos. Portanto, após a transformação bainítica, os blocos de austenita com menor concentração de carbono podem se transformar em martensita no resfriamento final.

O teor de carbono na austenita residual (x_γ) pode ser estimado em função da concentração de carbono na liga $(\bar{x})$ [44]:

$$x_\gamma = \bar{x} + \frac{V_b(\bar{x} - x_b)}{1 - V_b} \tag{3.2}$$

onde V_b é a fração de ferrita bainítica formada.

Os filmes de austenita retida ricos em carbono apresentam também uma maior estabilidade mecânica para maiores graus de deformação. Já a presença de austenita retida na forma de blocos transforma em uma martensita não revenida e frágil no início da deformação, contribuindo para uma baixa tenacidade [45, 46]. De acordo com Miihkinen e Edmonds [47], uma boa tenacidade à fratura é atribuída à presença de filmes finos de austenita retida termicamente e mecanicamente estável. Segundo os autores [48], os filmes de austenita retida atenuam a propagação das trincas. A figura 3.17 apresenta um esquema da presença de austenita retida em aço bainítico de alto teor de silício [49].

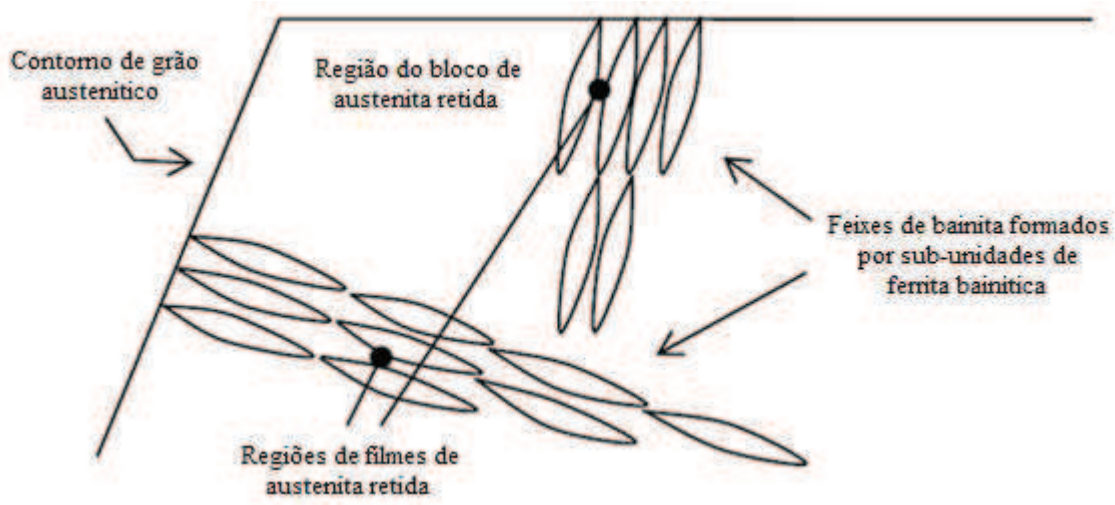


Figura 3.17 – Representação esquemática da microestrutura bainítica ilustrando as posições em que se encontram os blocos e os filmes de austenita retida [49].

A fração de austenita na forma de blocos e filmes pode ser deduzida a partir da fração total de austenita retida (V_γ) determinada por difração de raios-X. Bhadeshia [42] estima que cerca de 15% do volume contido dentro do contorno de um feixe de bainita consiste de filmes de austenita retida intercalados com as sub-unidades de ferrita bainítica ($V_{\alpha b}$). Logo, a razão da fração volumétrica de filmes de austenita retida ($V_{\gamma - f}$) em relação aos blocos ($V_{\gamma - B}$) pode ser dada pela seguinte expressão:

$$\left(\frac{V_{\gamma - f}}{V_{\gamma - B}}\right) = \frac{0{,}15V_{\alpha b}}{\left(V_\gamma - 0{,}15V_{\alpha b}\right)} \tag{3.3}$$

A maximização dessa razão é equivalente ao aumento da fração de bainita para uma dada temperatura de transformação isotérmica. Isto não apenas promove o enriquecimento de carbono, como também refina e reduz a quantidade de austenita na forma de blocos.

A variação da fração de austenita retida (V_R) em função da deformação plástica (ε) é geralmente representada pela seguinte equação empírica [50]:

$$\ln V_R^0 - \ln V_R = k\varepsilon \quad (3.4)$$

onde V_R^0 é a fração inicial para zero de deformação. A constante k é o coeficiente do ajuste dos dados experimentais.

Ensaios de tração realizados [51] em amostras tratadas isotermicamente a 200, 250 e 300°C, com as respectivas frações iniciais de austenita retida (V_R^0) 0,17; 0,21; 0,37; apresentaram suas variações de V_R com a deformação verdadeira (ε), mostrado na figura 3.18.

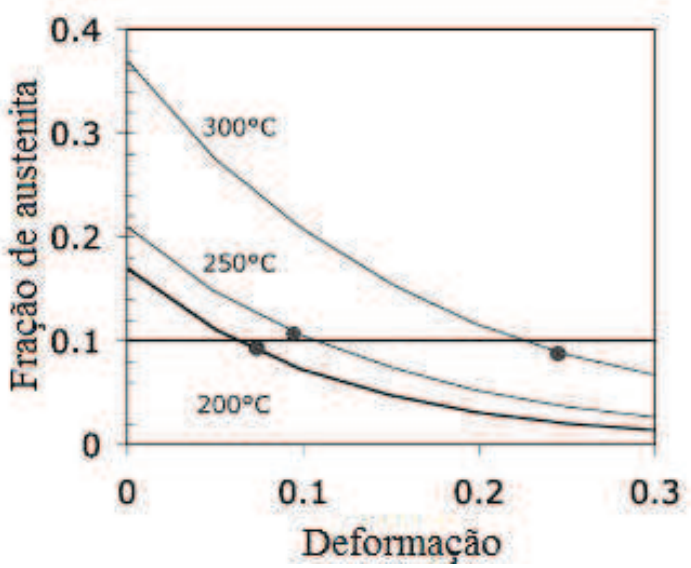


Figura 3.18 – Variação da fração de austenita em função da deformação plástica [51].

De acordo com a figura 3.18, uma maior fração de austenita retida proporciona uma maior deformação até a fratura. Os pontos marcados nas curvas indicam a fração de austenita retida em uma microestrutura com ferrita bainítica, na qual ocorre a tensão de fratura. Esta tensão ocorre quando a fração de austenita retida é reduzida até 10%. Segundo Bhadeshia [51], esta tensão de fratura ocorre quando a austenita torna-se geometricamente isolada e isenta de deformação.

3.4 – Revenimento

O tratamento térmico de revenimento envolve aquecimento abaixo da temperatura de equilíbrio (A_1). Seu objetivo é melhorar as propriedades mecânicas, tais como a tenacidade. No entanto, de modo geral, esse tratamento térmico também diminui a resistência e a dureza.

A principal finalidade do revenimento é reduzir a fragilidade devido ao excessivo endurecimento, tornando assim, viável a aplicação do aço. A fragilidade da microestrutura martensítica é causada por diversos fatores, como: a distorção do parâmetro de rede causado pelos átomos de carbono aprisionados nos sítios octaédricos da martensita; a segregação de impurezas nos contornos de grão austenítico; a formação de carbonetos durante a têmpera; e tensões residuais produzidas durante a têmpera. Essas tensões aliviadas pelo revenimento resultam em um aço tenaz e dúctil. Isso ocorre para quase todos os aços, com exceção dos aços ferramenta. O revenimento destes aumenta a dureza, desde que sejam revenidos a uma temperatura elevada (≈ 500°C), quando carbonetos ricos em solutos substitucionais (Mo, Cr, V, Co) se formam [52].

O revenimento provoca mudanças microestruturais agrupadas em etapas, muitas das quais se sobrepõem e se desenvolvem simultaneamente. Os primeiros trabalhos estabeleceram quatro estágios de revenimento associados com a formação de carbonetos na martensita [53, 54] da seguinte maneira:

- Etapa I: Formação de carboneto de transição e redução do teor de carbono na martensita.
- Etapa II: Transformação da austenita retida em ferrita e cementita.
- Etapa III: Substituição do carboneto de transição e da martensita de baixo carbono por cementita e ferrita.
- Etapa IV: Desenvolvimento de carbonetos de ligas ou endurecimento secundário em aços liga.

O comportamento no revenimento da martensita e da bainita se diferem, isso porque a bainita se auto-revine durante sua formação. A difusão do carbono a partir da ferrita supersaturada para austenita residual, e a precipitação de carbonetos durante a reação da bainita ocorrem rapidamente, estabelecendo-se assim o auto-revenimento.

O revenimento da bainita não é altamente sensível a pequenas variações no teor de carbono, como ocorre nos aços martensíticos. A resistência da martensita diminui rapidamente quando o carbono deixa a solução sólida.

Em aços de elevado teor de carbono é usual formar primeiro carbonetos de transição durante o revenimento da martensita; posteriormente esses se transformam em cementita. Os carbonetos de transição também se formam durante a transformação isotérmica em aços bainíticos ricos em silício, isso porque o aço não é mantido em tempo suficiente para permitir a difusão de longo alcance de elementos substitucionais.

A adição de silício também proporciona a resistência ao revenimento em aços martensíticos [55-57]. De acordo com o estudo realizado por Gordine e Codd [57] em um aço-mola (0,57%C-1,45%Si-0,75%Mn-0,73%Cr), foi constatado que carbonetos epsilon (ε) são predominantes para temperaturas de revenimento menores que 400°C. Acima de 400°C, carbonetos epsilon (ε) não são estáveis e são rapidamente substituídos por cementita.

Caballero *et al.* [19] observaram que aços bainíticos formados em baixas temperaturas são altamente resistentes ao revenimento, mantendo a dureza após elevadas temperaturas de revenimento conforme apresentado na figura 3.19. Isso ocorre porque a precipitação da cementita, devido à decomposição de filmes de austenita retida no contorno das placas de ferrita bainítica impede e previne o seu coalescimento. Uma vez que o fator principal da resistência mecânica se deve à espessura das placas, essa restrição ao coalescimento das placas de ferrita bainítica pela precipitação dos carbonetos explica a resistência ao revenimento da bainita. A precipitação inicia-se após o revenimento a 450°C por 0,5 h. Para maiores temperaturas de revenimento, como por exemplo, 500 e 550°C, grandes regiões de austenita retida se decompõem em perlita e pequenas regiões em partículas discretas de carbonetos e ferrita [58].

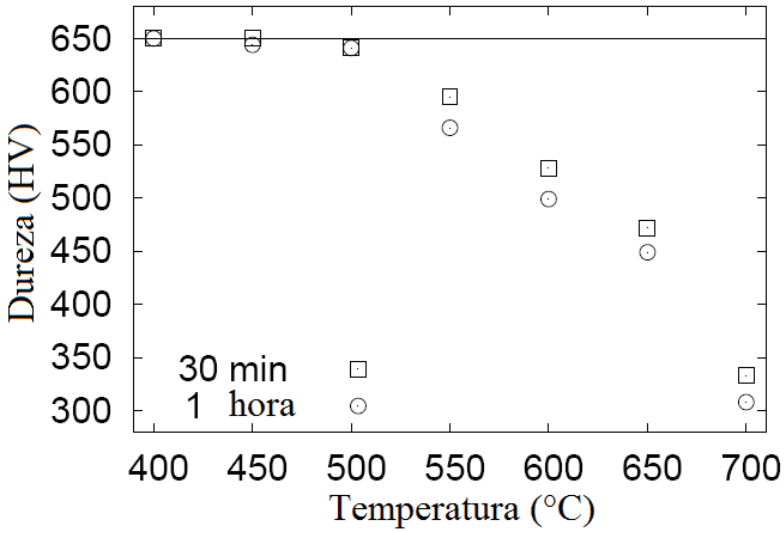


Figura 3.19 – Mudanças dos valores de dureza em função das temperaturas e diferentes tempos de revenimento em uma liga 1,59Si-1,94Mn-1,33Cr-0,3Mo-0,02Ni-0,11V (%peso) [19].

Em um trabalho recente [59], foi realizado, sobre o aço da presente pesquisa, um estudo do efeito das temperaturas de revenimento (350, 400 e 450°C) tratado isotermicamente em diferentes temperaturas de tratamento isotérmico a 200 220 e 270°C por 0,5 h. Este, em função do tratamento isotérmico, apresentou diferentes frações volumétricas de martensita, ferrita bainítica e austenita retida. Resultados mostraram que a decomposição da austenita retida, principalmente, na forma de blocos foi iniciada a partir da temperatura de revenimento de 350°C e que grande parte dessa austenita retida foi decomposta a 400°C, conforme pode ser observado no difratograma e na micrografia das figuras 3.19 e 3.20, respectivamente. Os resultados dos valores (Fig. 3.21) de microdureza em função das temperaturas de revenimento mostraram uma menor resistência ao revenimento para o aço tratado isotermicamente a 200°C, seguido para o aço tratado isotermicamente a 220 e 270°C. Isso ocorreu devido ao aumento da fração volumétrica de bainita com o aumento da temperatura de tratamento isotérmico, o que favorece a resistência ao revenimento.

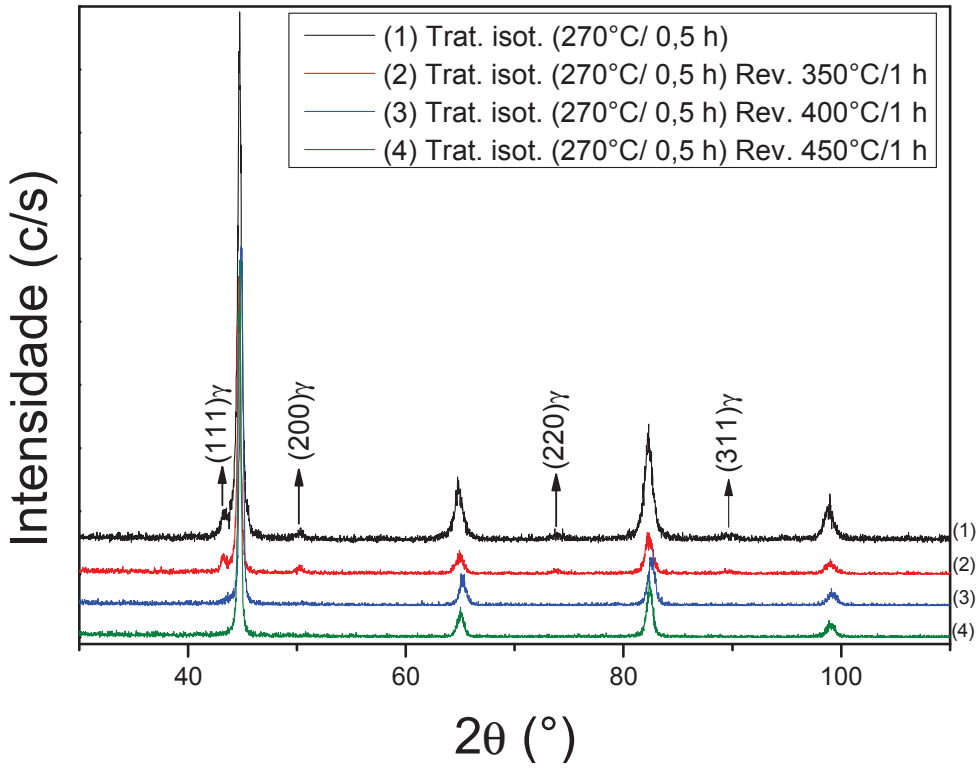


Figura 3.20 - Difratogramas de raios-X mostrando o efeito das temperaturas de revenimento sobre a fração volumétrica de austenita retida.

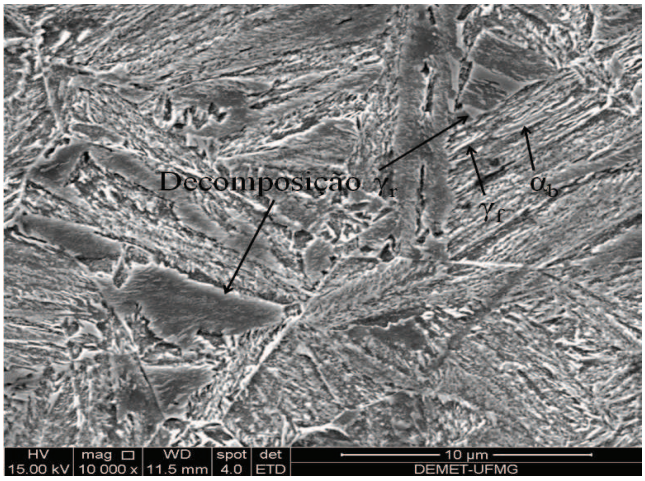


Figura 3.21 – Imagem obtida no MEV da amostra tratada isotermicamente a 270°C/0,5h e revenida 400°C/1 h. Detalhe da decomposição da austenita retida.

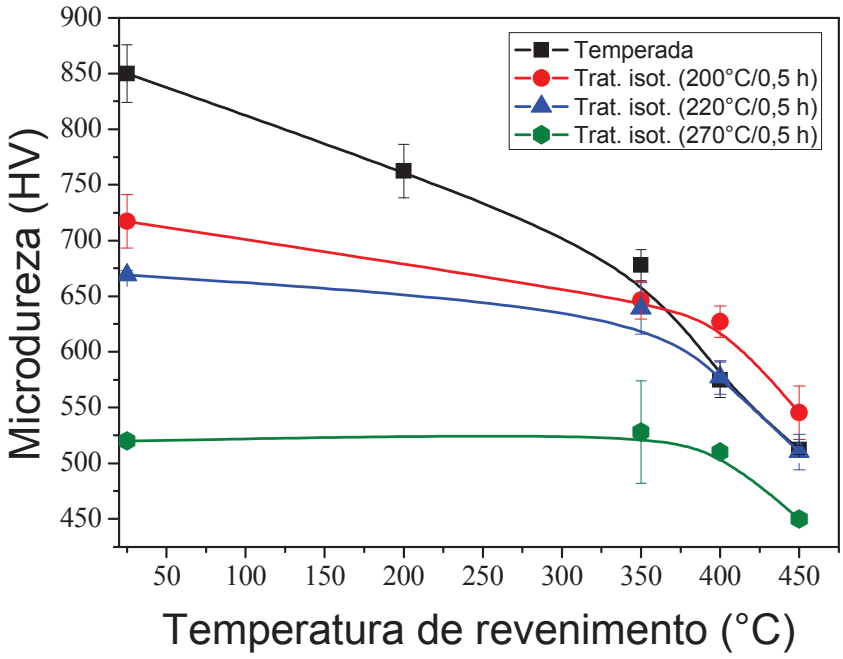


Figura 3.22 - Resultados de microdureza em função da temperatura de revenimento.

4 – METODOLOGIA

Neste capítulo é apresentada a metodologia proposta para a obtenção de um aço com uma microestrutura multiconstituída de martensita, bainita nanoestruturada e austenita retida. Posteriormente, este mesmo aço foi submetido ao tratamento térmico de revenimento. Métodos experimentais foram realizados para a caracterização microestrutural e das propriedades mecânicas.

4.1 – Material

O aço usado nesse trabalho foi fornecido pela ArcelorMittal Aços Longos (João Monlevade/MG) e corresponde ao aço SAE 9254, utilizado para a fabricação de eixos, molas helicoidais, ferramentas, hastes para amortecedores. Sua composição química é descrita na tabela IV.1, assim como as temperaturas de equilíbrio, A_1 (766°C) e A_3 (820°C), estimadas pelas fórmulas empíricas de Andrews [60], equações 4.1 e 4.2, respectivamente. Nota-se o alto teor de Si, adicionado de modo a evitar a precipitação de carbonetos [20-22] e a presença de Mn e Cr, a qual favorece a temperabilidade e inibe a formação de constituintes indesejáveis como a ferrita e perlita durante a têmpera. O diagrama TTT [61] de um aço de composição semelhante é ilustrado na figura 4.1.

Tabela IV.1 – Composição química do aço (% peso)

Aço	C	Mn	Si	Cr
C-Mn-Si	0,56 – 0,58	0,68 – 0,69	1,41 – 1,43	0,63 – 0,65

$$A_1 = 723 - 10{,}7Mn - 16{,}9Ni + 29{,}1Si + 16{,}9Cr + 290As + 6{,}38W \quad (4.1)$$

$$A_3 = 910 - 203\sqrt{C} - 15{,}2Ni + 44{,}7Si + 104V + 31{,}5Mo + 13{,}1W \quad (4.2)$$

onde C, Si, Mn e Cr são elementos de liga cujo teor é fornecido em % peso.

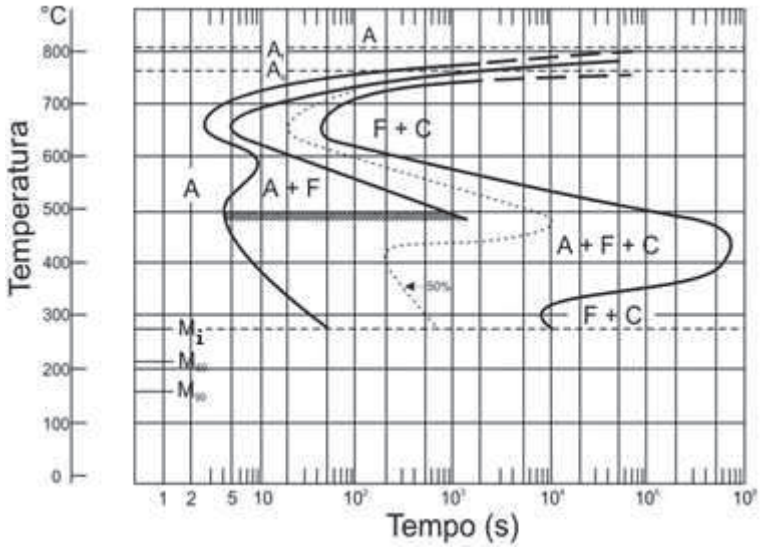


Figura 4.1 – Diagrama TTT de um aço de composição química semelhante ao deste trabalho (0,55%C, 0,78%Mn, 1,62%Si, 0,77%Cr) [61].

Amostras foram usinadas como corpos de prova de tração e de impacto, conforme as normas ASTM [62, 63], a partir do aço fornecido como fio-máquina com diâmetros de 8 e 20 mm, respectivamente. O aço fornecido para a usinagem para os corpos de prova de tração e de impacto foram obtidos de diferentes corridas de vazamento, no entanto sua composição química compreendeu entre as faixas, conforme a tabela IV.1. A microestrutura do aço como fornecido é apresentada na figura 4.2.

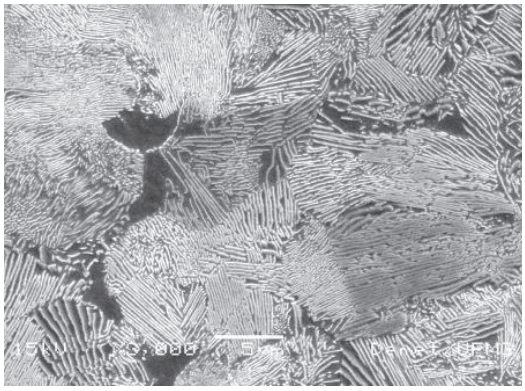


Figura 4.2 - Micrografia eletrônica de varredura do aço como fornecido, laminado a quente. Ataque nital 2%. Perlita fina e ferrita pró-eutetóide – Fração volumétrica de (Vv) de ferrita pró-eutetóide 6,3%; Dureza Vickers = 324.

4.2 – Tratamentos Térmicos

Os corpos de prova foram austenitizados a 900°C durante 5 min, depois de atingido o equilíbrio térmico corpo de prova/forno. Este equilíbrio térmico foi obtido após que o termopar do forno registrou novamente a temperatura inicial fixada (900°C). Passado o tempo de austenitização, os mesmos foram transferidos rapidamente para um banho térmico mantido a uma temperatura fixa. Os tratamentos isotérmicos foram realizados em um cadinho de aço inoxidável austenítico AISI 304.

O banho consiste em uma liga Sn60-Pb40 que possui temperatura de fusão inferior a 200°C. Durante os tratamentos isotérmicos o monitoramento da temperatura foi executado por um termopar sonda tipo K. A figura 4.3 mostra o conjunto (cadinho/corpos de prova) usado para a realização dos tratamentos térmicos.



Figura 4.3 – Montagem usada para a realização dos tratamentos isotérmicos.

Foram realizados doze tratamentos isotérmicos para os corpos de prova de tração, cujas temperaturas e respectivos tempos são apresentados na tabela IV.2. Para cada tratamento térmico foram utilizados três corpos de prova. Após os tratamentos isotérmicos, os corpos de prova de tração foram posteriormente revenidos a 400°C por 1 h.

Para corpos de prova de impacto foram realizadas as mesmas condições de tratamentos isotérmicos e revenimento, exceto para os tempos de 2 e 24 h. Os ensaios de impacto foram realizados apenas para corpos de prova tratados por 0,5 e 48 h.

Para outros corpos de prova de impacto foram realizados apenas tratamentos isotérmicos. Passado os tempos dos tratamentos isotérmicos os mesmos foram resfriados ao ar (Fig. 4.4). O propósito do ensaio de impacto foi comparar a energia absorvida (J) de corpos de prova, tratados isotermicamente, com os tratados isotermicamente e revenidos (400°C/1 h).

As temperaturas usadas para a realização dos tratamentos isotérmicos foram escolhidas com o propósito de obter uma microestrutura multiconstituída, uma vez que a temperatura de início de transformação bainítica (B_i) e martensítica (M_i) são 594 e 278°C, estimadas a partir das equações 4.3 e 4.4, respectivamente [64].

$$B_i\,(°C) = 830 - 270C - 90Mn - 37Ni - 70Cr - 83Mo \quad (4.3)$$

$$M_i\,(°C) = 539 - 423C - 30{,}4Mn - 17{,}7Ni - 12{,}1Cr - 7{,}5Mo \quad (4.4)$$

onde C, Si, Mn, etc. são elementos de liga fornecidos em %peso.

Tabela IV.2 – Condições dos tratamentos isotérmicos

Temperatura (°C)	Tempo (h)
200/220/270	0,5
200/220/270	2
200/220/270	24
200/220/270	48

A figura 4.6 ilustra o ciclo completo geral dos tratamentos térmicos. Nota-se na figura 4.4 que as três temperaturas de tratamento isotérmico (200, 220, 270°C) selecionadas estão abaixo da temperatura de início de transformação martensítica (M_i), isto é, uma dada fração volumétrica de martensita se formou no resfriamento inicial. Posteriormente, o restante da austenita residual se decompôs em bainita. Desta forma foi proposta a partir das temperaturas de tratamento isotérmico a formação de bainita abaixo de M_i de acordo com poucos trabalhos prévios publicados [65-67].

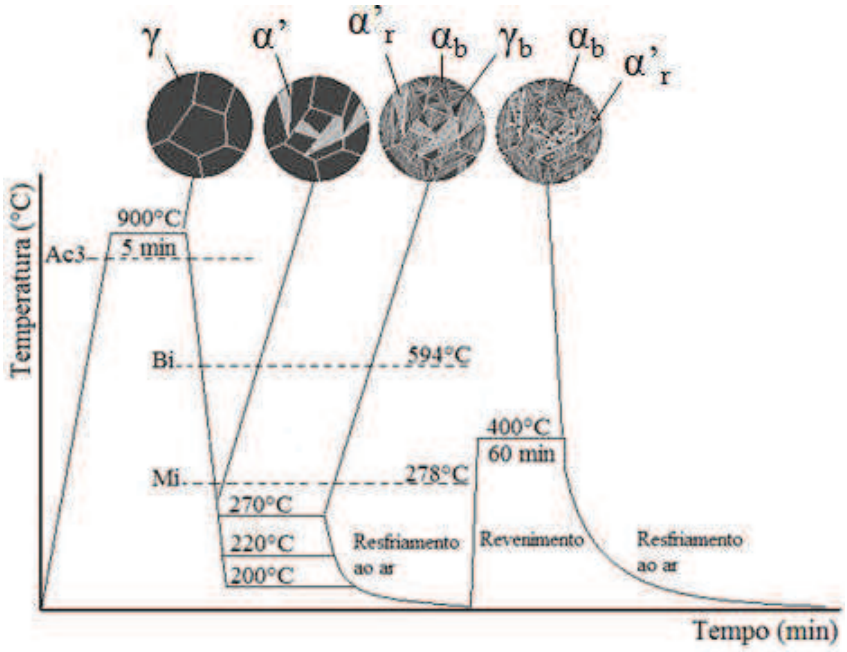


Figura 4.4 - Representação esquemática do tratamento térmico visando à obtenção dos aços com estrutura multiconstituída de martensita, bainita e austenita retida.

Para efeito de comparação das propriedades mecânicas, outros corpos de prova foram também austenitizados a 900°C durante 5 min e temperados em água. Após a têmpera, eles foram revenidos a 450°C por 1 h. Essas são as condições de tratamentos térmicos utilizados na prática industrial para o aço no estado temperado e revenido.

O cálculo teórico da fração volumétrica de martensita inicial foi realizado através da equação de Koinstinen e Marburger [68], descrita abaixo.

$$1 - V_{\alpha'} = \exp[-0{,}011(M_i - T_i)] \quad (4.5)$$

onde M_i é a temperatura de início de formação da martensita e T_i é a temperatura de tratamento isotérmico. Esta fração volumétrica de martensita formada no resfriamento inicial ($V_{\alpha'}$) foi revenida ($V_{\alpha'_r}$) durante o tratamento isotérmico.

4.3 – Difração de Raios-X

A fração de austenita retida foi quantificada por difração de raios-X através do método da comparação direta. Este método utiliza a integração dos picos mais intensos da austenita, caracterizados pelos planos (111), (200), (220) e (311), e da ferrita, caracterizados pelos planos (110), (200), (211) e (220) [69], conforme exemplificado na figura 4.5 [35]. As análises foram realizadas em um difratômetro Philips PW 1710, usando a radiação K_α do Cu com uma taxa de 0,02°/min, tensão de 45 kV e corrente de 45 mA. Os valores do espaçamento entre planos (d_{hkl}) da austenita foram utilizados para o cálculo do parâmetro de rede (a_γ), através da equação 4.6:

$$d_{hkl} = \frac{a_\gamma}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (4.6)$$

onde d_{hkl} é a distância interplanar, a_γ é o comprimento do parâmetro de rede da austenita (Å) e hkl são os índices de Miller do plano.

A partir dos valores obtidos dos parâmetros de rede da austenita (a_γ), foi realizado o cálculo da concentração de carbono na austenita retida (C_γ) (%peso) utilizando o método de extrapolação do parâmetro de rede da austenita, conforme a equação 4.7 [70].

$$a_\gamma = 3{,}578 + 0{,}033\%C_\gamma \quad (4.7)$$

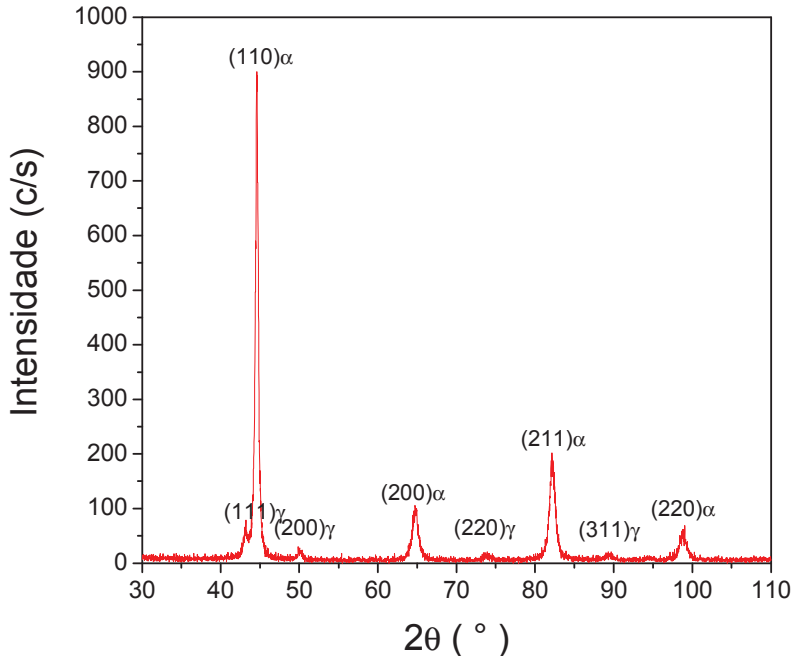


Figura 4.5 – Difratograma do aço AISI 9254 multiconstituído, tratado isotermicamente a 270°C por 2 h [35].

4.4 – Ensaio de Tração

Após os ciclos térmicos, os corpos de prova agora tratados, foram submetidos a testes de tração em uma máquina Instron 5582, equipada com extensômetro de 10 mm de base de medida e pacotes de programa para aquisição e tratamento de dados (Blue Hill). Os ensaios foram realizados a temperatura ambiente com uma taxa de deformação ($\dot{\varepsilon}$) igual a $10^{-3}s^{-1}$. As dimensões dos corpos de prova cilíndricos estão apresentadas na figura 4.6 conforme a norma ASTM [61].

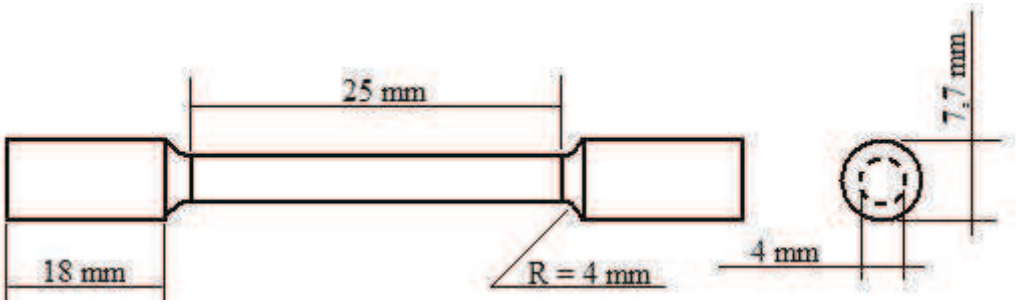


Figura 4.6 – Dimensões do corpo de prova de tração utilizado neste trabalho.

Durante o ensaio, foram realizados os registros da carga aplicada (kN) e do deslocamento Δl (mm). A partir dos dados obtidos, foram realizados cálculos da tensão de engenharia, σ (MPa), juntamente com a deformação de engenharia, e (%), equações 4.8 e 4.9:

$$e = \frac{l_f - l_0}{l_0} = \frac{\Delta l}{l_0} \tag{4.8}$$

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \tag{4.9}$$

onde l_0 é o comprimento útil inicial do corpo de prova e l_f é o comprimento útil final após a deformação até a ruptura, A_0 é a área da seção transversal inicial.

A deformação verdadeira se define como a soma das variações instantâneas do comprimento do corpo de prova, dl, pelo comprimento instantâneo, l:

$$\varepsilon = \int_{l_0}^{l_i} d\varepsilon = \int_{l_0}^{l_i} \frac{dl}{l} = \ln\left(\frac{l_i}{l_0}\right) = \ln\left(\frac{l_0 + \Delta l}{l_0}\right) = \ln(1 + e) \tag{4.10}$$

Durante a deformação plástica se mantém a conservação de volume do corpo de prova:

$$A_i . l_i = A_0 . l_0 \tag{4.11}$$

onde A_i e l_i são a área instantânea da seção transversal e o comprimento instantâneo do corpo de prova, respectivamente.

A partir das equações 4.9 e 4.11, a tensão verdadeira σ_v pode ser determinada da seguinte maneira:

$$\sigma_v = \frac{F}{A_i} = \frac{F}{A_0} \cdot \frac{l_i}{l_0} = \frac{F}{A_0}(e + 1) = \sigma\,(e + 1) \tag{4.12}$$

A partir dos dados coletados após o ensaio de tração e os tratamentos desses pelas equações 4.8 a 4.12, se obtiveram os seguintes parâmetros de caracterização mecânica do aço:

- Limite de resistência mecânica máxima (LR): é a carga máxima divida pela área da seção transversal inicial do corpo de prova.
- Limite de escoamento (LE): é a tensão em condições de carregamento uniaxial, necessária para produzir uma pequena deformação plástica, em geral 0,002.
- Alongamento total (AT): corresponde ao alongamento da amostra até a ruptura.
- Alongamento uniforme (AU): se define como alongamento até a estricção.

O cálculo do expoente de encruamento instantâneo (n_i) na região de deformação plástica uniforme pode ser expresso pela equação de Hollomon (eq. 4.13):

$$\sigma_v = K\varepsilon^{n_i} \tag{4.13}$$

onde σ_v representa a tensão verdadeira, ε a deformação plástica verdadeira, K o coeficiente de resistência e n_i o expoente de encruamento.

Aplicando-se a propriedade logarítmica na eq. 4.13 tem-se:

$$\ln \sigma_v = \ln K + n_i \ln \varepsilon \tag{4.14}$$

Assumindo (n_i) constante para intervalos muito pequenos de tensão verdadeira ($\Delta\sigma_v$) e deformação verdadeira ($\Delta\varepsilon$) e diferenciando a eq. 4.14, tem-se:

$$n_i = \frac{d\sigma_v/\sigma_v}{d\varepsilon/\varepsilon} = \frac{d\sigma_v}{d\varepsilon} \cdot \frac{\varepsilon}{\sigma_v} \tag{4.15}$$

A partir da eq. 4.15 foi possível plotar a curva do expoente de encruamento (n_i) em função da deformação verdadeira (ε). A estricção se inicia na carga máxima durante a deformação no ensaio de tração. Neste ponto, o aumento da tensão devido à diminuição da área transversal do corpo de prova se torna maior que o aumento da capacidade do corpo de prova em suportar o carregamento, devido ao seu encruamento [71].

A condição que provoca a deformação localizada é definida por: $dF = 0$.

$$F = \sigma_v.A_i \rightarrow dF = A_i.d\sigma_v + \sigma_v.dA_i = 0 \rightarrow \frac{dA_i}{A_i} = -\frac{d\sigma_v}{\sigma_v} \tag{4.16}$$

Como o volume se mantém constante ($dV = 0$) durante a deformação, tem-se:

$$V = A_i.l \rightarrow A_i.dl + l.dA_i = 0 \rightarrow \frac{dl}{l} = -\frac{dA_i}{A_i} \tag{4.17}$$

Das equações 4.10 e 4.17 tem-se que:

$$d\varepsilon = \frac{dl}{l} = -\frac{dA_i}{A_i} \tag{4.18}$$

Igualando as equações 4.16 e 4.18, tem-se que:

$$\frac{d\sigma_v}{d\varepsilon} = \sigma_v \tag{4.19}$$

A equação 4.19 representa a condição para iniciar a estricção, conforme a figura 4.7. Substituindo a equação 4.19 na 4.15, obtemos uma relação para a deformação na qual ocorre a formação da estricção. Essa deformação é a deformação uniforme verdadeira [71].

$$n_i = \sigma_v . \frac{\varepsilon}{\sigma_v} \rightarrow n_i = \varepsilon_u \tag{4.20}$$

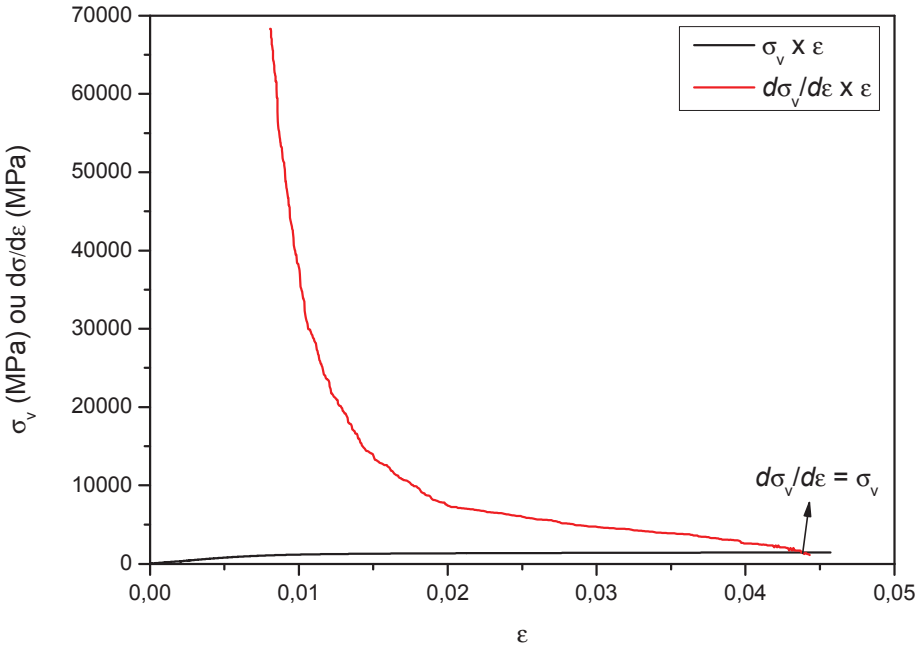


Figura 4.7 - Interpretação gráfica para a formação da estricção [71].

4.5 – Ensaio de Impacto

Após os tratamentos térmicos, os corpos de prova foram submetidos a testes de impacto Charpy à temperatura ambiente em uma máquina Instron Wolpert PW30 com uma capacidade de até 300 J. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos/CDTN. As dimensões dos corpos de prova conforme a norma ASTM [62] estão apresentadas na figura 4.8.

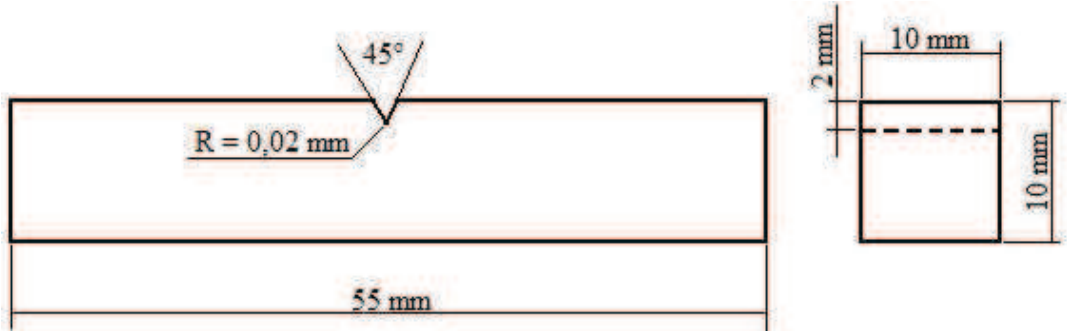


Figura 4.8 – Dimensões do corpo de prova de impacto utilizado neste trabalho.

4.6 – Ensaio de Microdureza Vickers

No teste de microdureza foi usado o microdurômetro Future Tech, utilizando uma carga de 0,3 kg e um tempo de penetração de 10 s. Foram realizadas pelo menos 20 medidas distribuídas de maneira aleatória sobre a seção transversal da cabeça dos corpos de prova de tração. A partir dessas medidas, foram realizados os cálculos do valor médio e o desvio padrão.

4.7 – Caracterização Metalográfica

As amostras foram preparadas de maneira convencional, utilizando para isso lixas de carboneto de silício (SiC) de granulometria, 100, 240, 320, 400, 600 e 1000 e acabamento especular com pasta de diamante de grãos de 9, 3 e 1 μm no polimento final. Foram realizados ataques químicos sobre a superfície polida na seção transversal da cabeça dos corpos de prova tração com o reativo nital 2%.

4.8 – Microscopia Óptica (MO)

As micrografias para análise qualitativa foram registradas através do software Leica Application Suite V3, instalado em um computador e acoplado a um microscópio óptico metalográfico marca Leitz, modelo DM 2500 M.

4.9 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A análise microestrutural foi realizada no microscópio eletrônico de varredura (MEV) marca FEI, modelo Inspect S50, a fim de se identificar de forma mais precisa os constituintes presentes e também caracterizar a superfície de fratura dos corpos de prova após os ensaios de tração e impacto.

4.10 – Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

Amostras para análises por microscopia eletrônica de transmissão (MET) foram cortadas e lixadas até a espessura de 100 μm. Após esta etapa, discos foram cortados com três mm de diâmetro e lixados em lixas (SiC) de granulometria de 1200 até a redução de 50 μm de espessura final. Essas lâminas finas foram finalmente eletropolidas a baixa temperatura (-30°C) até ocorrer um furo vazante. Para isso, foi utilizada a máquina Tenupol-5 operada a 40 V. O eletrólito usado para realizar o furo consistiu em uma mistura de 80% de metanol, 15% de glicerol e 5% de ácido perclórico.

Preparadas as amostras, elas foram levadas ao MET marca FEI-Tecnai modelo G2-20 (200 kV) para uma melhor identificação dos constituintes e a verificação dos possíveis carbonetos presentes na microestrutura.

5 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo é apresentado e discutido a caracterização microestrutural e as propriedades mecânicas conforme a metodologia proposta para a obtenção de uma microestrutura multiconstituída de martensita, bainita nanoestruturada e austenita retida.

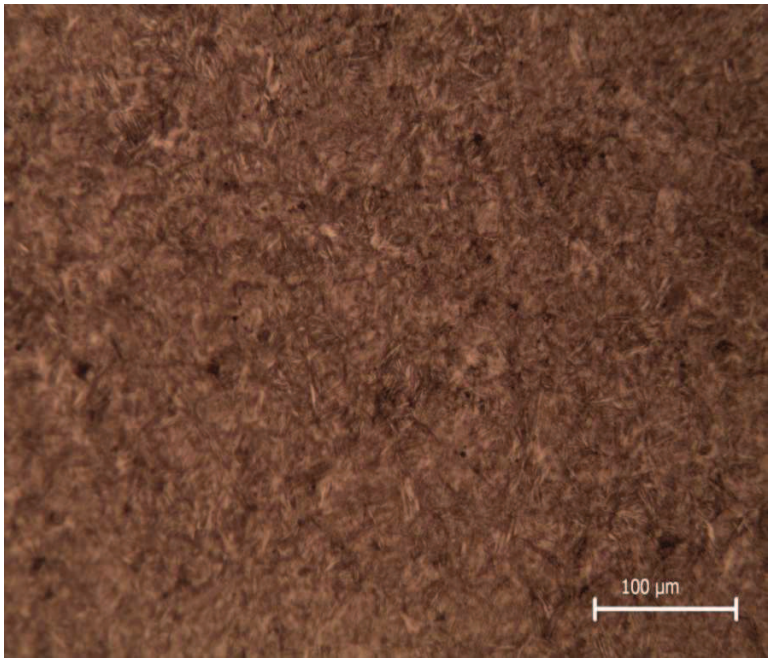
5.1 – Caracterização Microestrutural

5.1.1 – Caracterização microestrutural dos corpos de prova de tração

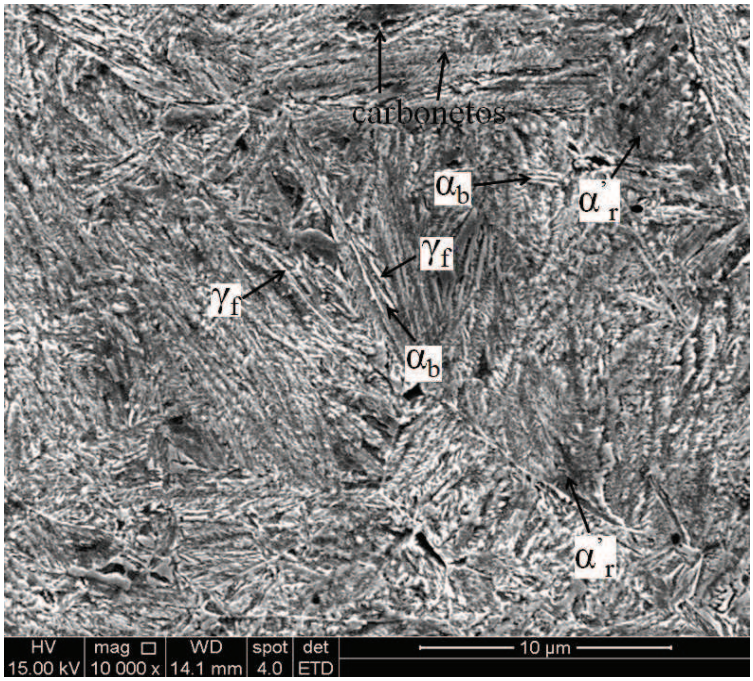
As figuras 5.1, 5.2 e 5.3 ilustram a microestrutura dos corpos de prova de tração tratados isotermicamente a 200, 220 e 270°C, respectivamente com tempos extremos de tratamentos de 0,5 e 48 h e posteriormente submetidas ao tratamento térmico de revenimento a 400°C por 1 h. A microestrutura foi caracterizada por microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

A figura 5.1 exibe a microestrutura das amostras tratadas isotermicamente para temperatura mais baixa (200°C). Embora a teoria da transformação bainítica [41, 42] prevê um aumento da fração volumétrica de bainita com a diminuição da temperatura de transformação, esta hipótese não se aplicou ao presente estudo, uma vez que todas as temperaturas de transformação foram abaixo de M_i. Com isso, observa-se uma microestrutura multiconstituída (Fig. 5.1(a-d)), com a presença de martensita revenida, feixes de bainita e austenita retida, na forma de filmes. Devido à baixa temperatura de transformação isotérmica (200°C), uma grande quantidade de martensita foi formada no resfriamento inicial ($V_{\alpha'} \approx 57{,}5\%$) conforme a equação de Koistinen e Marbuger [68]. Para essa temperatura de transformação foi impossível observar a decomposição dos blocos de austenita retida em função da temperatura de revenimento. Isso porque este constituinte se apresenta em menor quantidade. Na figura 5.1(b, d) nota-se também a presença de carbonetos devido ao revenimento da martensita e a decomposição da austenita retida. Nota-se que a decomposição da austenita retida é o principal constituinte responsável pela formação de carbonetos, conforme a figura 5.1b. Embora a transformação bainítica seja um processo que demanda tempo [26], não foi observada nenhuma diferença microestrutural para as amostras tratadas a 200ºC por 0,5 e 48 h, conforme as figuras 5.1(b) e 5.1(d). O mesmo será observado para as amostras tratadas

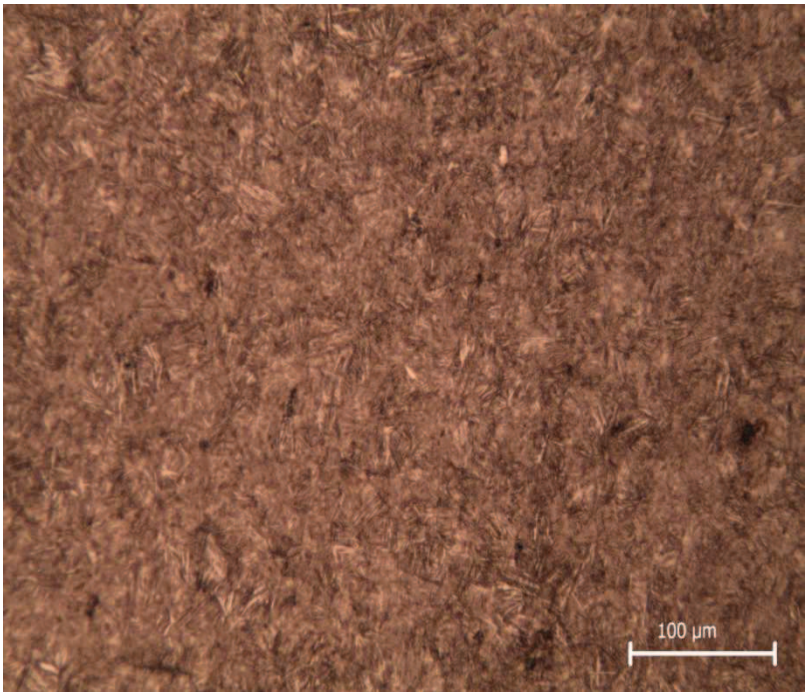
nas temperaturas de 220 e 270ºC, figuras 5.2 e 5.3, respectivamente. Dessa forma, para as amostras tratadas em tempos de 0,5 e 48 h para uma mesma temperatura de tratamento poucas serão as variações das propriedades mecânicas, conforme será apresentado na seção 5.3.



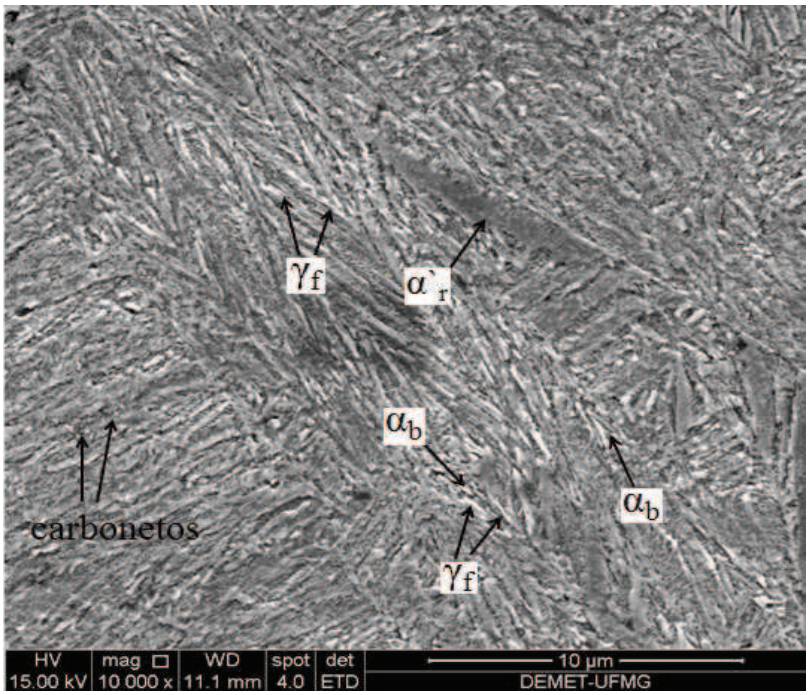
(a) tratada isotermicamente a 200°C/0,5 h e revenida 400ºC/1 h



(b) tratada isotermicamente a 200°C/0,5 h e revenida 400ºC/1 h



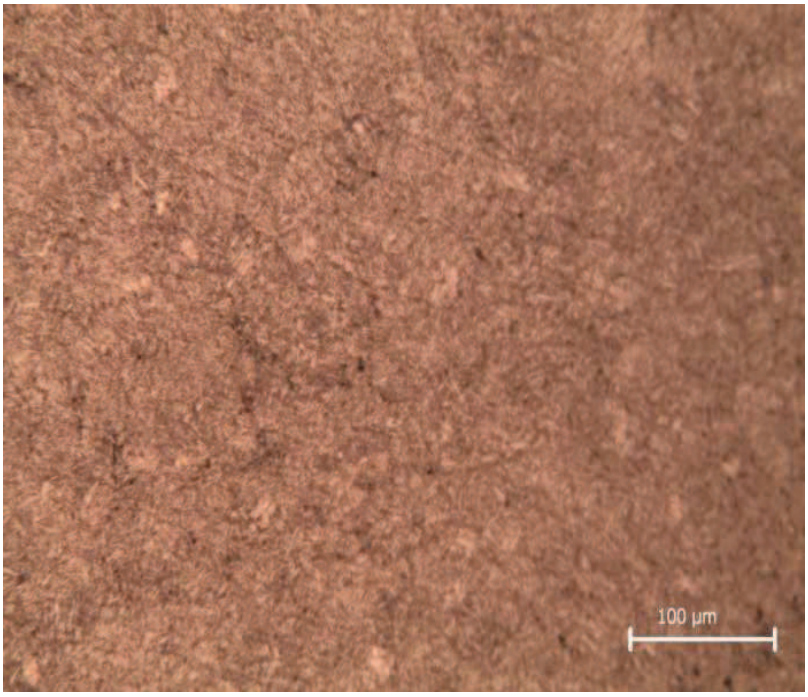
(c) tratada isotermicamente a 200°C/48 h e revenida 400ºC/1 h



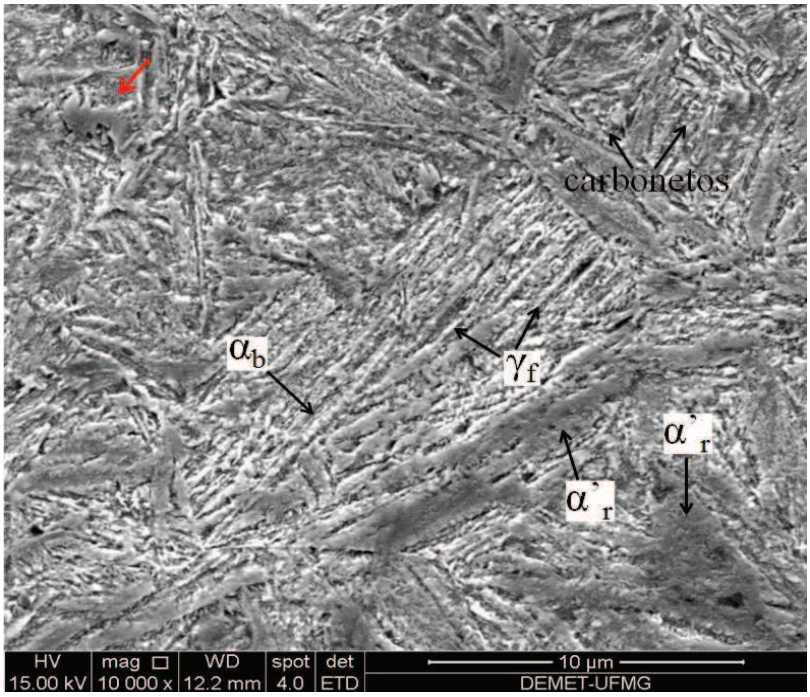
(d) tratada isotermicamente a 200°C/48 h e revenida 400ºC/1 h

Figura 5.1 – MO e MEV das amostras revenidas (400°C/1h) após tratamento isotérmico a 200°C em tempos extremos (a, b) 0,5 h; (c, d) 48 h: martensita revenida (α'_r), filmes de austenita retida (γ_f).

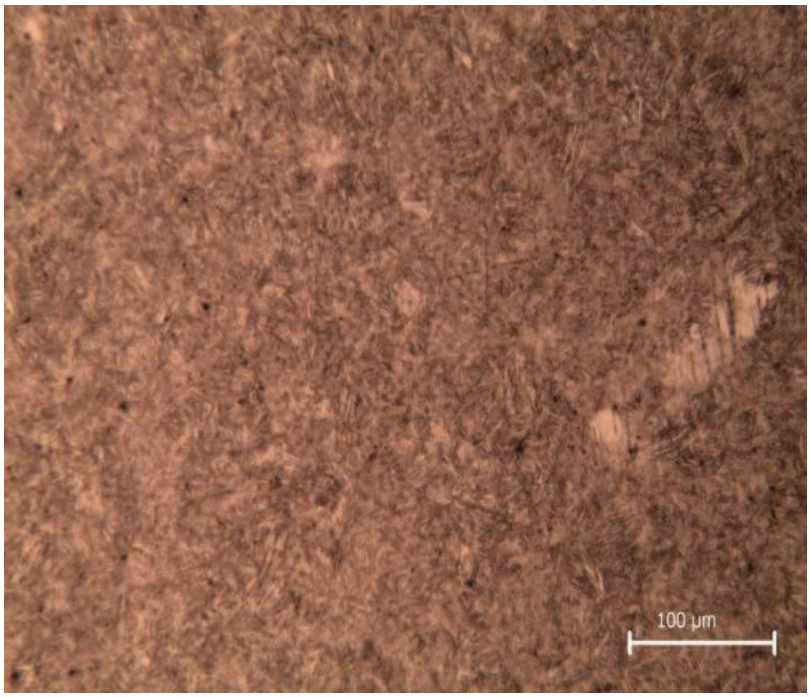
Já para as amostras tratadas isotermicamente a 220°C pode-se observar, pelas imagens de MEV, a decomposição de alguns blocos de austenita retida (seta vermelha) e a presença dos demais constituintes. A decomposição da austenita retida ocorre primeiramente nos blocos (γ_b), isso porque os filmes de austenita retida (γ_f) são mais estáveis termicamente em função de sua maior concentração em carbono, em relação aos blocos [21, 58]. Uma maior quantidade de bainita e austenita retida pode ser observada em função da menor fração volumétrica de martensita ($V_{\alpha'} \approx 47{,}1\%$), devido ao aumento da temperatura de tratamento isotérmico.



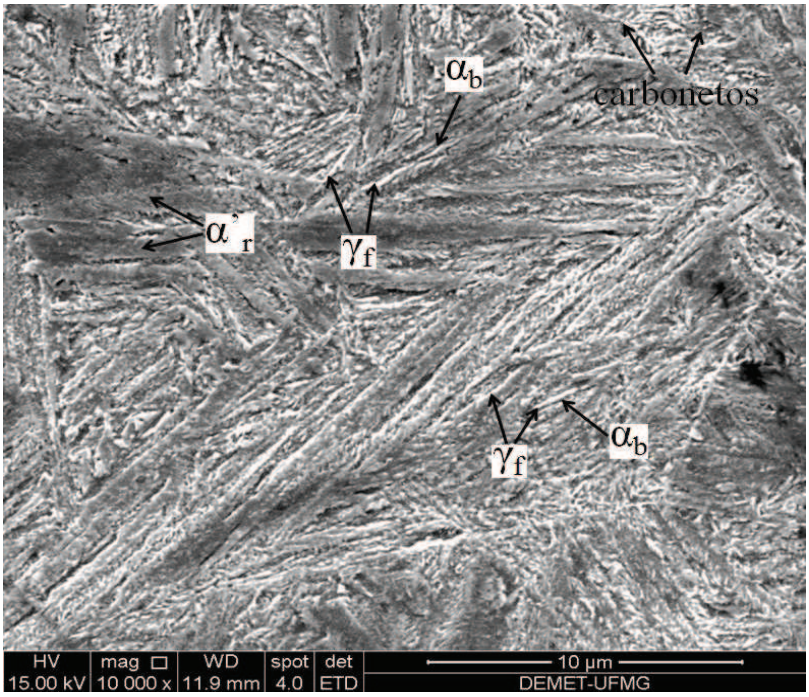
(a) tratada isotermicamente a 220°C/0,5 h e revenida 400ºC/1 h



(b) tratada isotermicamente a 220°C/0,5 h e revenida 400ºC/1 h



(c) tratada isotermicamente a 220°C/48 h e revenida 400ºC/1 h



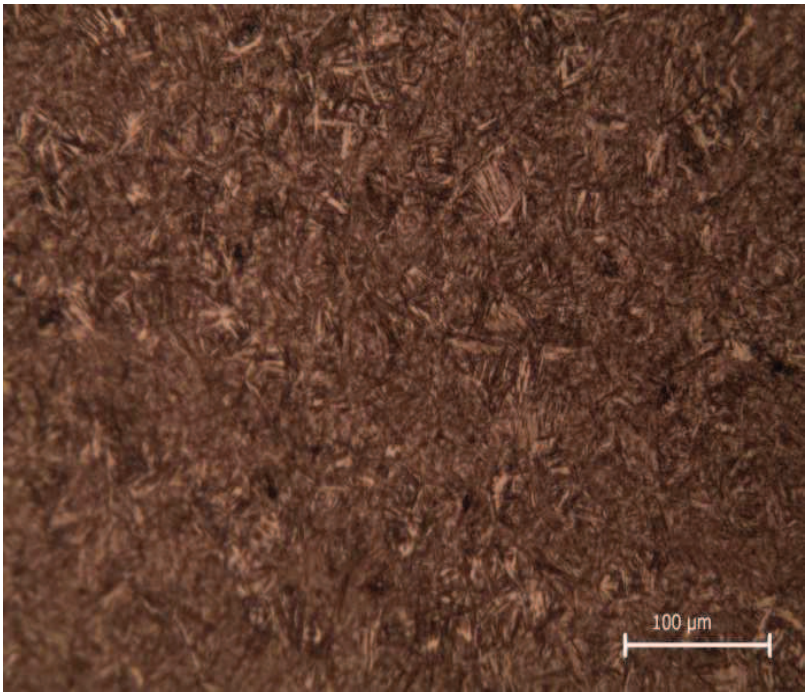
(d) tratada isotermicamente a 220°C/48 h e revenida 400ºC/1 h

Figura 5.2 – MO e MEV das amostras revenidas (400°C/1h) após tratamento isotérmico a 220°C em tempos extremos (a, b) 0,5 h; (c, d) 48 h: martensita revenida (α'_r), filmes de austenita retida (γ_f), ferrita bainítica (α_b).

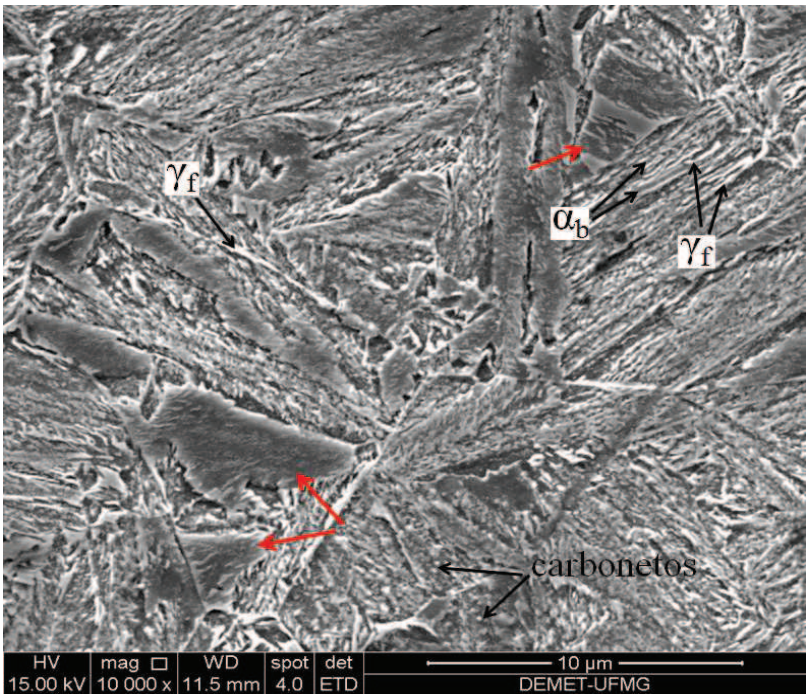
A figura 5.3 apresenta a microestrutura das amostras tratadas a 270°C. Esta série corresponde à maior temperatura escolhida deste trabalho. Após a austenitização, o tratamento isotérmico ocorre um pouco abaixo de M_i (278°C), com isso, menor é a quantidade inicial de martensita formada ($V_{\alpha'} \approx 8{,}4\%$), comparada com as outras duas temperaturas escolhidas. Logo, maior é a quantidade de austenita residual para se decompor em bainita de acordo com o tempo de tratamento. Placas de ferrita bainítica formadas entre filmes longos de austenita retida podem ser observadas em toda a extensão das amostras, para todos os tempos de tratamento isotérmico. A decomposição dos blocos de austenita retida (setas vermelhas) é mostrada de maneira nítida nas imagens de MEV.

A decomposição da austenita retida foi observada também por Podder e Bhadeshia [72]. Esses autores constataram a precipitação de cementita a partir da austenita retida quando esta foi revenida a 450°C, com tempo de tratamento menor que 1 h. Esta precipitação

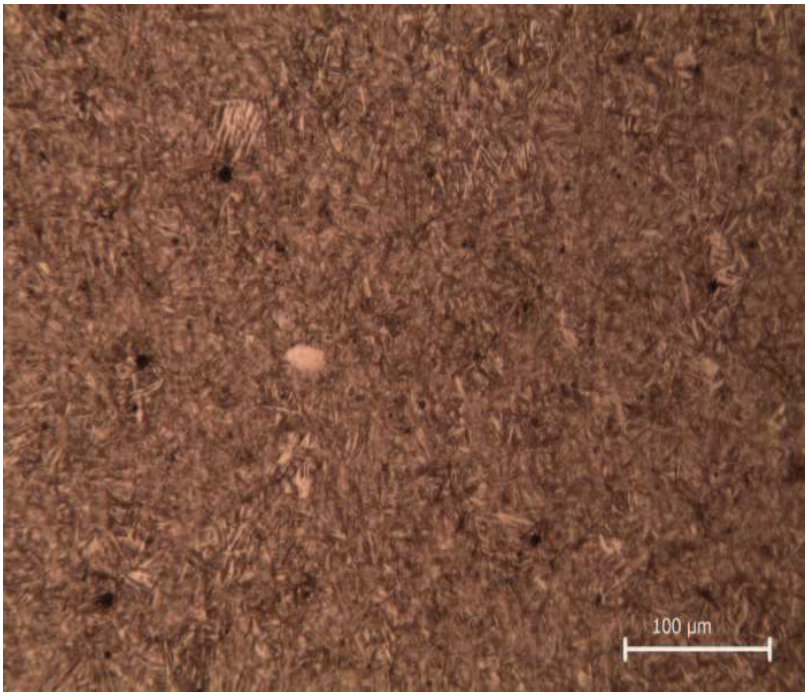
conduziu a uma diminuição do conteúdo de carbono na austenita retida e uma martensita não revenida foi formada no resfriamento final.



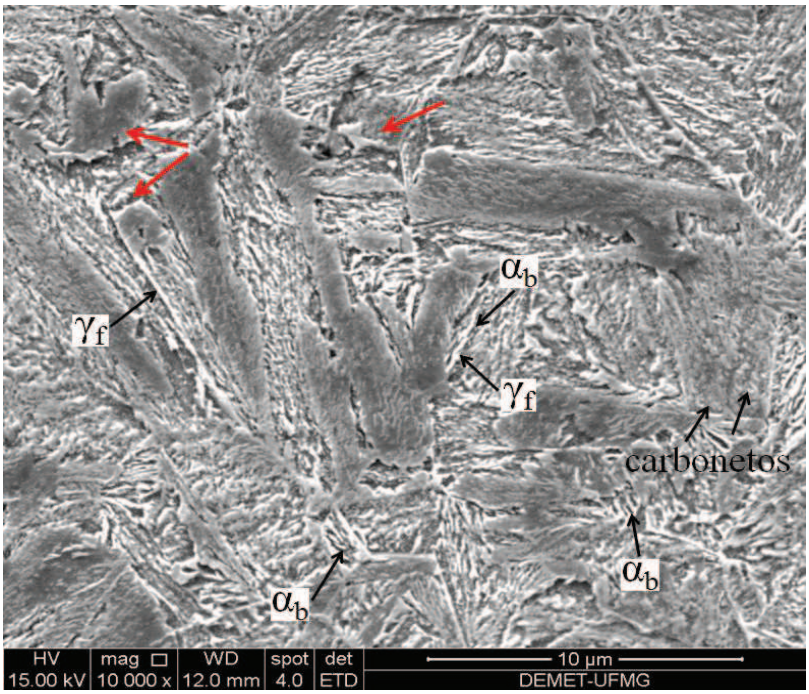
(a) tratada isotermicamente a 270°C/0,5 h e revenida 400ºC/1 h



(b) tratada isotermicamente a 270°C/0,5 h e revenida 400ºC/1 h



(c) tratada isotermicamente a 270°C/48 h e revenida 400ºC/1 h



(d) tratada isotermicamente a 270°C/48 h e revenida 400ºC/1 h

Figura 5.3 – MO e MEV das amostras revenidas (400°C/1h) após tratamento isotérmico a 270°C em tempos extremos (a, b) 0,5 h; (c, d) 48 h: martensita revenida (α'_r), filmes de austenita retida (γ_f), ferrita bainítica (α_b).

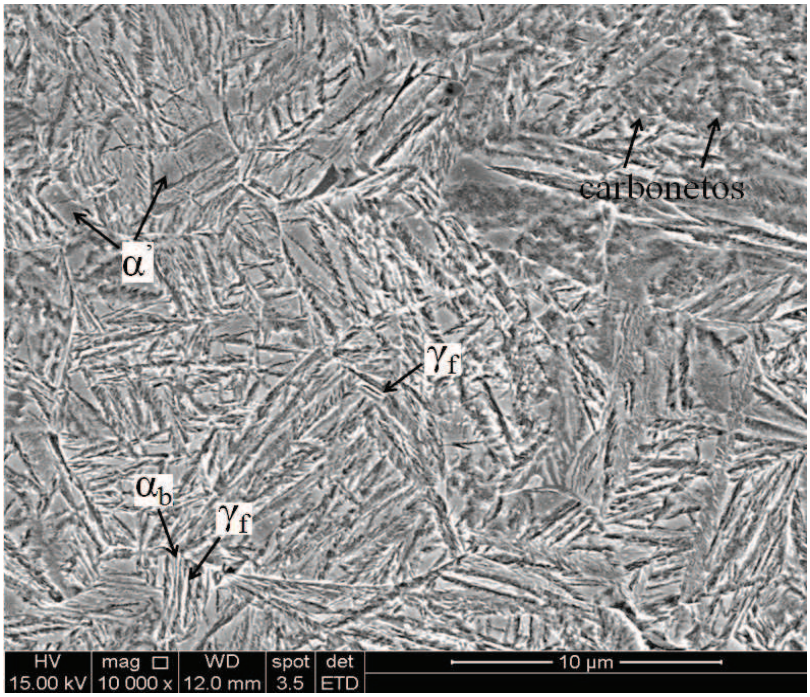
5.1.2 – Caracterização microestrutural dos corpos de prova de impacto

As figuras 5.4, 5.5 e 5.6 ilustram a microestrutura dos corpos de prova de impacto tratados isotermicamente a 200, 220 e 270°C, respectivamente com tempos extremos de tratamentos de 0,5 e 48 h. Para efeito de comparação microestrutural outros corpos de prova foram tratados isotermicamente nas mesmas condições e posteriormente submetidos ao tratamento térmico de revenimento a 400°C por 1 h. A microestrutura foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

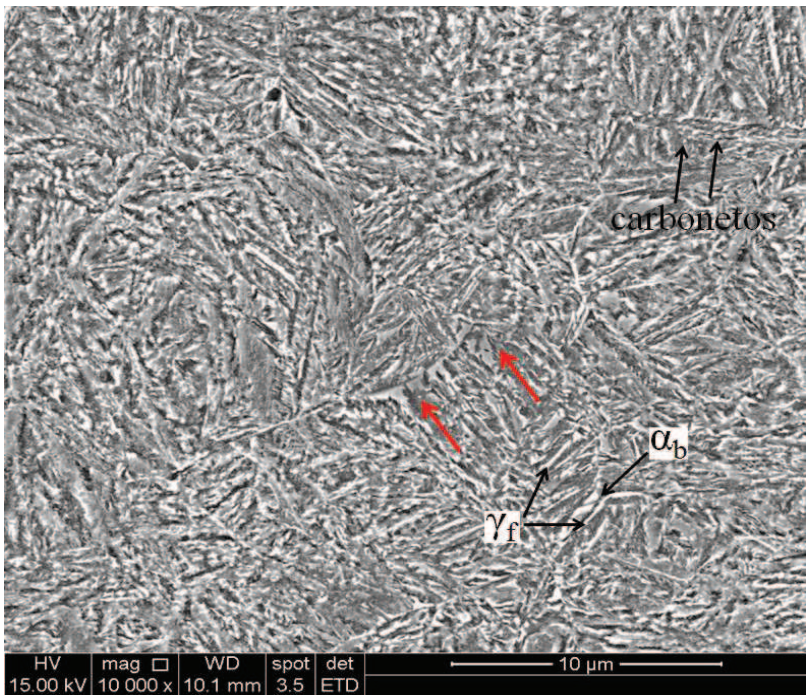
Observa-se uma microestrutura multiconstituída com a presença de martensita, ferrita bainítica e filmes de austenita retida para os corpos de prova de impacto tratados isotermicamente a 200°C por 0,5 e 48 h, figura 5.4(a, c). A figura 5.4(b) mostra a decomposição dos blocos de austenita retida devido ao revenimento. Na figura 5.4, além dos carbonetos presentes observa-se também na figura 5.4(d) a presença de perlita fina (região destacada) resultante de uma austenitização incompleta. A presença de partículas grosseiras e lamelas de cementita são sítios de nucleação de trincas, contribuindo para uma baixa energia absorvida no impacto do material [8, 73, 74]. Por outro lado, a ausência das partículas de cementita também contribui para uma melhor resistência à fadiga e ao desgaste [75].

Para os corpos de prova de impacto tratados isotermicamente a 220°C por 0,5 e 48 h (Fig. 5.5), observa-se também uma microestrutura multiconstituída com a presença de martensita, ferrita bainítica, filmes e blocos de austenita retida e de carbonetos. Foi observada também a presença de uma ilha de perlita fina (região destacada) na figura 5.5(b), resultante da austenitização incompleta.

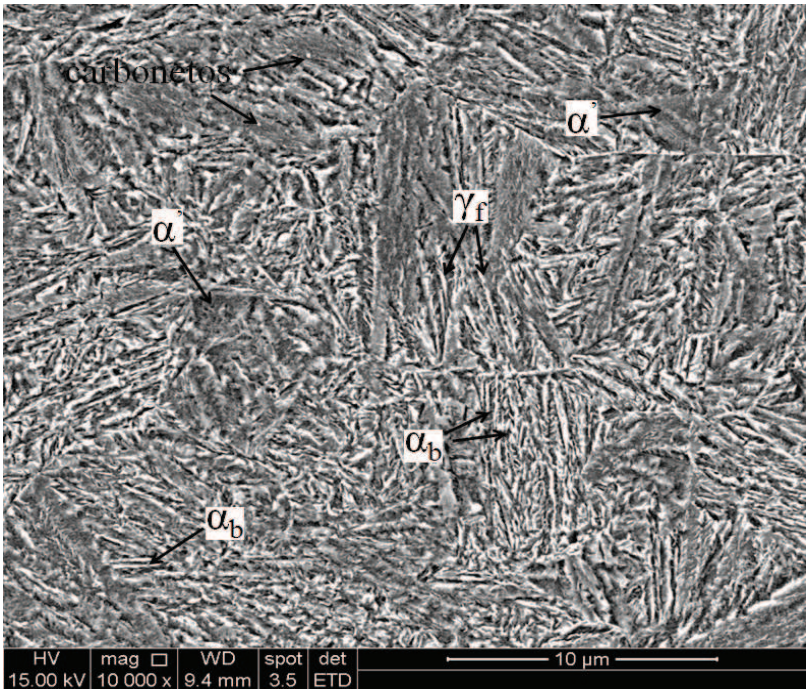
Os corpos de prova de impacto tratados isotermicamente a 220°C apresentam uma maior fração volumétrica de austenita retida comparados aos tratados isotermicamente 200°C, isso porque menor é a fração volumétrica de martensita formada no resfriamento inicial. Como se trata de uma fase dúctil é esperado que o aumento da fração volumétrica de austenita retida irá contribuir para uma maior energia absorvida. Os resultados da energia absorvida no impacto serão exibidos na seção a seguir.



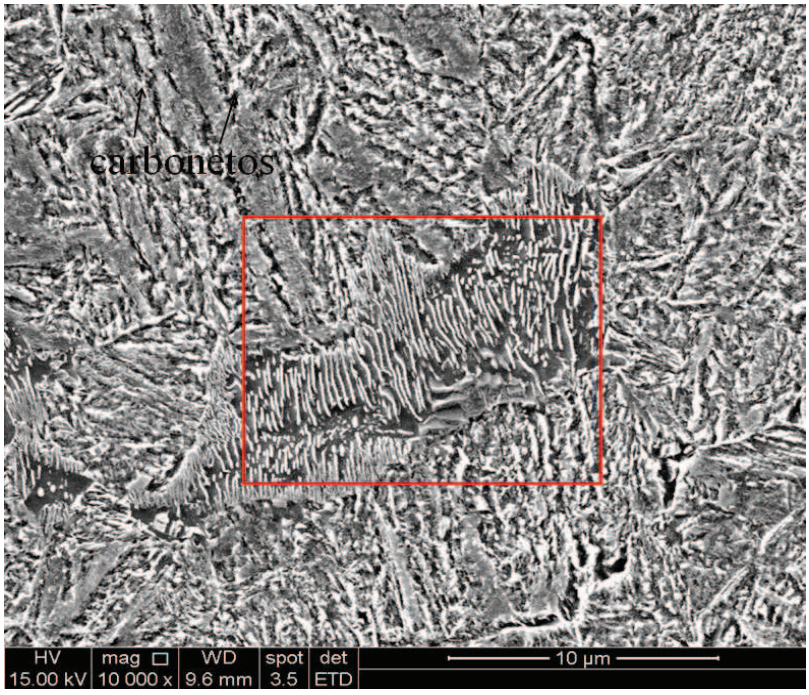
(a) tratada isotermicamente a 200°C/0,5 h



(b) tratada isotermicamente a 200°C/0,5 h e revenida 400ºC/1 h

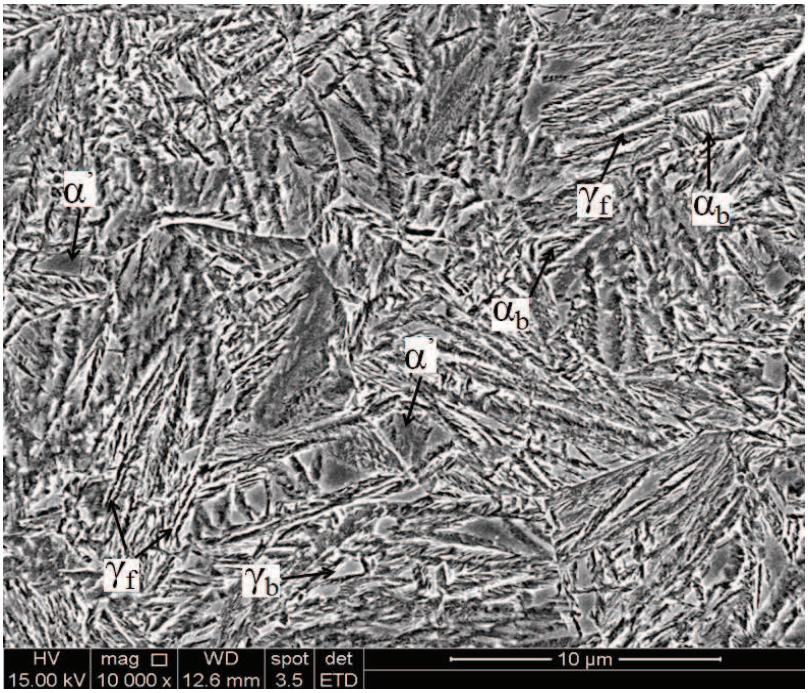


(c) tratada isotermicamente a 200°C/48 h

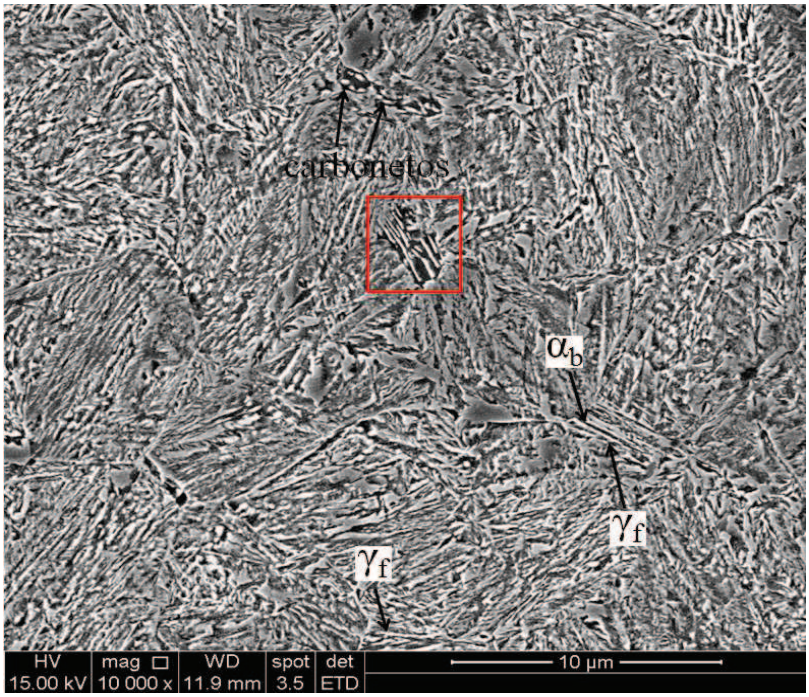


(d) tratada isotermicamente a 200°C/48 h e revenida 400ºC/1 h

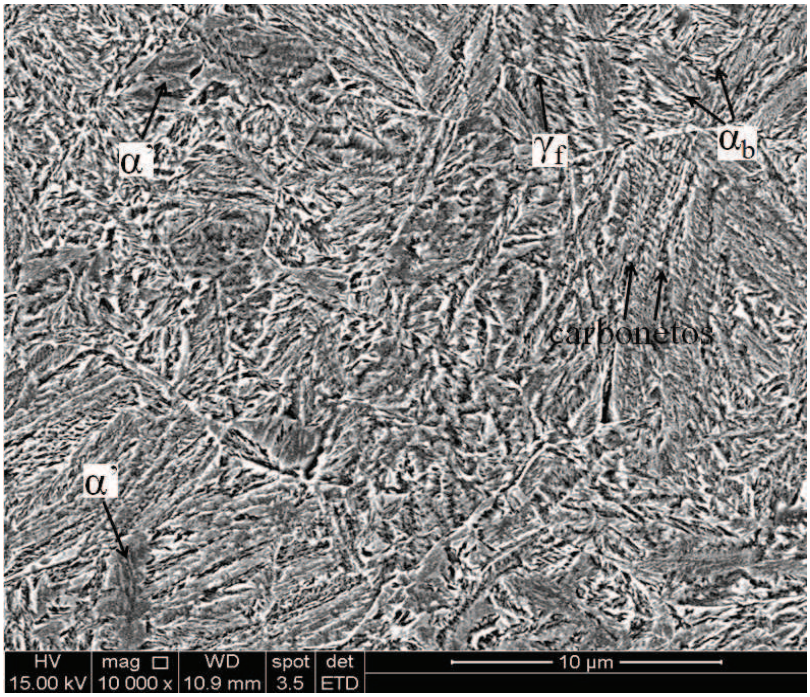
Figura 5.4 – MEV das amostras tratadas isotermicamente a 200°C em tempos extremos (a) 0,5 h; (c) 48 h e posteriormente revenidas (b) 0,5 h; (d) 48 h: martensita (α'), filmes de austenita retida (γ_f), ferrita bainítica (α_b).



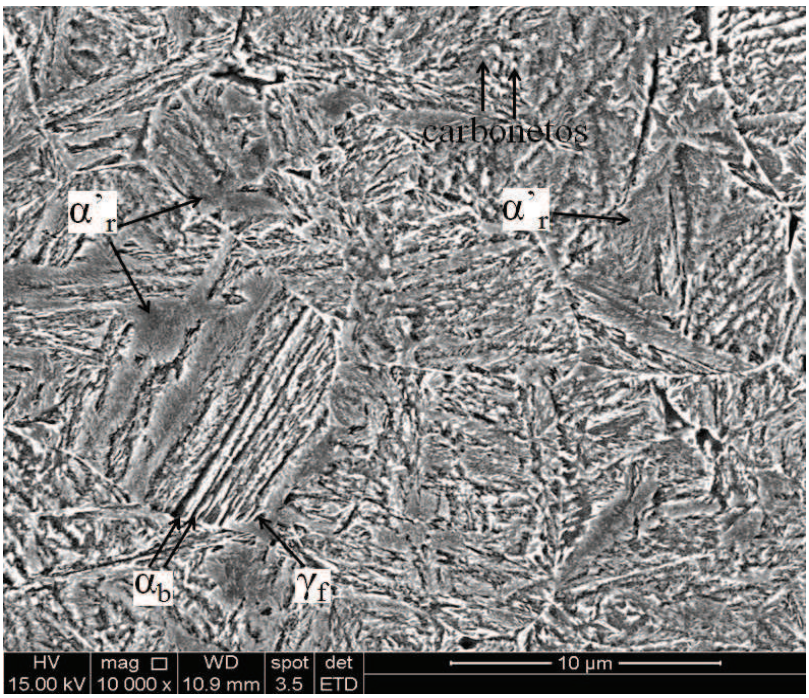
(a) tratada isotermicamente a 220°C/0,5 h



(b) tratada isotermicamente a 220°C/0,5 h e revenida 400ºC/1 h



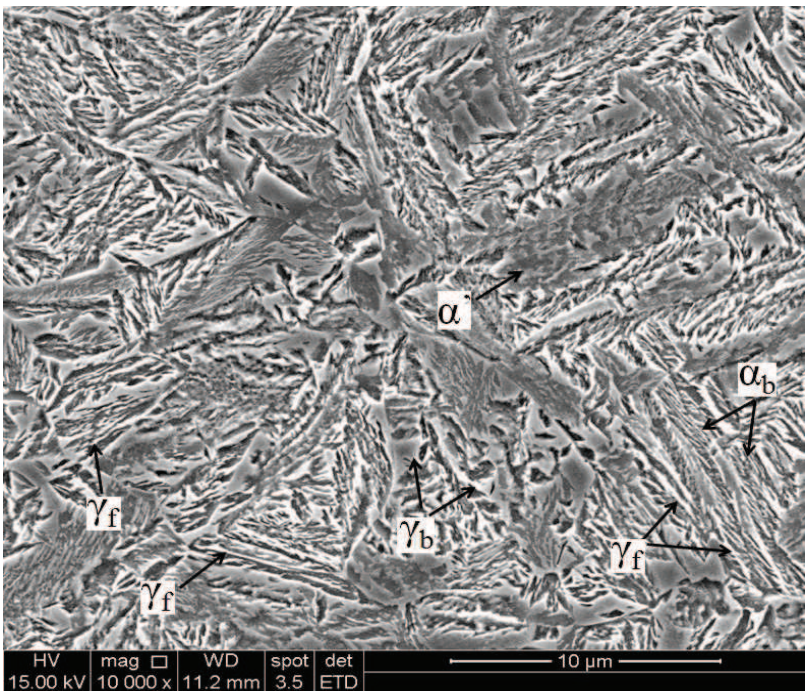
(c) tratada isotermicamente a 220°C/48 h



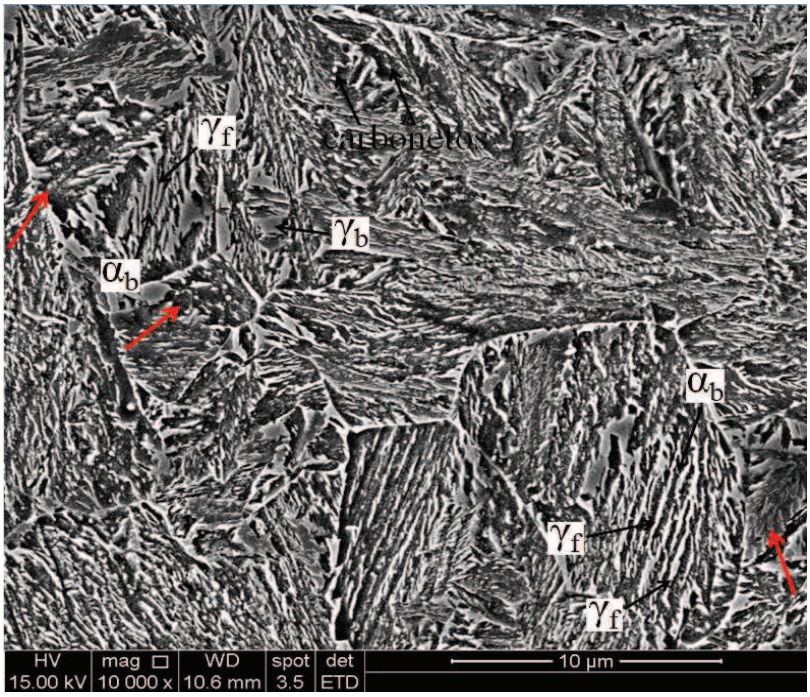
(d) tratada isotermicamente a 220°C/48 h e revenida 400ºC/1 h

Figura 5.5 – MEV das amostras tratadas isotermicamente a 220°C em tempos extremos (a) 0,5 h; (c) 48 h e posteriormente revenidas (b) 0,5 h; (d) 48 h: martensita revenida (α'_r), filmes de austenita retida (γ_f), ferrita bainítica (α_b).

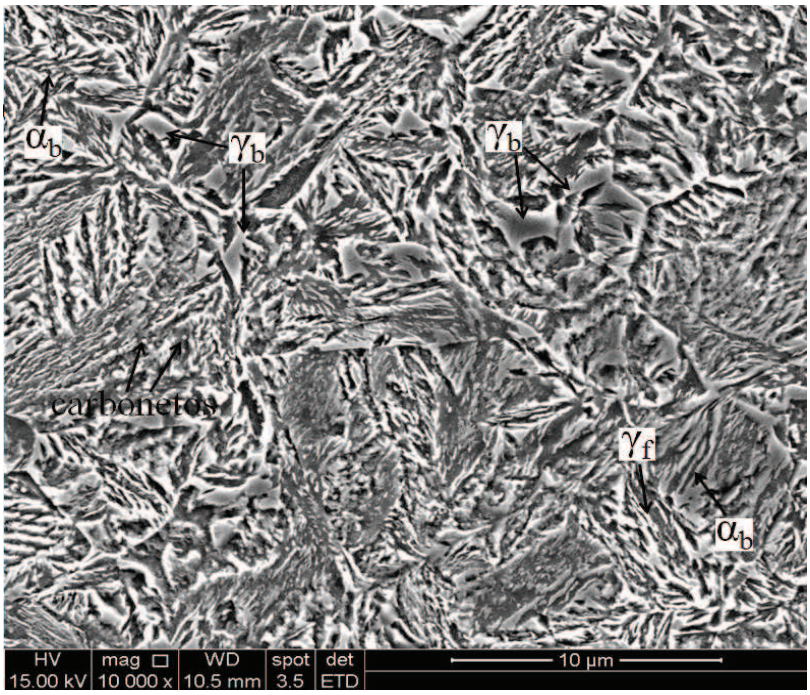
Para os corpos de prova de impacto tratados isotermicamente a 270°C por 0,5 e 48 h (Fig. 5.6), observa-se também uma microestrutura multiconstituída com a presença de martensita, ferrita bainítica, filmes e blocos de austenita retida e a presença de carbonetos. Nota-se uma maior fração volumétrica de austenita retida principalmente na forma de blocos (Fig. 5.6(a, c)) comparadas às figuras 5.5(a, c) e 5.4(a, c). Conforme explicado anteriormente os blocos de austenita retida apresentam uma menor estabilidade mecânica em relação aos filmes devido a um menor teor de carbono. Esta menor estabilidade mecânica leva a uma menor energia absorvida de impacto, uma vez que esta forma de austenita retida se transforma em uma martensita não revenida e frágil sob a influência de uma pequena tensão aplicada, fragilizando-se assim o aço [42, 44, 76].



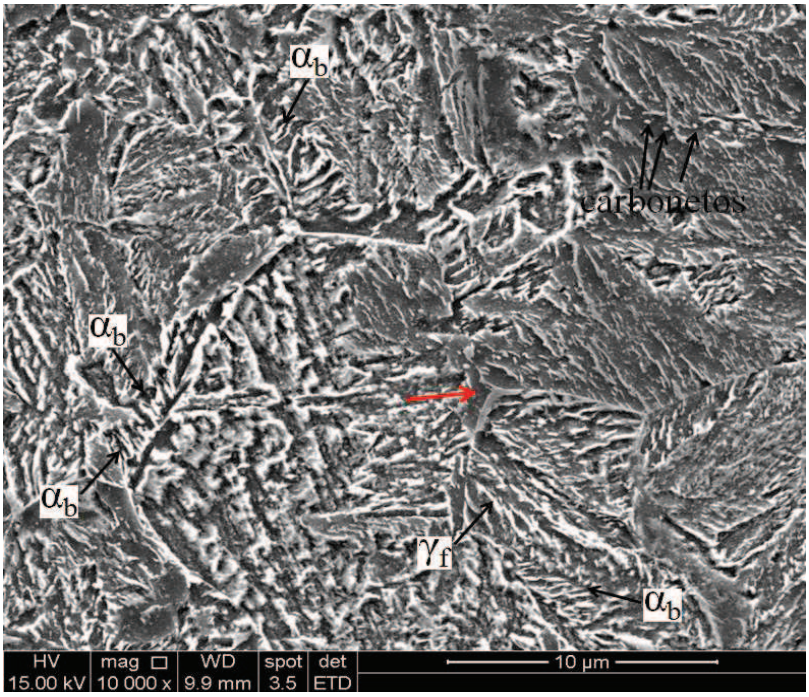
(a) tratada isotermicamente a 270°C/0,5 h



(b) tratada isotermicamente a 270°C/0,5 h e revenida 400ºC/1 h



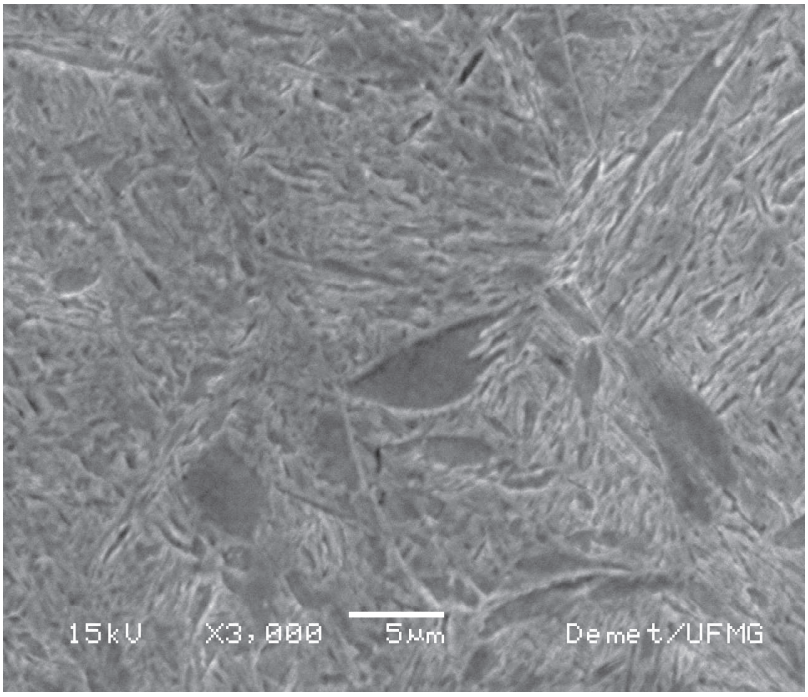
(c) tratada isotermicamente a 270°C/48 h



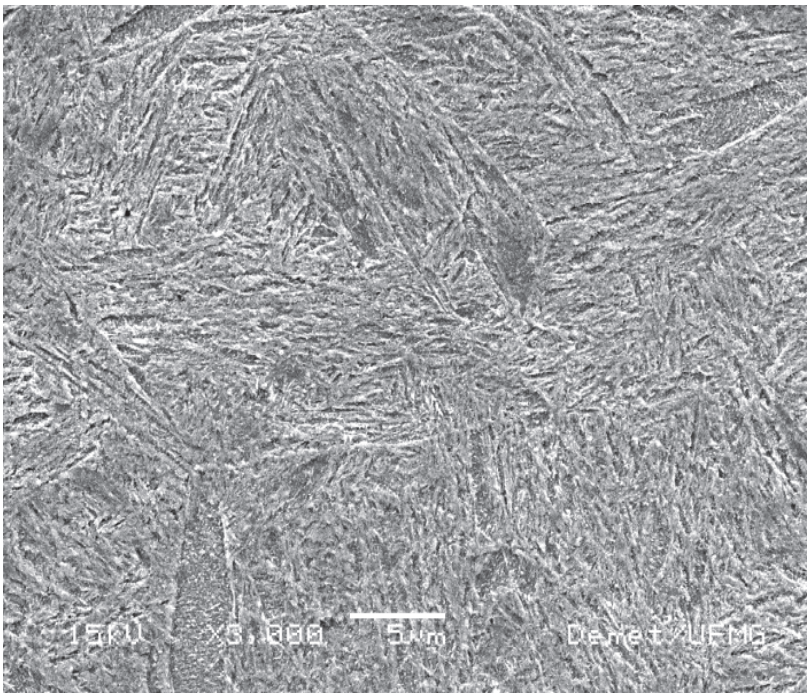
(d) tratada isotermicamente a 270°C/48 h e revenida 400ºC/1 h

Figura 5.6 – MEV das amostras tratadas isotermicamente a 270°C em tempos extremos (a) 0,5 h; (c) 48 h e posteriormente revenidas (b) 0,5 h; (d) 48 h: martensita (α'), filmes de austenita retida (γ_f), ferrita bainítica (α_b).

A figura 5.7 apresenta a microestrutura das amostras temperadas em água, após austenitização a 900°C, e temperada e revenida a 450°C por 1 h. Esta é uma das condições de tratamento térmico do aço utilizado industrialmente para a confecção de mola helicoidal. Na amostra revenida observa-se a grande presença de carbonetos.



(a) temperado em água (HV = 884)



(b) temperado em água e revenido a 450°C por 1 h (HV = 565)

Figura 5.7 – (a) Microestruturas das amostras do aço temperado em água; HV = 884; e (b) temperado e revenido a 450°C por 1 h; (HV = 565).

Como parte da caracterização microestrutural, a figura 5.8 apresenta os resultados de microdureza dos corpos de prova de impacto tratados isotermicamente com tempos extremos de tratamento 0,5 e 48 h e posteriormente revenidos a 400°C/1 h. Para efeito de comparação, foram utilizados os resultados de microdureza do aço aplicado industrialmente no estado temperado e revenido a 450°C/1 h. A partir desses resultados quatro aspectos importantes podem ser usados como parte da caracterização microestrutural.

Pode-se observar a pequena variação de microdureza sofrida pelas amostras tratadas isotermicamente em diferentes temperaturas, quando revenidas. É conhecido que a microdureza é utilizada para representar a resistência mecânica do material. Pode-se observar na figura 5.8 que as amostras tratadas isotermicamente em diferentes temperaturas apresentam uma menor queda de resistência mecânica quando revenidas, comparado ao aço martensítico.

De acordo com a literatura [77], aços bainíticos apresentam uma menor perda de resistência mecânica quando submetidos ao revenimento comparado aos aços martensíticos. Essa queda de resistência mecânica por parte dos aços martensíticos se deve à saída do carbono em solução sólida para a formação carbonetos nos estágios de revenimento. Diferentemente dos aços martensíticos, o fator principal responsável pela resistência mecânica dos aços bainíticos deve-se à espessura dos feixes de ferrita bainítica.

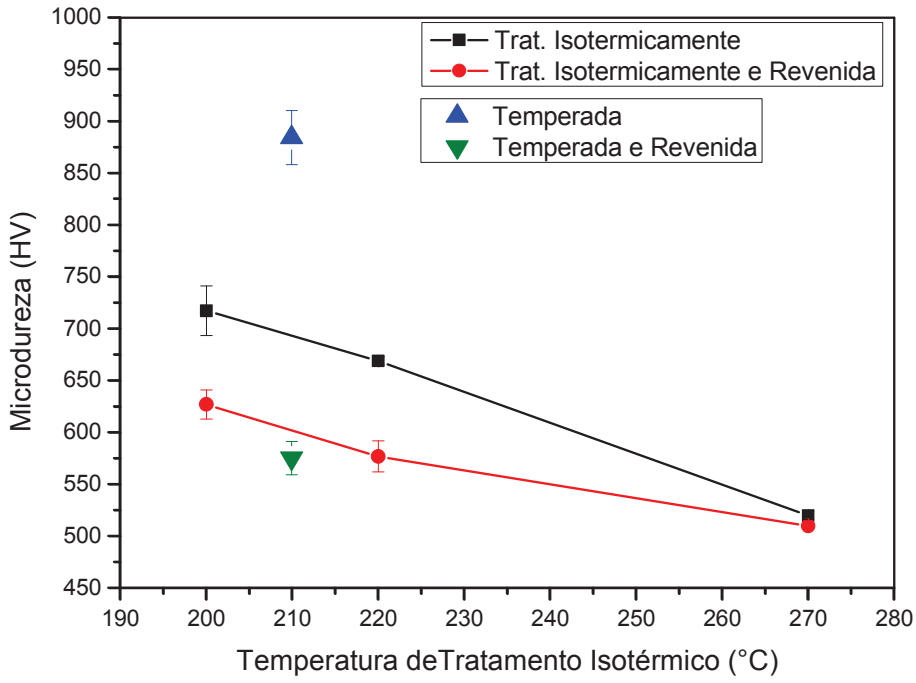
A variação da microdureza sofrida pelas amostras tratadas isotermicamente devido ao revenimento diminui continuamente com o aumento da temperatura de tratamento isotérmico. Isso porque maior é a fração volumétrica de bainita com o aumento da temperatura de tratamento isotérmico e consequentemente menor o efeito do revenimento sobre as propriedades mecânicas.

Conforme trabalhos anteriores [64-67] o terceiro aspecto importante é a evidência indireta da formação de bainita abaixo da temperatura de início de formação da martensita (M_i = 278°C), uma vez que no presente trabalho todas as temperaturas de tratamento isotérmico foram abaixo de M_i.

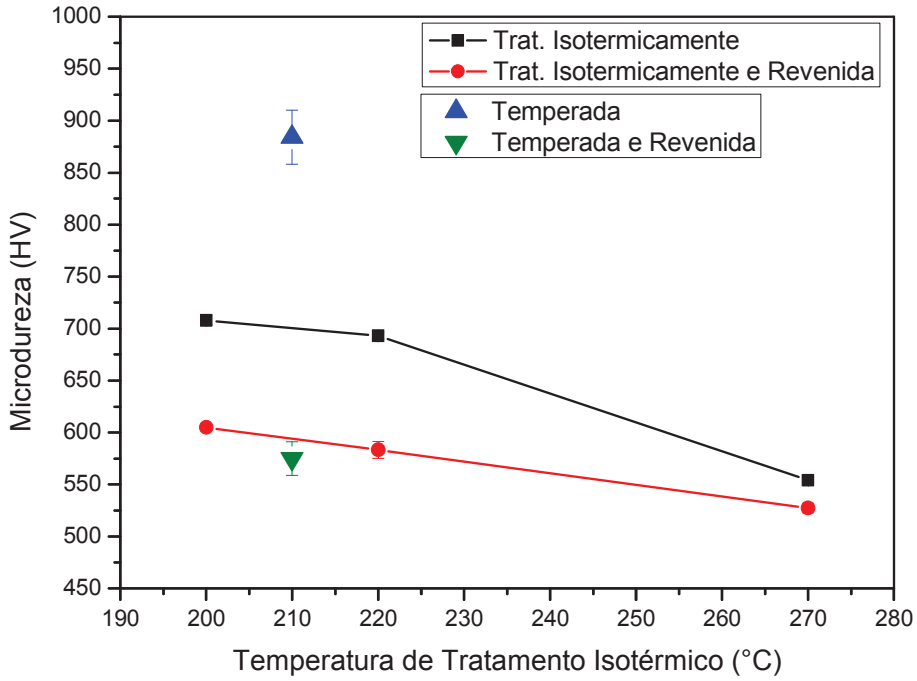
E por fim, de acordo com a figura 5.8 observa-se que os aços tratados isotermicamente a 200 e 220°C apresentam valores de microdureza superiores ao aço no estado temperado

e revenido. Considerando que o limite de resistência mecânica é aproximadamente igual a três vezes o valor de microdureza Vickers (3xHV) [78], observa-se que o presente aço multiconstituído com uma fração volumétrica máxima de bainita pode apresentar resistência mecânica superior ao mesmo aço temperado e revenido.

Conforme os resultados apresentados por Young [79], a presença de uma fração volumétrica de bainita em uma matriz de martensita sofre uma restrição mecânica à deformação devido aos feixes de martensita, elevando-se assim a resistência mecânica. Conforme observado por Young [79], esse aumento de resistência mecânica foi superior ao mesmo aço no estado temperado e revenido. O mesmo resultado foi encontrado por Tomita e Okabayashi [80-82] quando constataram que uma fração volumétrica máxima de bainita inferior (Vv = 20%) inserida em uma matriz de martensita, formada a partir da austenita residual rica em carbono, elevou a resistência mecânica do aço.



(a) amostras tratadas por 0,5 h

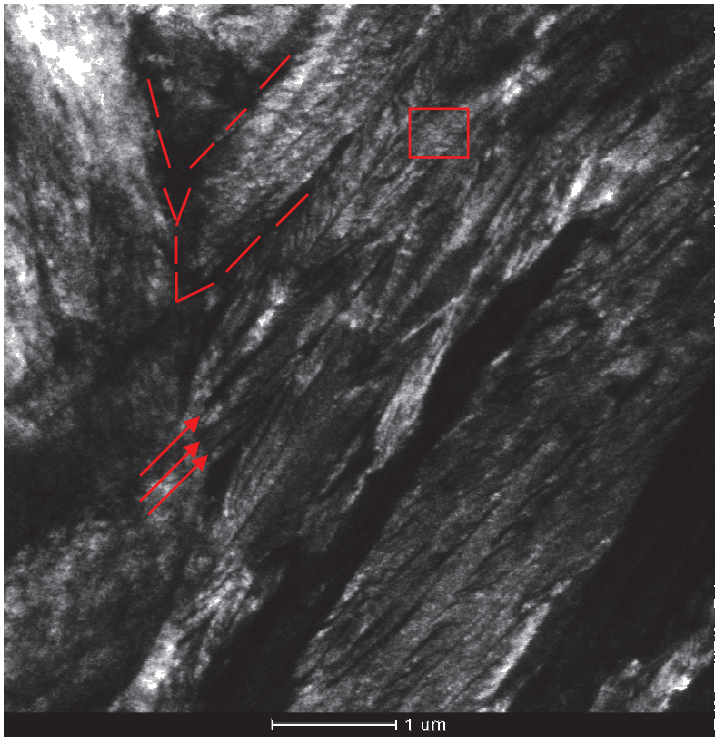


(b) amostras tratadas por 48 h

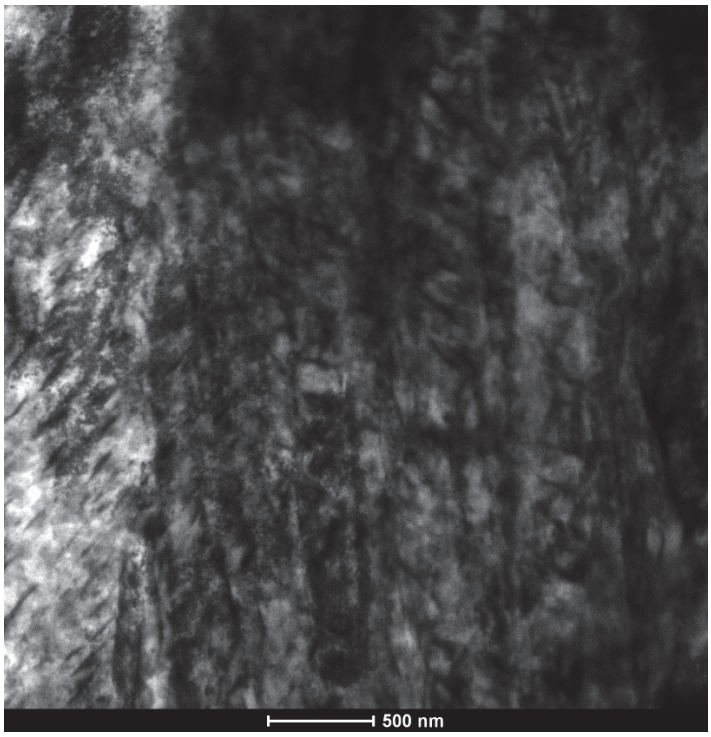
Figura 5.8 - Resultados de microdureza das amostras tratadas isotermicamente em diferentes temperaturas e tempos: (a) 0,5 h; (b) 48 h.

Examinando as imagens de microscopia eletrônica de transmissão (MET) foi possível observar a presença de bainita inferior em uma amostra tratada isotermicamente (200°C/0,5 h) e revenida (400°C/1 h) (Fig. 5.9(a)). Nota-se que o comprimento do feixe de bainita inferior é limitado pelo contorno de um feixe adjacente (linha tracejada). Deve-se mencionar também que a ponta do feixe de bainita inferior se divide em uma série de subunidades (setas vermelhas). Tal divisão ocorre a fim de reduzir a energia de deformação quando a ponta do feixe encontra um aumento na restrição ao seu crescimento [83].

A figura 5.9(b) ilustra a distribuição de carbonetos no interior da placa de bainita inferior, região destacada na figura 5.9(a). De acordo com Bhadeshia [83,84], os carbonetos usualmente se precipitam em uma única orientação cristalográfica, de tal modo que eles formam arranjos paralelos com aproximadamente 60° em relação ao eixo da placa.



(a) bainita inferior



(b) distribuição de carbonetos (região destacada da Fig.(5.9a))

Figura 5.9 – MET da amostra tratada isotermicamente a 200°C/0,5 h e revenida a 400°C/1 h; (a) bainita inferior; (b) distribuição dos carbonetos no interior das placas.

Já para a amostra tratada isotermicamente (270°C/0,5 h) e revenida (400°C/1 h) pode-se observar filmes de austenita retida intercalados com as placas de ferrita bainítica. Nota-se também a delimitação do feixe bainita pelos contornos de grão, figura 5.10.

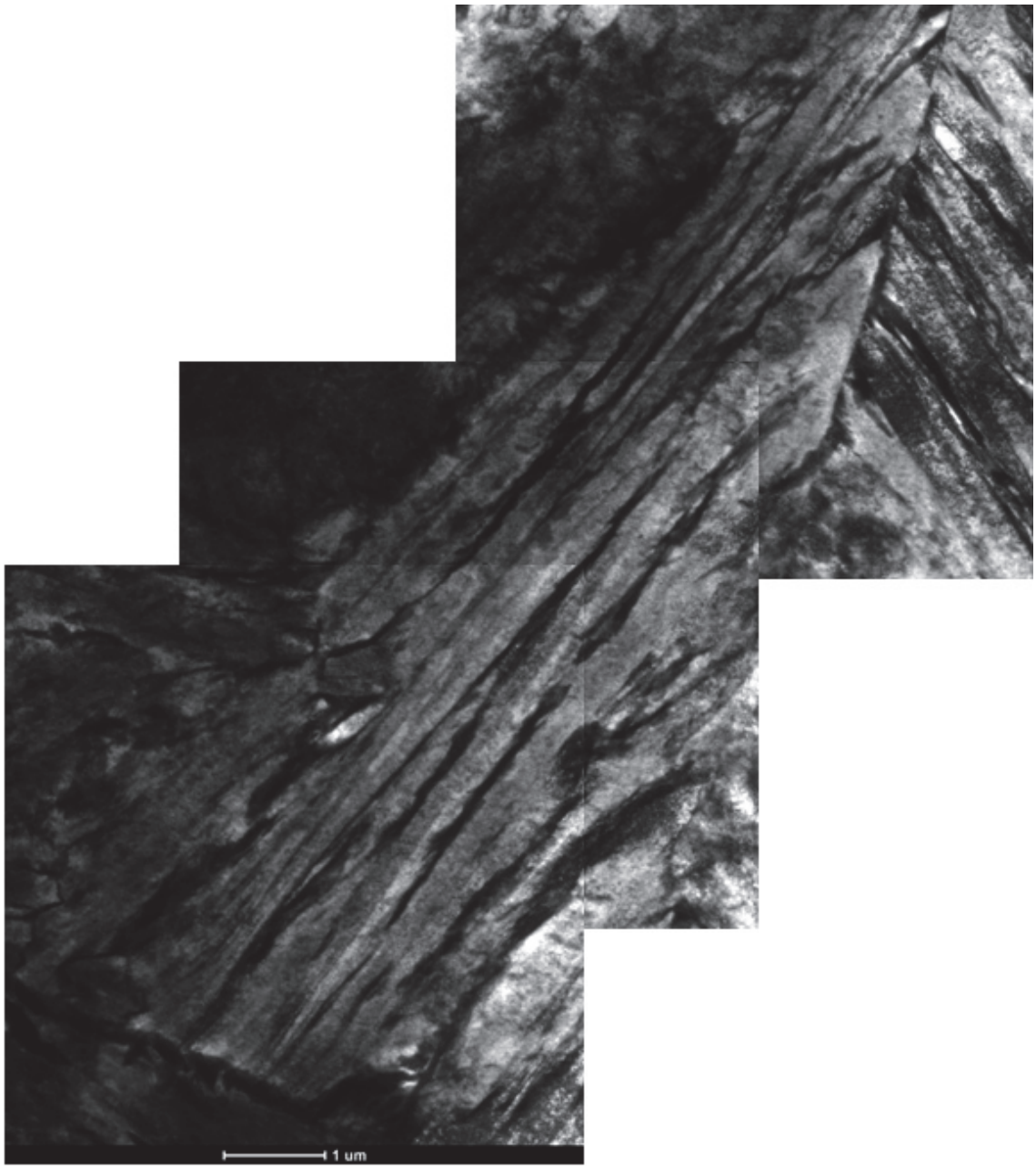


Figura 5.10 – MET da amostra tratada isotermicamente a 270°C/0,5 h e revenida a 400°C/1 h.

5.2 – Análises por Difração de Raios-X

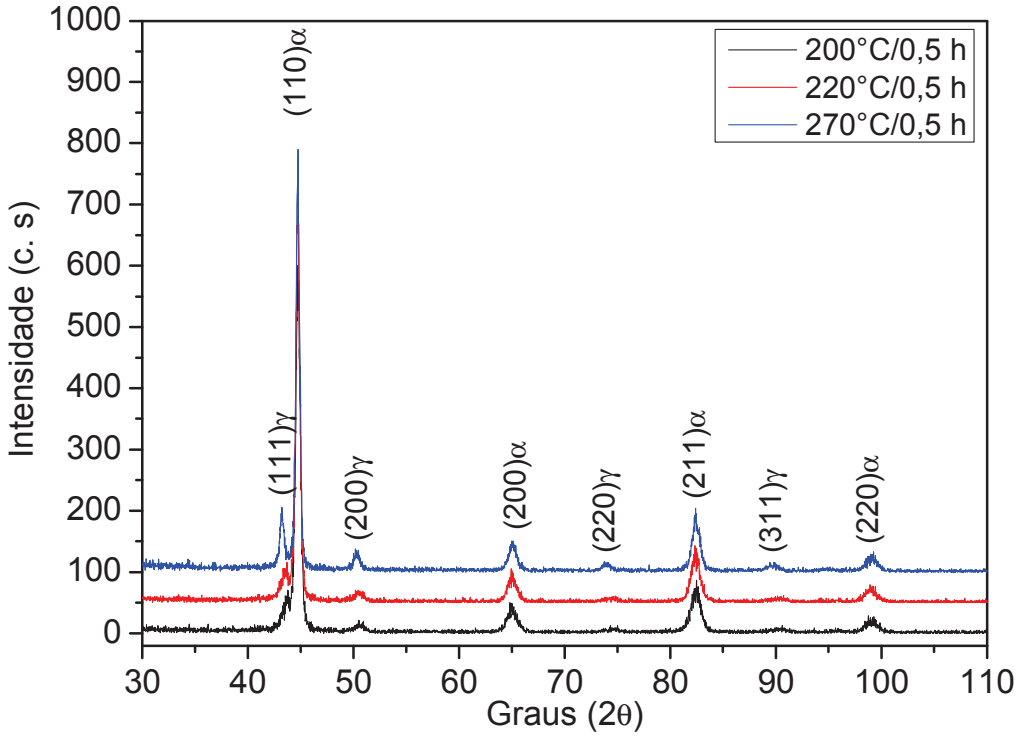
Análises por difração de raios-X foram usadas para calcular a fração volumétrica de austenita retida (γ_r) e o teor de carbono (C_γ) presente nas amostras antes e após o revenimento (400°C/1 h) para tempos de 0,5 e 48 h. Os resultados experimentais são apresentados na tabela V.1. Os cálculos foram realizados a partir dos difratogramas apresentados na figura 5.11.

Tabela V.1 – Fração volumétrica de austenita retida (γ_r) e teor de carbono (C_γ) para as condições de tratamento térmico em %peso

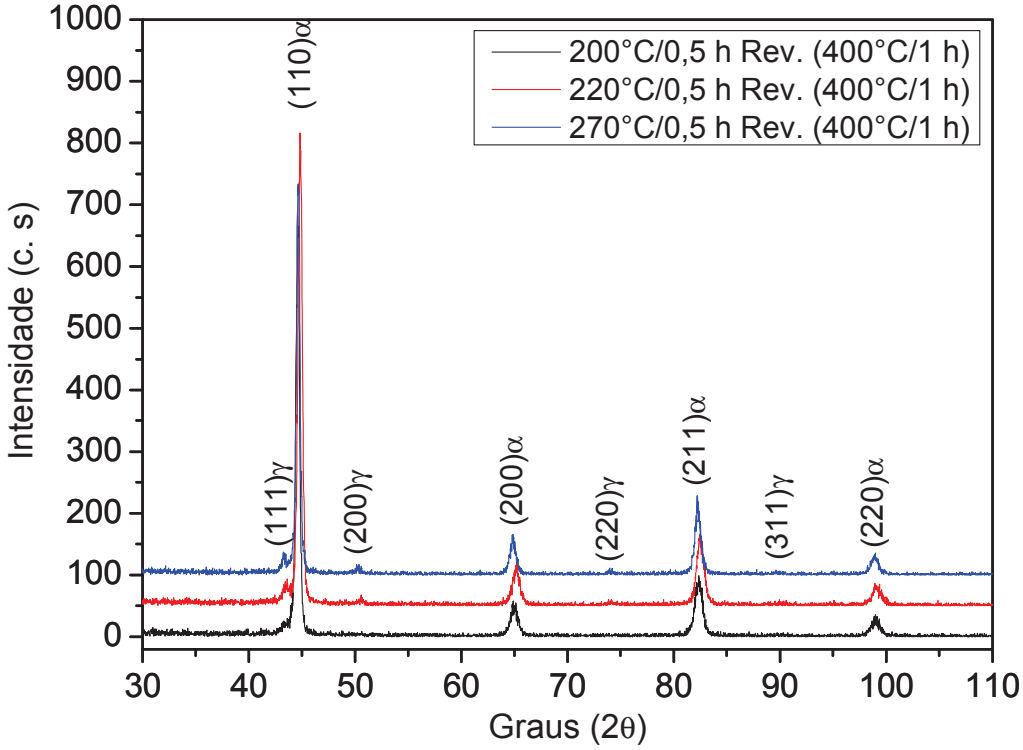
Temperatura (°C)		Tempo (h)			
		0,5	0,5 (400°C/1 h)	48	48 (400°C/1 h)
200	γ_r	13,4 ± 1,0	5,5 ± 0,8 *	8,2 ± 0,7	2,7 ± 0,2 *
	C_γ	1,30 ± 0,04	1,00 ± 0,05 *	1,00 ± 0,02	0,70 ± 0,03 *
220	γ_r	14,2 ± 0,09	5,9 ± 0,5 *	9,5 ± 0,6	4,4 ± 0,3 *
	C_γ	1,00 ± 0,05	1,60 ± 0,04 *	1,10 ± 0,05	1,40 ± 0,06 *
270	γ_r	18,4 ± 1,1	6,4 ± 0,8 *	15,2 ± 0,9	3,5 ± 0,1 *
	C_γ	1,70 ± 0,03	1,30 ± 0,02 *	1,60 ± 0,02	1,00 ± 0,01 *

* Valores incertos medidos devido à decomposição da austenita retida durante o revenimento.

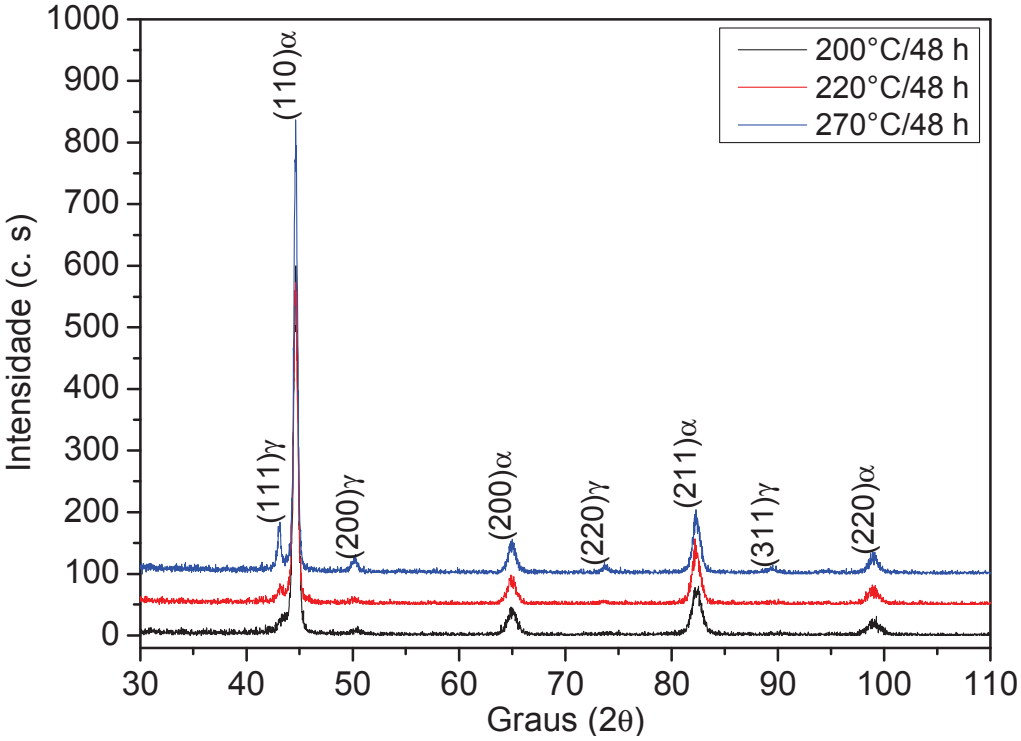
De acordo com figura 5.11(a, c) observa-se que as áreas dos picos que representam a fase austenita aumentam com o aumento da temperatura de tratamento isotérmico. Comparando as figuras 5.11(a) e 5.11(c) e os valores da Tab. V.1, nota-se o efeito do tempo de tratamento isotérmico na transformação bainítica. Pode-se observar que o aumento do tempo resultou em uma menor fração volumétrica de austenita retida. Isso está associado à continuidade de formação da bainita com o tempo de tratamento, conforme os resultados de trabalhos anteriores [85, 86]. Outro resultado importante é do efeito do revenimento na decomposição da austenita retida. Isso pode ser observado pela comparação das figuras 5.11(a) com 5.11(b) e 5.11(c) com 5.11(d).



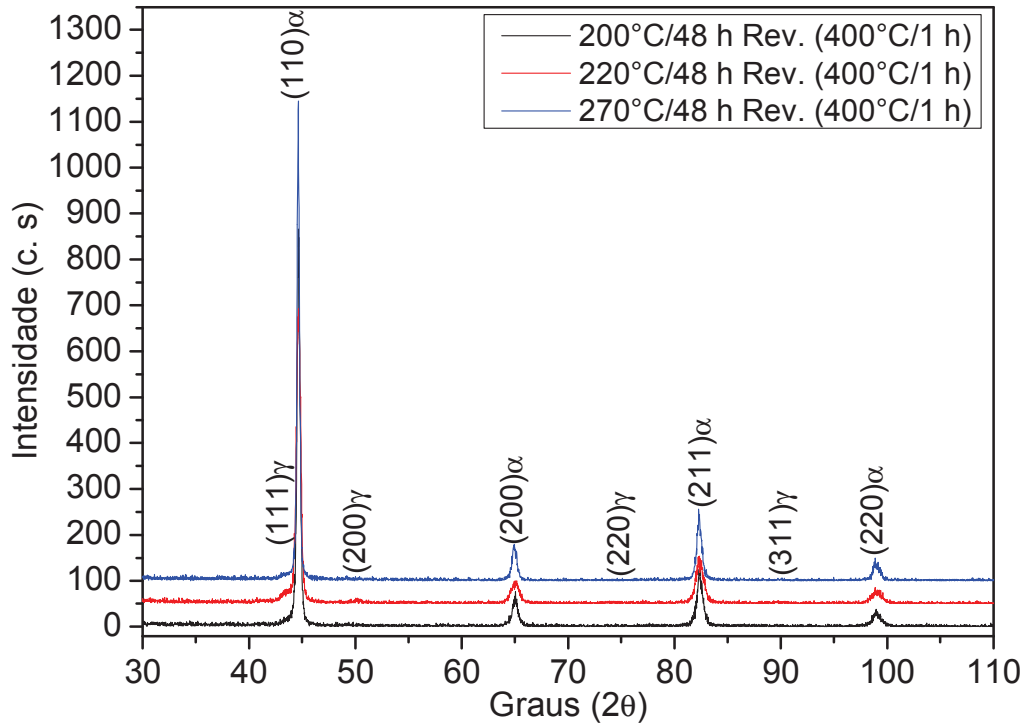
(a) amostras tratadas por 0,5 h



(b) amostras tratadas por 0,5 h e revenidas a 400ºC/1 h



(c) amostras tratadas por 48 h



(d) amostras tratadas por 48 h e revenidas a 400ºC/1 h

Figura 5.11 – Difratogramas de raios-X antes e após o revenimento para tempos extremos de tratamento isotérmico.

5.3 – Caracterização das propriedades mecânicas

5.3.1 – Corpos de prova de tração tratados isotermicamente a 200°C e revenidos a 400°C/1 h

Conforme descrito no capítulo 4, a temperatura de 200°C corresponde à menor das três temperaturas dos tratamentos isotérmicos realizados. Visto que elas atravessam M_i, quanto menor é a temperatura, maior é a quantidade de martensita formada no início do tratamento isotérmico ($V_{\alpha'} \approx 57{,}5\%$). Após os tratamentos isotérmicos, os corpos de provas foram revenidos a 400°C/1 h e submetidos a ensaios de tração. As figuras 5.12 e 5.13 a seguir mostram as curvas (σ x e) dos ensaios de tração e os expoentes de encruamento instantâneos (n_i) para as amostras tratadas isotermicamente a 200°C em diferentes tempos e revenidas a 400°C/1 h. Nota-se que para todos os tempos de tratamento isotérmico houve pouca variação nas propriedades mecânicas do ensaio de tração, o que está de acordo com os resultados encontrados na caracterização microestrutural devido a pouca diferença das microestruturas para os aços tratados a 0,5 e 48 h, descritos na seção 5.1. Em termos de aplicação desse aço, obviamente que tratamentos isotérmicos realizados por 0,5 h é o suficiente para obter as propriedades mecânicas de tração desejadas e apresentam um menor custo comparado ao aço tratado isotermicamente por 48h.

Conforme a figura 5.13, a evolução dos expoentes de encruamento instantâneo (n_i) em função da deformação verdadeira (ε) não apresentou um patamar que poderia ser atribuído ao efeito TRIP. Isso ocorre devido à baixa fração volumétrica de austenita retida (Tab. V.1) e à elevada resistência da matriz de martensita. De acordo com trabalhos anteriores [87-90] além da fração volumétrica de austenita retida, outros fatores contribuem para o efeito TRIP, como o teor de carbono da austenita retida, tamanho, forma do grão de austenita retida e outros constituintes presentes no contorno dos grãos da austenita retida, como a ferrita pro-eutetóide.

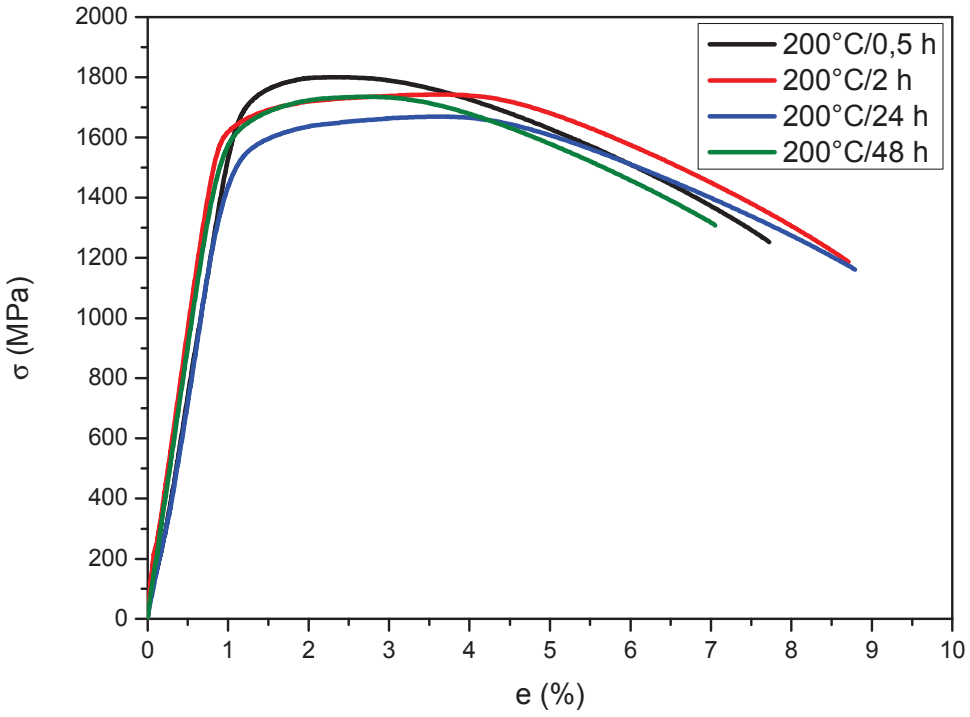


Figura 5.12 – Curvas tensão x deformação convencional dos ensaios de tração para as amostras após os tratamentos isotérmicos a 200°C e revenidas a 400°C/1 h.

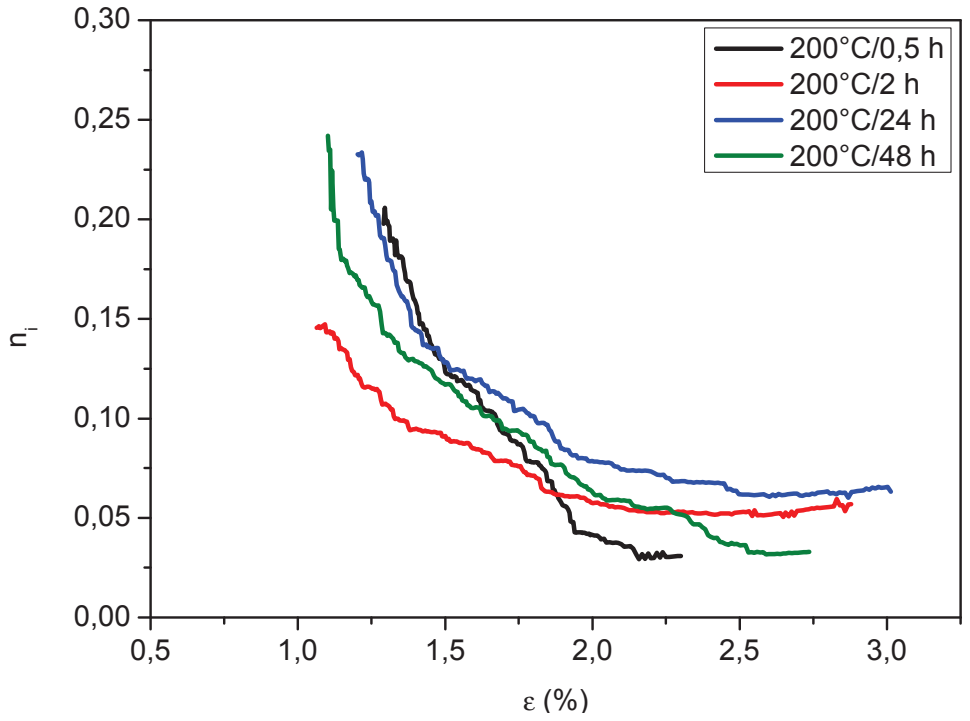


Figura 5.13 – Curvas dos expoentes de encruamento instantâneo (n_i).

As propriedades mecânicas como: limite de escoamento (LE), limite de resistência (LR), alongamento uniforme (AU), alongamento total (AT), microdureza Vickers (HV) e razão elástica (LE/LR) foram obtidos após os ensaios de tração em diferentes tempos de tratamentos e são resumidas na tabela V.2 a seguir. Nota-se que para todos os tempos de tratamentos isotérmicos houve pouca variação nas propriedades mecânicas.

Tabela V.2 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 200°C e revenidas a 400°C/1 h

Tempo (h)	LE (MPa)	LR (MPa)	AU (%)	AT (%)	Microdureza (HV)	LE/LR
0,5	1692 ± 28	1777 ± 24	1,2 ± 0,2	6,8 ± 1,2	637 ± 16	0,95
2	1578 ± 10	1694 ± 13	2,1 ± 0,8	9,3 ± 0,6	635 ± 21	0,93
24	1537 ± 2	1669 ± 3	2,3 ± 0,4	8,9 ± 1,2	627 ± 14	0,92
48	1551 ± 44	1685 ± 24	1,5 ± 0,1	7,2 ± 0,9	604 ± 12	0,92

5.3.2 – Corpos de prova de tração tratados isotermicamente a 220°C e revenidos a 400°C/1 h

Para essa temperatura menor foi à quantidade de martensita formada no início do tratamento isotérmico ($V_{\alpha'} \approx 47{,}1\%$), refletindo dessa forma nas quantidades finais dos constituintes e consequentemente nas propriedades mecânicas das amostras. As figuras 5.14 e 5.15 a seguir mostram as curvas (σ x e) dos ensaios de tração e os expoentes de encruamento instantâneo (n_i) para as amostras tratadas isotermicamente a 220°C, em diferentes tempos e revenidas a 400°C/1 h. Observa-se na figura 5.15 que para esta condição de tratamento térmico e devido a uma menor fração volumétrica de martensita, os expoentes de encruamento instantâneos apresentaram um patamar que pode ser atribuído ao efeito TRIP.

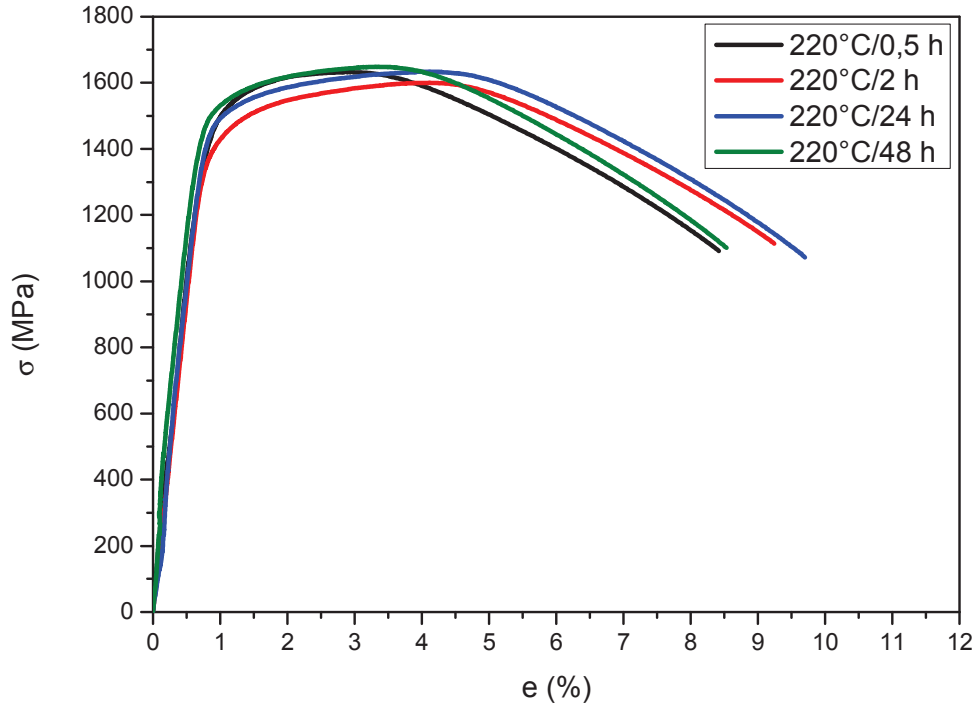


Figura 5.14 – Curvas tensão x deformação convencional dos ensaios de tração para as amostras após os tratamentos isotérmicos a 220°C e revenidas a 400°C/1 h.

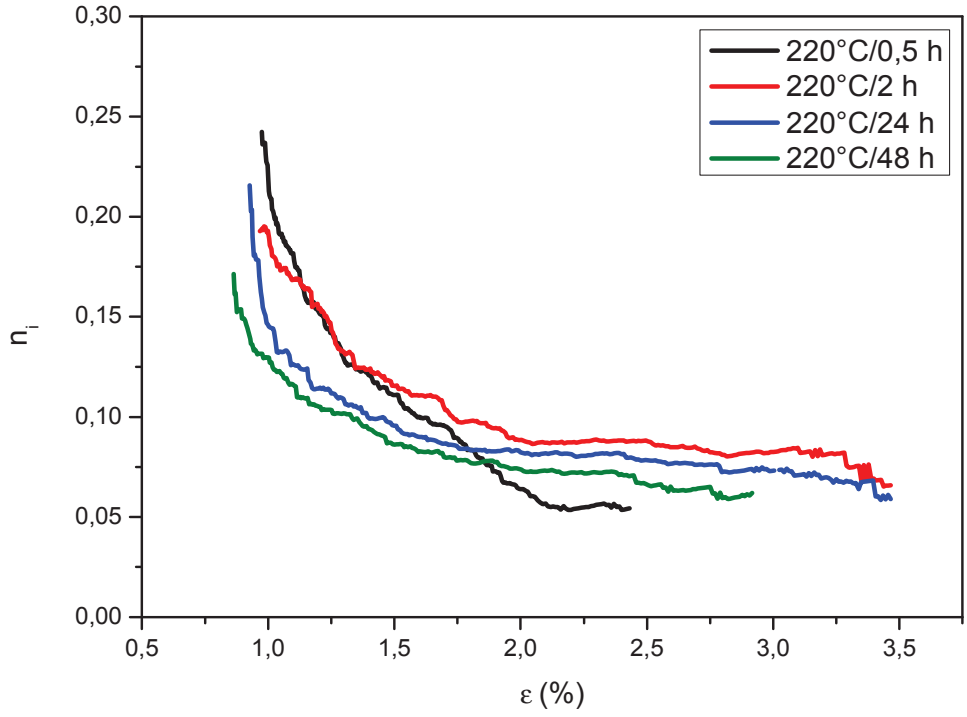


Figura 5.15 – Curvas dos expoentes de encruamento instantâneo (n_i).

As propriedades mecânicas das amostras obtidas após os ensaios de tração em diferentes tempos de tratamentos são resumidas na tabela V.3.

Tabela V.3 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 220°C e revenidas a 400°C/1 h

Tempo (h)	LE (MPa)	LR (MPa)	AU (%)	AT (%)	Microdureza (HV)	LE/LR
0,5	1460 ± 32	1614 ± 23	2,3 ± 0,8	8,2 ± 0,9	577 ± 15	0,90
2	1364 ± 42	1546 ± 42	3,0 ± 0,5	9,4 ± 1,0	584 ± 11	0,88
24	1450 ± 22	1606 ± 33	2,7 ± 0,6	7,5 ± 0,7	581 ± 11	0,90
48	1493 ± 20	1623 ± 21	2,1 ± 0,1	8,1 ± 0,7	583 ± 36	0,91

5.3.3 – Corpos de prova de tração tratados isotermicamente a 270°C e revenidos a 400°C/1 h

Esta série corresponde à maior temperatura escolhida deste trabalho. Após a austenitização, o tratamento isotérmico ocorre um pouco abaixo a M_i (278°C), com isso menor é a quantidade inicial de martensita formada ($V_{\alpha'} \approx 8{,}4\%$), comparada com as outras duas temperaturas escolhidas. Logo, maior é a quantidade de austenita residual para se decompor em bainita em função do tempo de tratamento.

As figuras 5.16 e 5.17 mostram as curvas (σ x e) dos ensaios de tração e os expoentes de encruamento instantâneo (n_i) para as amostras tratadas isotermicamente a 270°C em diferentes tempos e revenidas a 400°C/1 h. Observa-se na figura 5.17 que os expoentes de encruamento instantâneos apresentaram maiores patamares e independentes aos tempos de tratamentos e que podem ser atribuídos ao efeito TRIP, devido a uma fração volumétrica de austenita retida na forma de filmes.

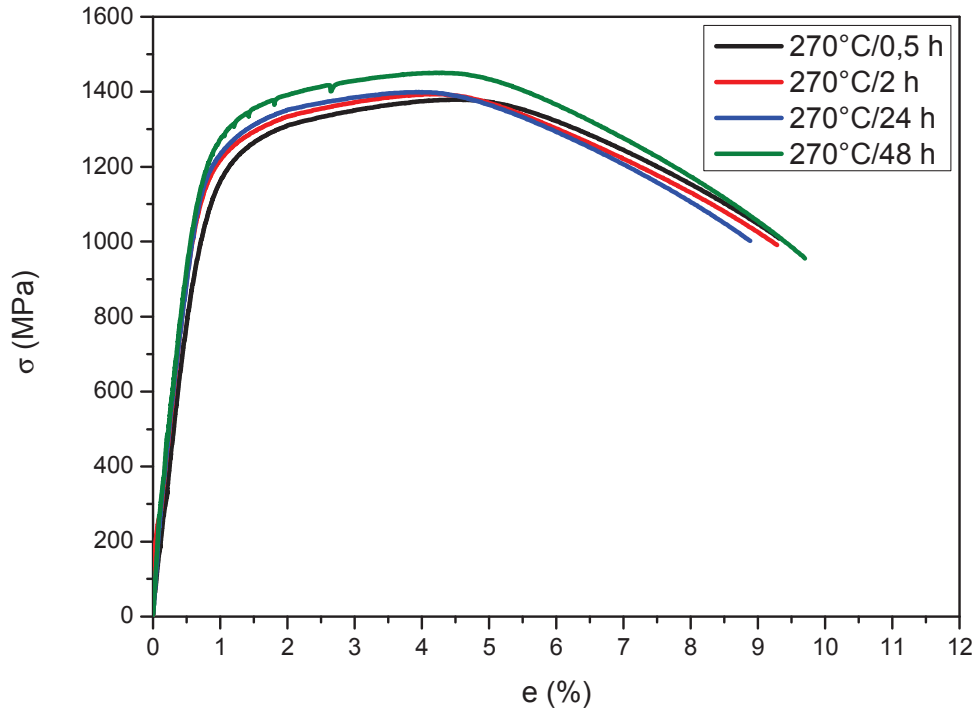


Figura 5.16 – Curvas tensão x deformação convencional dos ensaios de tração para as amostras após os tratamentos isotérmicos a 270°C e revenidas a 400°C/1 h.

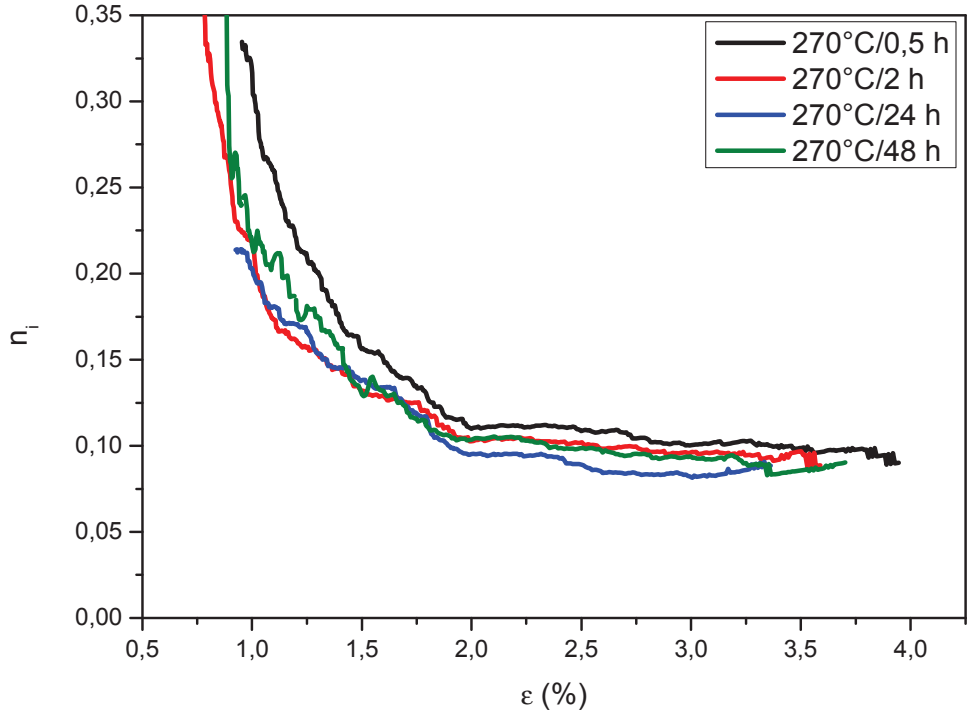


Figura 5.17 – Curvas dos expoentes de encruamento instantâneo (n_i).

As propriedades mecânicas das amostras obtidas nos ensaios de tração em diferentes tempos de tratamentos são resumidas na tabela V.4.

Tabela V.4 – Propriedades mecânicas das amostras tratadas a 270°C e revenidas a 400°C/1 h

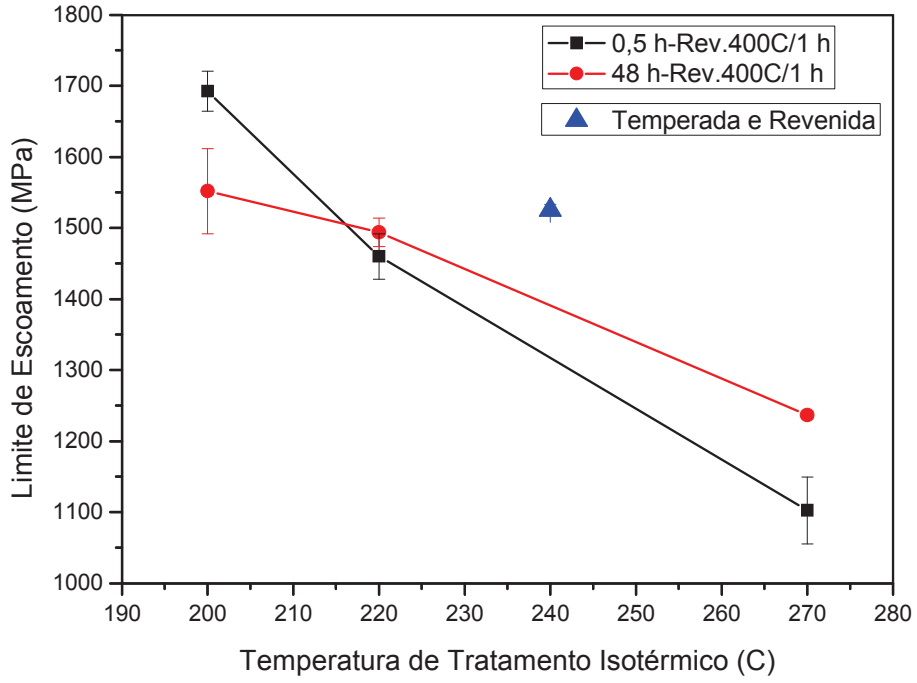
Tempo (h)	LE (MPa)	LR (MPa)	AU (%)	AT (%)	Microdureza (HV)	LE/LR
0,5	1102 ± 47	1346 ± 27	3,6 ± 0,7	9,1 ± 0,8	510 ± 2	0,81
2	1120 ± 82	1335 ± 72	3,4 ± 0,5	9,0 ± 0,7	502 ± 4	0,83
24	1182 ± 19	1383 ± 10	2,9 ± 0,5	8,8 ± 0,9	484 ± 4	0,85
48	1236 ± 5	1428 ± 26	2,9 ± 0,5	9,6 ± 0,6	527 ± 4	0,86

Se compararmos os resultados da razão elástica para corpos de prova tratados isotermicamente a 200, 220 e 270°C (Tab. V.2; V.3; V.4) observamos que os mesmos diminuem continuamente com o aumento da temperatura de tratamento isotérmico, isso se deve ao aumento da fração volumétrica de austenita retida principalmente na forma de filmes finos. De acordo com a literatura [91] aços que apresentam efeito mola (*springback*) apresentam razão elástica (LE/LR) superior a 0,9.

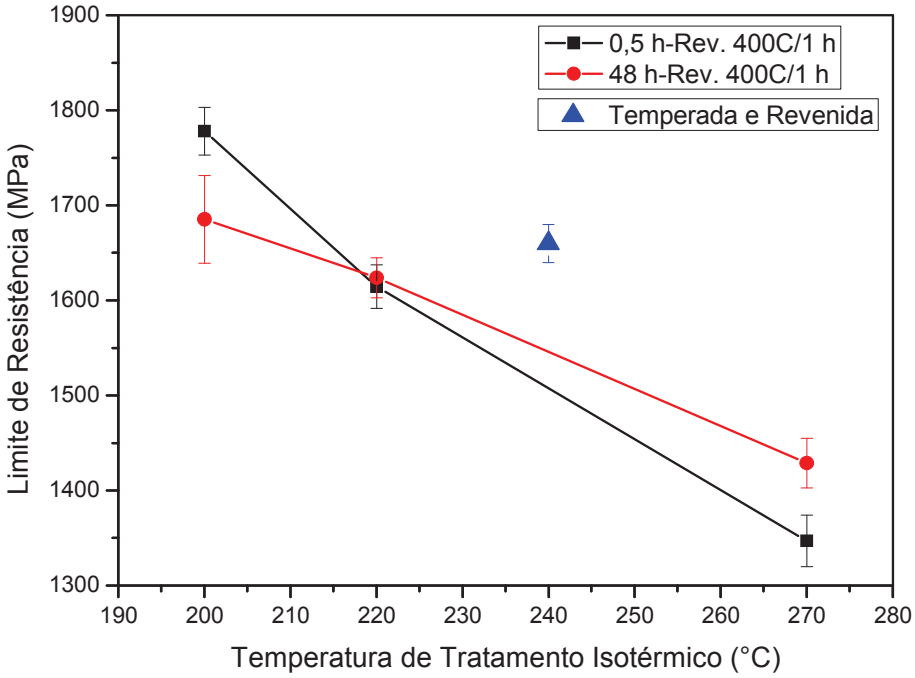
A figura 5.18 apresenta os resultados das propriedades mecânicas das amostras tratadas isotermicamente para tempos extremos de tratamento (0,5 e 48 h) e revenidas a 400°C/1 h. A partir da figura 5.18 foi realizada uma comparação das propriedades mecânicas do aço no estado temperado e revenido a 450°C/1 h. As amostras apresentaram propriedades mecânicas similares para tempos extremos de tratamento. Observa-se que os limites de escoamento e resistência decrescem com o aumento da temperatura de tratamento isotérmico. Isso ocorre, devido à menor fração volumétrica de martensita formada com o aumento da temperatura de tratamento isotérmico, conforme dito anteriormente. Como a resistência mecânica e ductilidade usualmente são propriedades

opostas observa-se que o decréscimo da resistência mecânica proporciona o aumento de ductilidade conforme a figura 5.18(c).

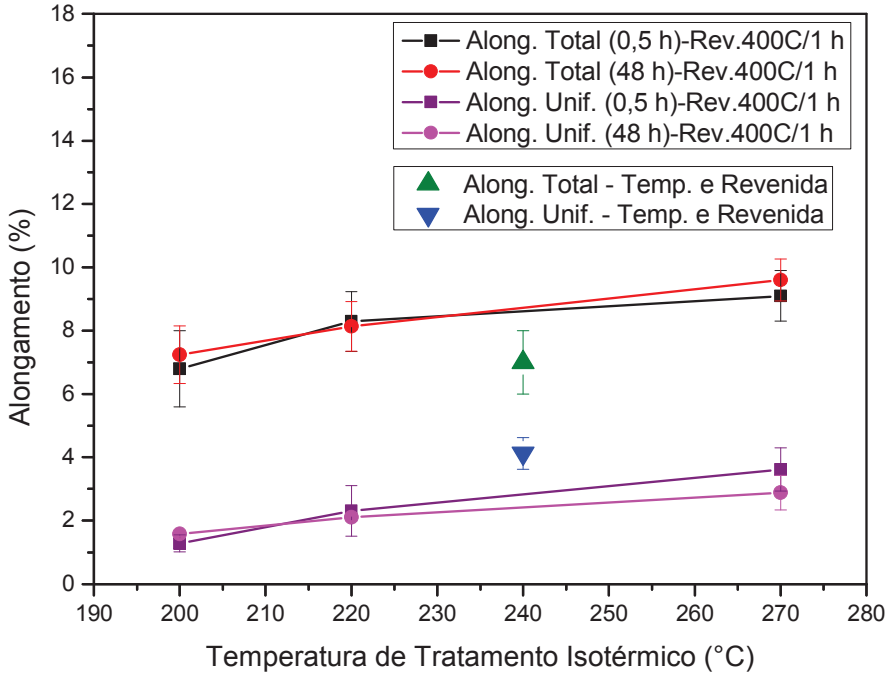
Observa-se que as amostras tratadas isotermicamente a 200 e 220°C e revenidas a 400°C/1 h apresentaram limites de escoamento e resistência próximas e até superiores às amostras temperadas e revenidas a 450°C/1 h. Esses resultados estão de acordo com os encontrados por Young [79] e Tomita [80-82]. O alongamento total para todas as condições de tratamentos foram superiores às amostras temperadas e revenidas. No entanto, apresentaram alongamentos uniformes inferiores.



(a)



(b)



(c)

Figura 5.18 – Resultados das propriedades mecânicas em função da temperatura de tratamento isotérmico e comparados ao aço temperado e revenido.

5.3.4 – Energia absorvida dos corpos de prova de impacto tratados termicamente em diferentes condições

A figura 5.19 apresenta os resultados dos ensaios de impacto para os corpos de prova tratados isotermicamente em diferentes temperaturas (200, 220 e 270°C) e tempos extremos de tratamento (0,5 e 48 h). A fim de comparar os resultados do ensaio de impacto, outros corpos de prova além de serem tratados isotermicamente em diferentes temperaturas e tempos extremos de tratamento foram também revenidos a 400°C/1 h. A grande dispersão dos resultados apresentados se deve a dificuldade de preparação de entalhes precisamente iguais e os diferentes constituintes presentes no material.

Pode-se observar que a energia absorvida pelos corpos de prova cresce com o aumento da temperatura de tratamento isotérmico, independentemente dos tempos de tratamento. Isso ocorre porque quanto maior a temperatura de tratamento isotérmico, maior é a fração volumétrica de ferrita bainítica e austenita retida. Este último constituinte de estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) apresenta maior número de direções e planos idealmente compactos (sistemas de escorregamento) e quando submetido a esforços mecânicos deslizam-se, resultando na deformação plástica [92]. Essa deformação plástica dificulta a propagação da trinca no material, levando a uma maior absorção de energia no ensaio de impacto. Dessa forma, quanto maior a fração volumétrica da austenita retida maior a energia absorvida.

A baixa energia absorvida dos corpos de prova tratados isotermicamente a 200°C deve-se à presença da maior fração volumétrica de martensita (V_v = 57,5%) formada no resfriamento inicial. A presença de um constituinte de elevada dureza, tal como a martensita, contribui para uma baixa tenacidade, conforme investigado nos trabalhos anteriores [42, 44].

Para os corpos de prova tratados isotermicamente a 270°C por 0,5 e 48 h observa-se uma maior energia absorvida. Para esta condição de tratamento térmico e conforme a figura a 5.6(a, c) observa-se um grande volume de austenita retida na forma de blocos. Conforme explicado anteriormente e de acordo com a literatura [41, 43, 45, 93], uma maior fração volumétrica e grandes blocos de austenita retida contribuem para uma menor energia absorvida devido a sua menor estabilidade mecânica em um aço inteiramente

bainítico. No entanto, estes blocos de austenita retida foram benéficos para a energia absorvida, no presente trabalho.

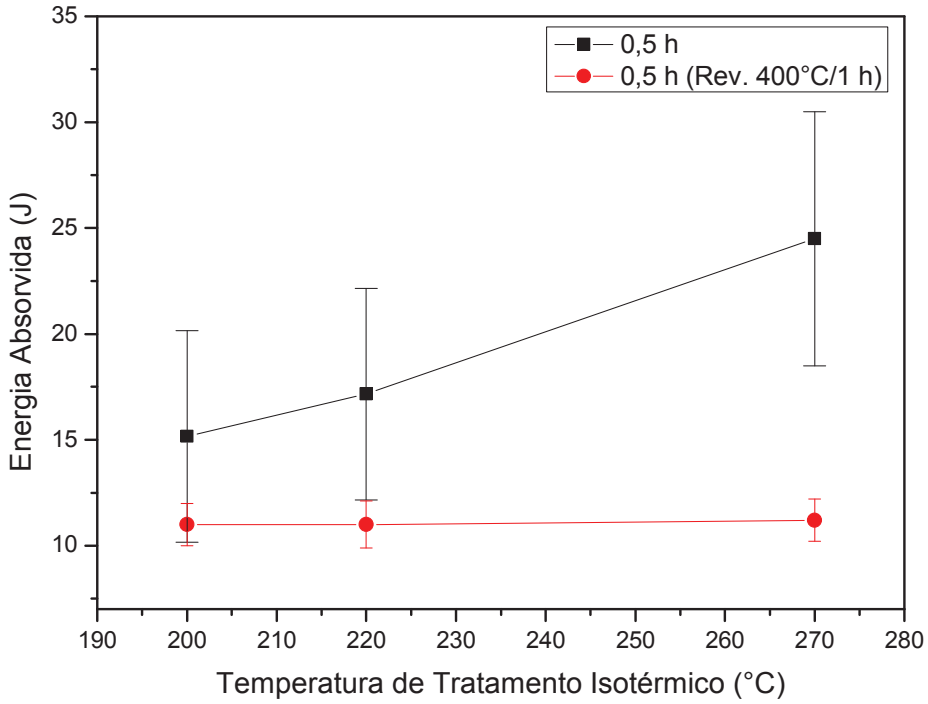
As características da microestrutura, incluindo a fração volumétrica de austenita retida, seu teor de carbono e a espessura das placas de ferrita bainítica influenciam na variação dos resultados do ensaio Charpy. Após a transformação bainítica, a austenita rica em carbono não se transforma em martensita durante o resfriamento final até a temperatura ambiente. Portanto, a ausência de martensita dura e não revenida melhora a tenacidade.

Os filmes de austenita retida também contribuem para a melhoria da tenacidade, isso porque estes possuem maior estabilidade mecânica devido ao elevado teor de carbono. A ductilidade dos filmes de austenita retida dispersados entre as placas de ferrita bainítica podem embotar (neutralizar) a ponta da trinca. Sendo assim, a tenacidade pode ser melhorada, porque o trabalho para a fratura aumenta, como resultado da deformação plástica da austenita retida induzida pelo campo de tensões da propagação da trinca [94].

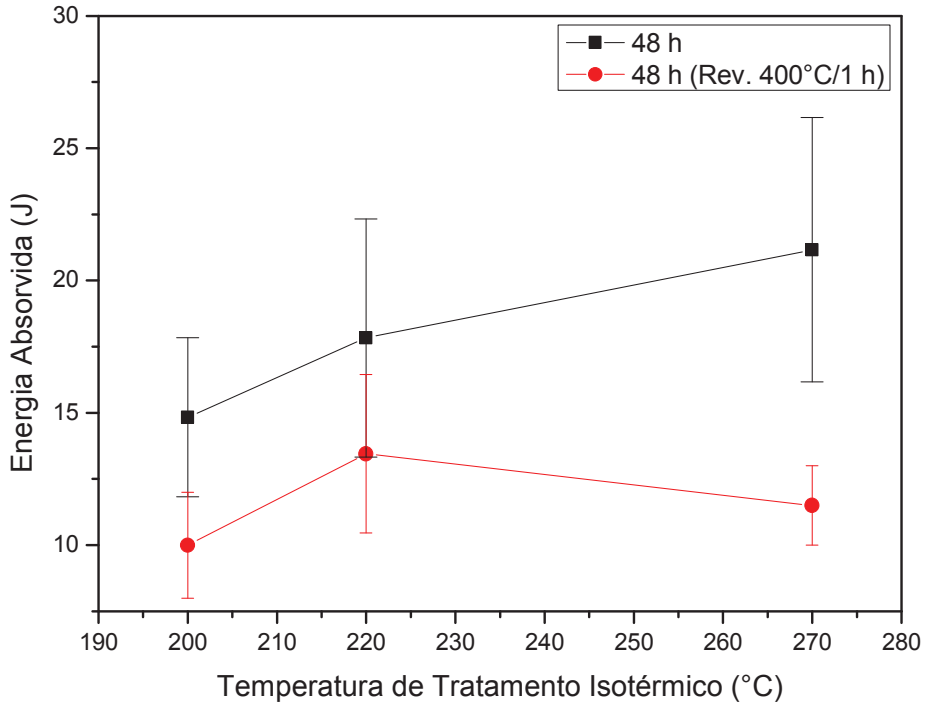
Os valores de tenacidade podem também ser influenciados pela espessura da placa de ferrita bainítica, a qual determina o caminho livre médio para as deslocações percorrerem. Um menor caminho, devido a uma menor espessura das placas de ferrita bainítica promove uma melhoria na tenacidade, ou seja, a tenacidade é aumentada com o refino da microestrutura [95, 96].

Outro importante fator que confere boa tenacidade ao material é a elevada densidade de contorno de alto-ângulo que separa os feixes de bainita. Este tipo de contorno age como obstáculo à propagação da trinca por clivagem, forçando-a a mudar o plano de propagação de modo a tomar outra direção [97].

Para as amostras revenidas observa-se uma menor energia absorvida para todas as condições de tratamento isotérmico. Isso ocorreu por causa da decomposição da austenita retida durante o revenimento. Esta austenita se decompõe em uma bainita rica em cementita. As partículas de cementita favorecem a fratura por clivagem e a formação de cavidades [96].



(a) amostras tratadas por 0,5 h



(b) amostras tratadas por 48 h

Figura 5.19 – Resultados dos ensaios de impacto das amostras tratadas isotermicamente, antes e após o revenimento, para tempos extremos de tratamento (a) 0,5 h; (b) 48 h.

5.4 – Análise da superfície de fratura

As figuras 5.20 a 5.22 apresentam as superfícies de fratura dos corpos de prova de impacto tratados isotermicamente a 200, 220 e 270°C respectivamente, com tempos extremos de tratamentos de 0,5 e 48 h. Para efeito de comparação das superfícies de fratura, corpos de prova de impacto foram tratados isotermicamente nas mesmas condições e submetidos ao tratamento térmico de revenimento a 400°C por 1 h.

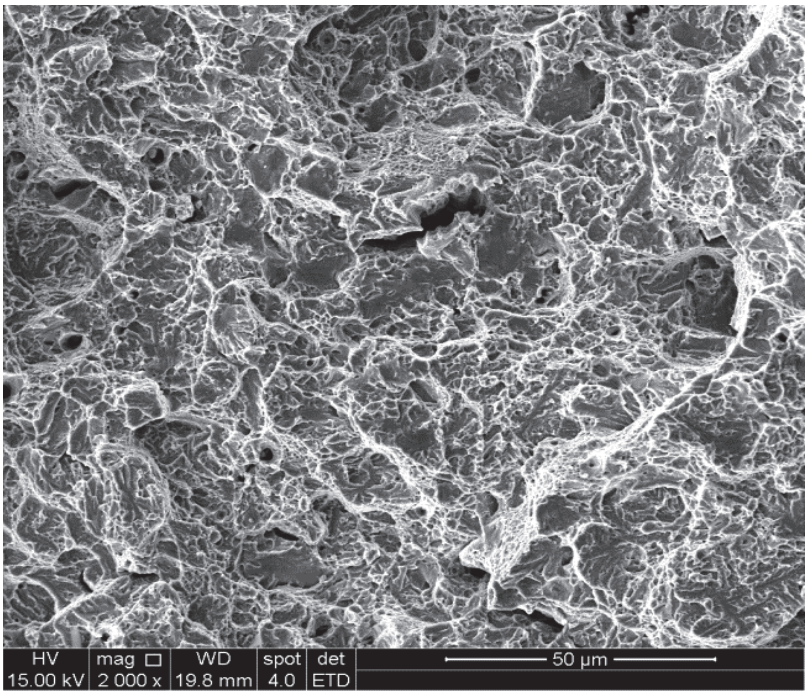
Pode-se observar, na superfície de fratura dos corpos de prova tratados isotermicamente a 200, 220 e 270°C, com tempos extremos de tratamentos de 0,5 e 48 h, regiões de clivagem e a presença de microcavidades. Essas regiões de clivagem e microcavidades indicam a natureza da fratura como frágil e dúctil, respectivamente, apresentando uma mistura no modo de propagação da trinca. Essa mistura das regiões de clivagem e microcavidades são denominadas de quasi-clivagem [98]. Embora haja uma mistura nos tipos de fratura, a fratura resultante foi classificada como sendo frágil.

Em um trabalho anterior [98] realizado sobre o aço bifásico AISI 4340 constituído por ferrita-martensita e ferrita-bainita, onde a fração volumétrica de ferrita pro-eutetóide foi fixada (V_v = 34%), os resultados mostraram a presença de vários mecanismos de fratura durante a deformação, que podem atuar simultaneamente. No caso do aço bifásico ferrita/martensita, há uma mistura de microcavidades que caracterizam a fratura dúctil e regiões de clivagem, correspondentes à fratura frágil. Já para o caso do aço bifásico ferrita/bainita a fratura foi predominantemente dúctil, formada por microcavidades.

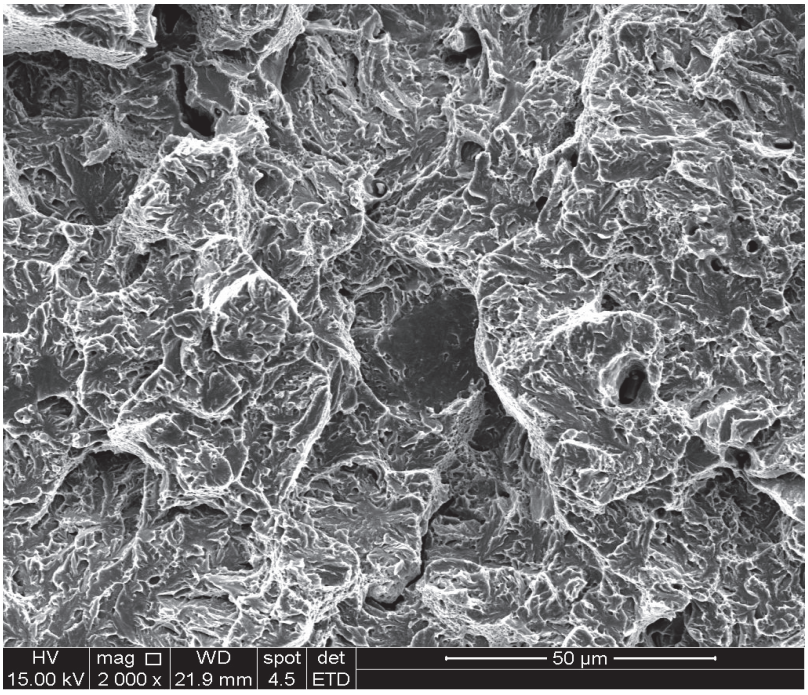
Segundo Aglan *et al*.,[99] as microcavidades usualmente nucleiam em regiões de descontinuidades de deformações, tais como contornos de grão, emaranhados de deslocações, inclusões, partículas de segunda fase, etc.

Conforme a superfície de fratura, tem-se uma ideia da energia absorvida de impacto em função da fração e do tamanho da área correspondente à fratura por clivagem (frágil) e à fração e tamanho das microcavidades (dúctil) [100-102]. A partir da figura 5.20(a, c) pode-se ver que a fração das regiões de clivagem é maior do que a fração das regiões de clivagem das figuras 5.21(a, c) e 5.22(a, c), respectivamente. Entretanto, a fração das microcavidades na superfície de fratura da figura 5.20(a, c) é menor do que a fração de microcavidades das figuras 5.21(a, c) e 5.22(a, c), respectivamente. Dessa forma pode-

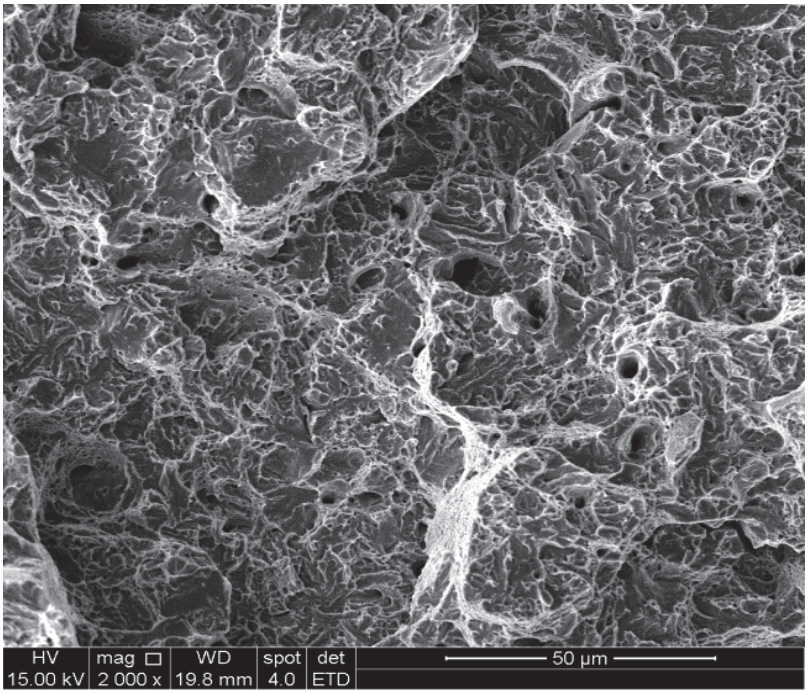
se deduzir que a energia absorvida dos corpos de prova representados pelas superfícies de fratura das figuras 5.20(a, c), foi menor do que a energia absorvida dos corpos de prova representados pelas figuras 5.21(a, c) e 5.22(a, c), respectivamente. Esses resultados estão de acordo com os apresentados nas figuras 5.19(a, b).



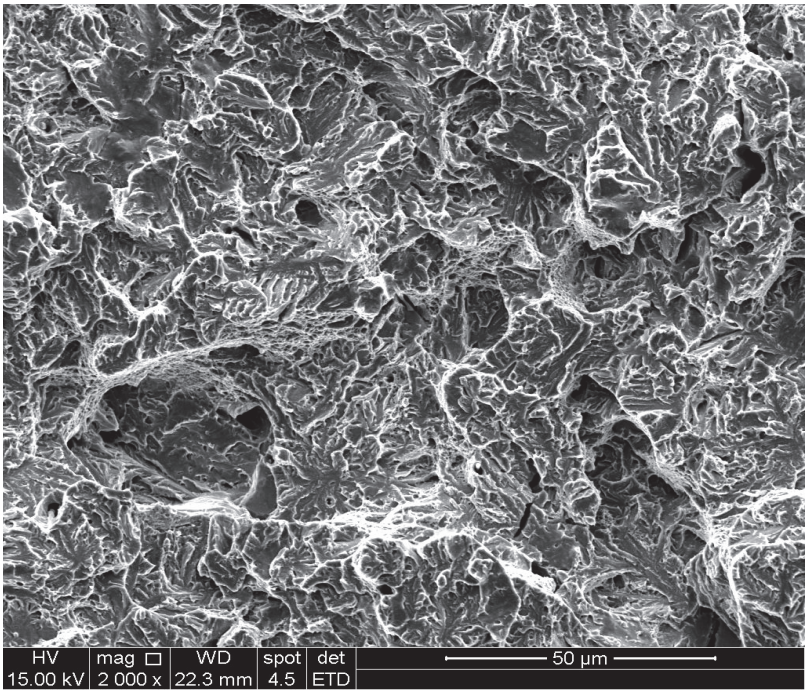
(a) 200°C/0,5 h



(b) 200°C/0,5 h e revenido (400°C/1 h)



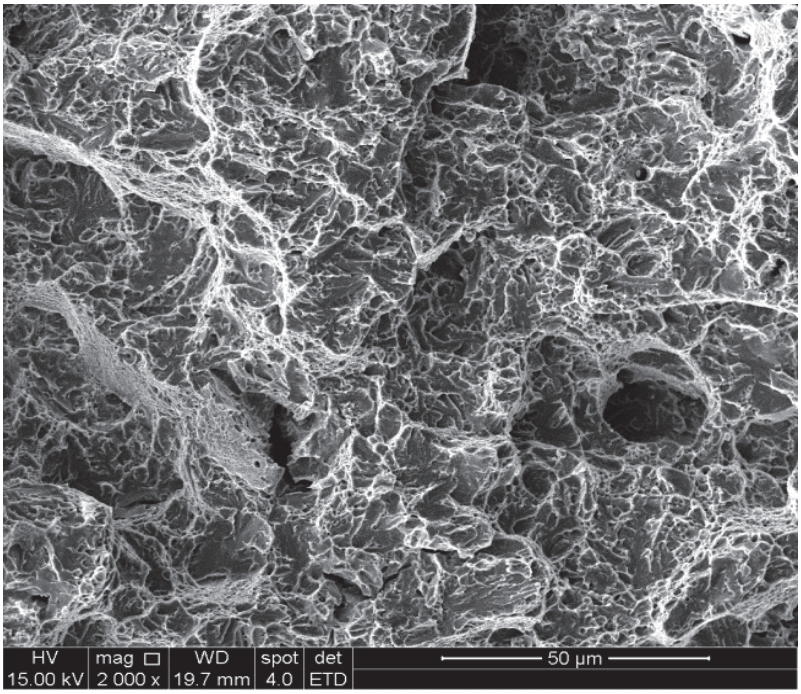
(c) 200°C/48 h



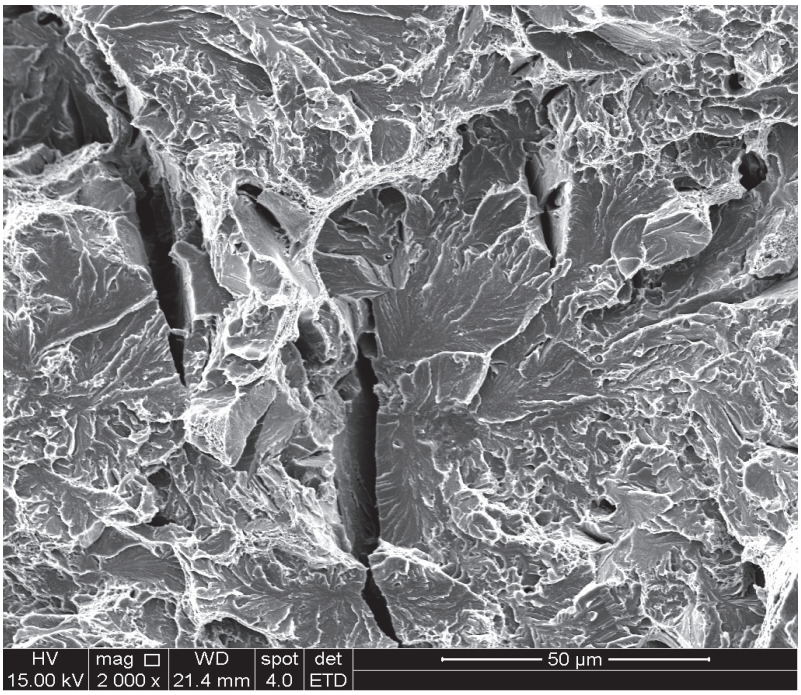
(d) 200°C/48 h e revenido (400°C/1 h)

Figura 5.20 – Superfície de fratura dos corpos de prova de impacto tratados isotermicamente a 200°C (a, c); comparados aos corpos de prova tratados isotermicamente e revenidos (b, d).

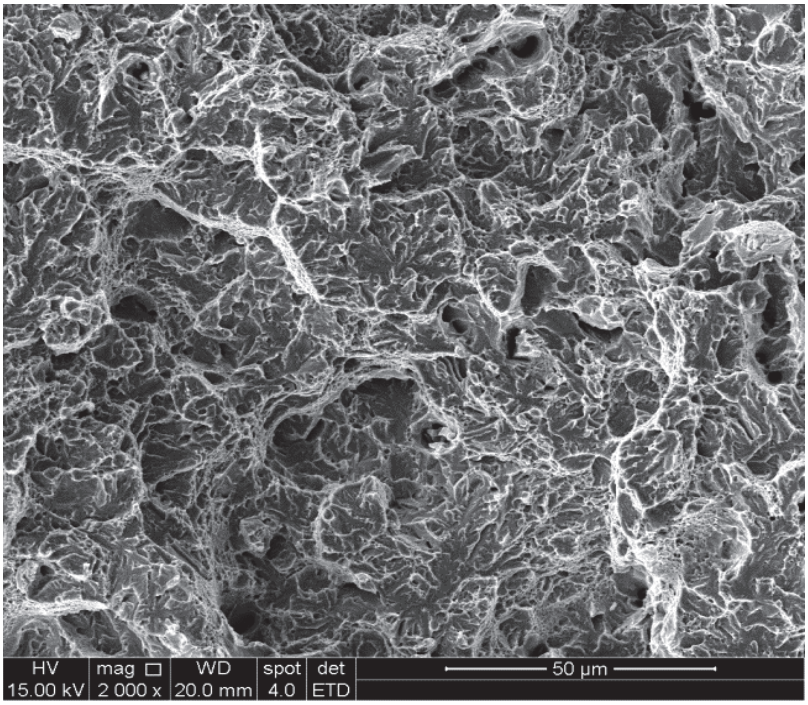
Conforme as figuras 5.20(b, d), 5.21(b, d) e 5.22(b, d), observa-se que há um aumento contínuo das regiões de clivagem nas superfícies de fratura dos corpos de prova tratados isotermicamente a 200, 220 e 270°C para todos os tempos de tratamento e revenidos a 400°C/1 h, respectivamente. Esse aumento das regiões de clivagem que caracteriza a fratura como frágil, se deve a uma maior fração volumétrica de decomposição da austenita retida devido ao revenimento.



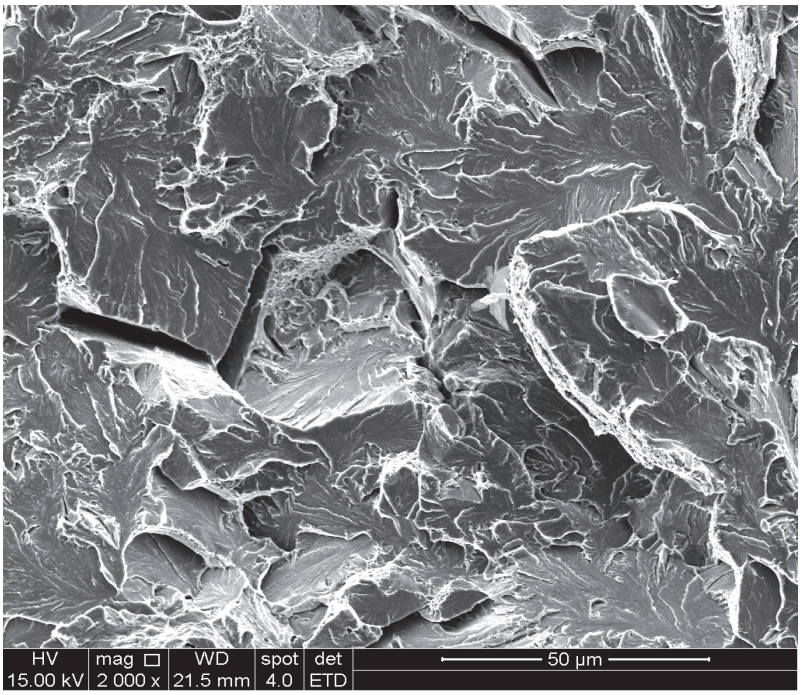
(a) 220°C/0,5 h



(b) 220°C/0,5 h e revenido (400°C/1 h)

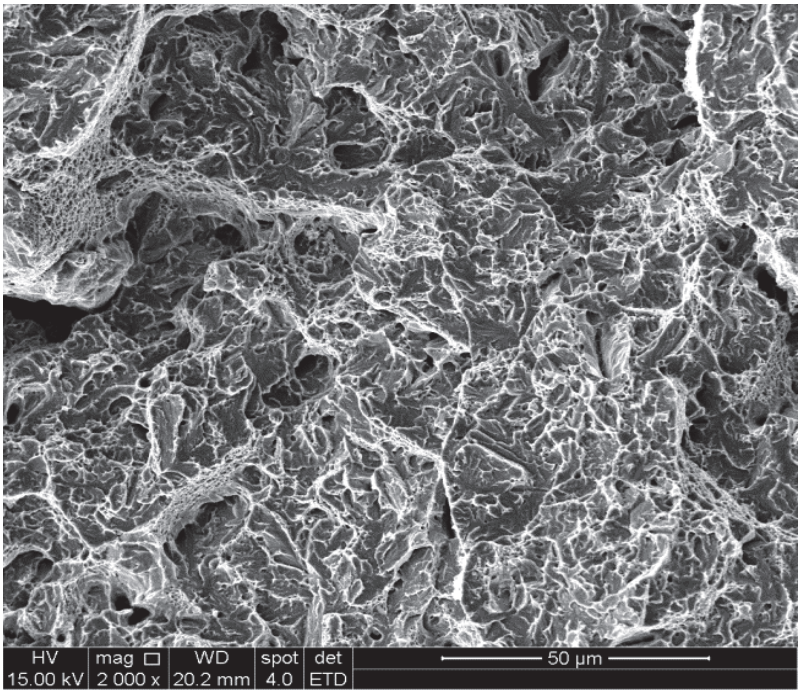


(c) 220°C/48 h

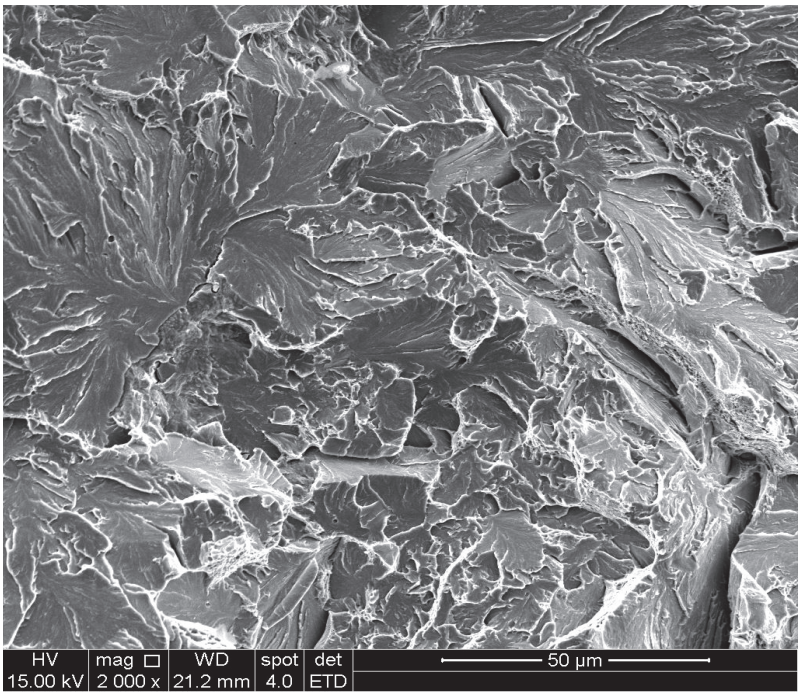


(d) 220°C/48 h e revenido (400°C/1 h)

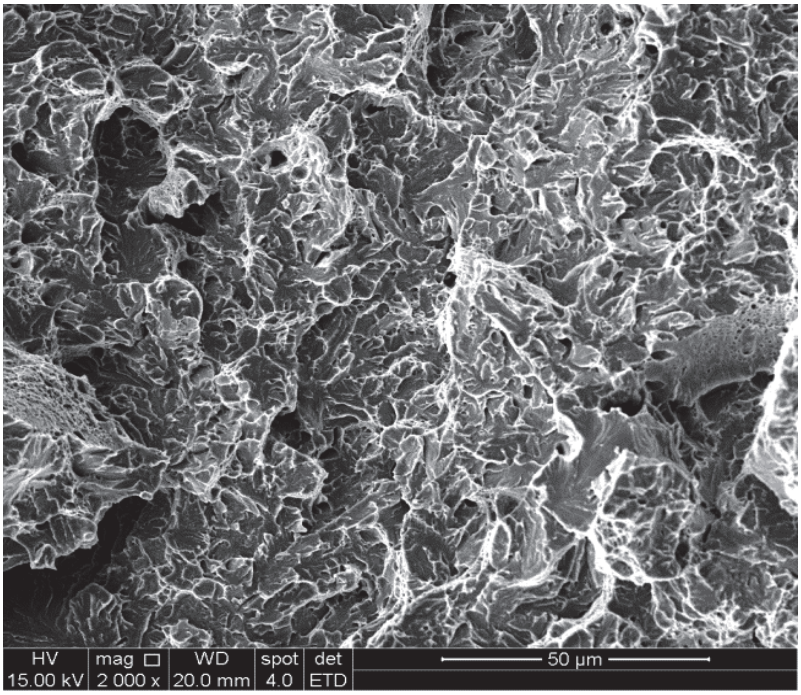
Figura 5.21 – Superfície de fratura dos corpos de prova de impacto tratados isotermicamente a 220°C (a, c); comparados aos corpos de prova tratados isotermicamente e revenidos (b, d).



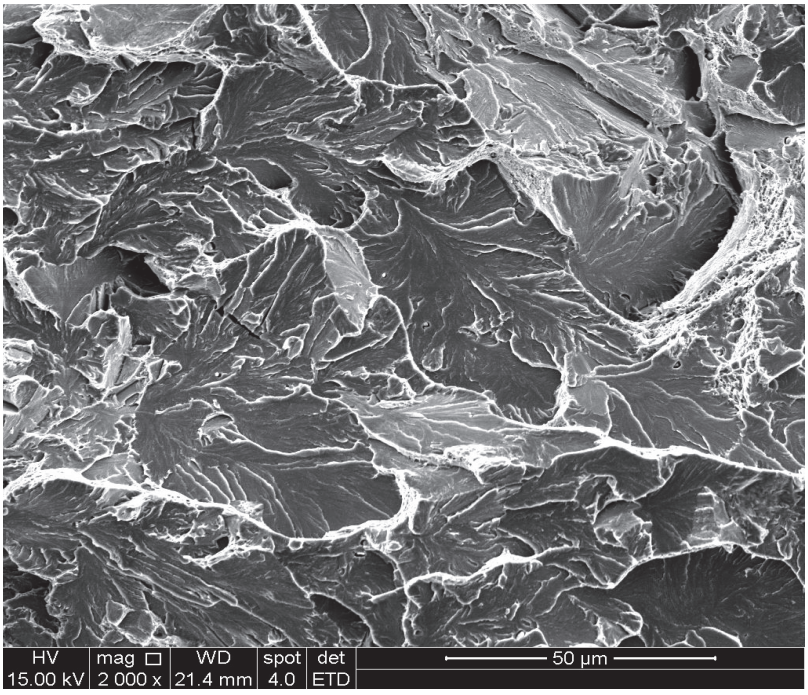
(a) 270°C/0,5 h



(b) 270°C/0,5 h e revenido (400°C/1 h)



(c) 270°C/48 h



(d) 270°C/48 h e revenido (400°C/1 h)

Figura 5.22 – Superfície de fratura dos corpos de prova de impacto tratados isotermicamente a 270°C (a, c); comparados aos corpos de prova tratados isotermicamente e revenidos (b, d).

Observa-se também, nas figuras 5.20 a 5.22, a presença de algumas fendas nas superfícies de fratura. De acordo com o trabalho anterior de Tomita [82], que estudou o aço bifásico (bainita/martensita) AISI 4340, foi constatado que as fendas originaram-se na interface da bainita com a martensita. Isso se deve à elevada concentração de tensões na vizinhança da interface dos dois constituintes, como resultado de uma deformação não uniforme.

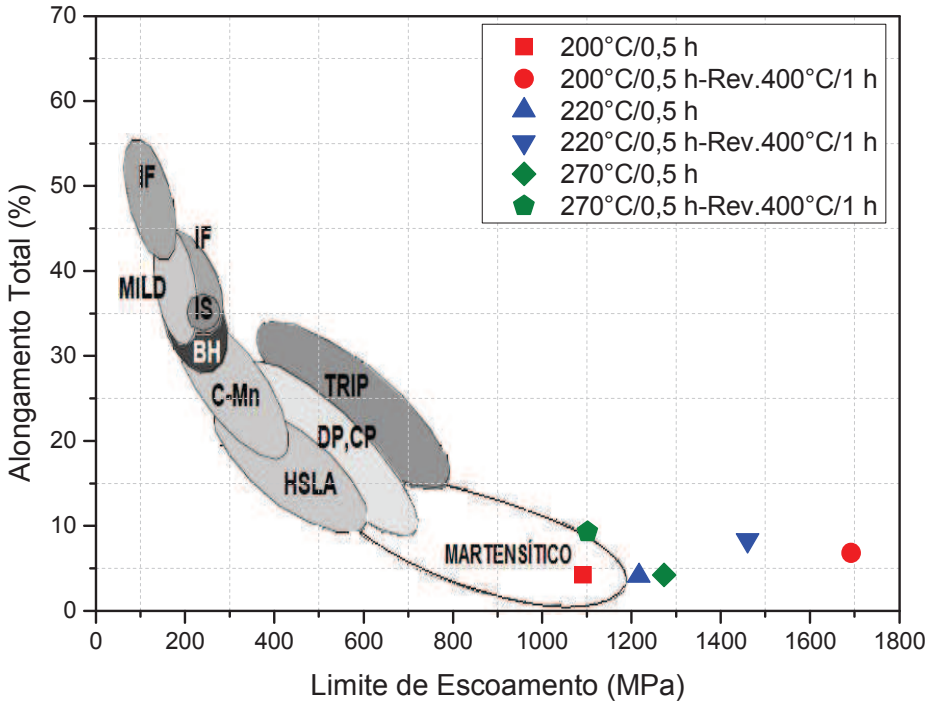
O mesmo foi observado por Caballero *et al*. [103], cujos resultados sugerem que o contorno entre placas de martensita e a matriz de bainita são responsáveis pela nucleação de trincas.

5.5 – Análise comparativa das propriedades mecânicas do aço SAE 9254 com os aços ARBL

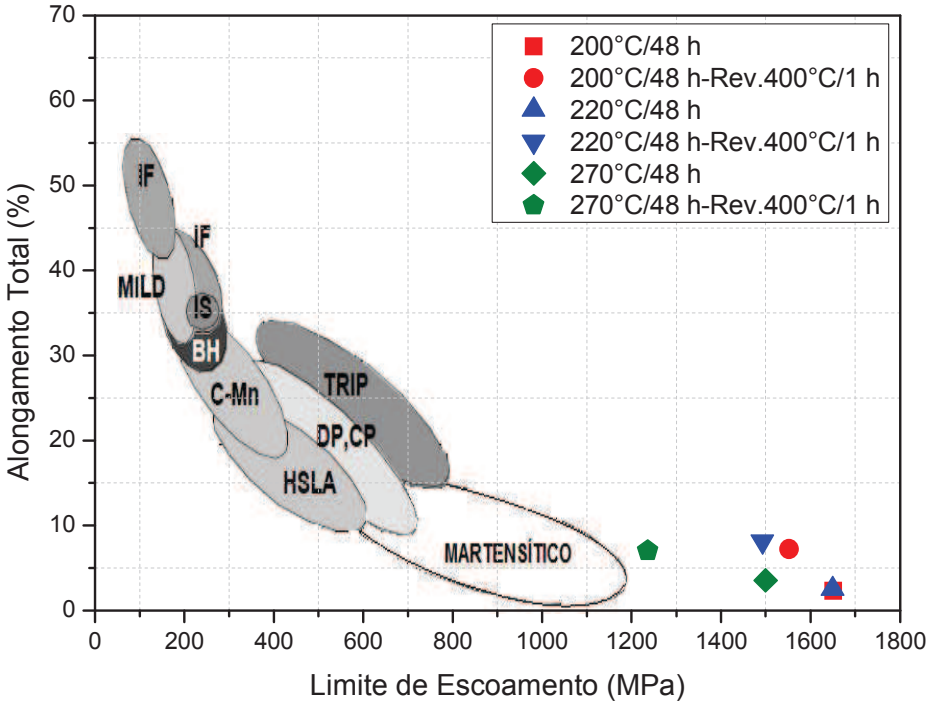
Os resultados das propriedades mecânicas obtidas neste trabalho e em um trabalho anterior [35] (Tab. III.2, III.3 e III.4) para o aço SAE 9254, tratado em diferentes condições, permitem uma comparação direta com os aços ARBL utilizados industrialmente.

A figura 5.23 (a, b) apresenta os resultados do alongamento total, versus limite de escoamento, para as amostras tratadas em diferentes temperaturas de tratamentos isotérmicos, em tempos extremos de tratamentos 0,5 e 48 h, comparados aos aços ARBL. Por se tratar de um aço multiconstituído, onde a fração volumétrica de martensita e bainita é majoritária, este apresenta propriedades mecânicas similares aos aços apenas martensíticos. Esses resultados estão de acordo com os obtidos do trabalho Young [79], onde foi concluído que o aço formado por martensita e bainita apresenta propriedades mecânicas superiores ao mesmo aço temperado e revenido.

Embora os resultados obtidos no presente trabalho do aço SAE 9254 apresentem propriedades mecânicas similares aos aços martensíticos, uma boa combinação das propriedades mecânicas comparadas aos aços ARBL pode ser observada [104]. Esses resultados estão de acordo com os encontrados por Garcia-Mateo [105, 106] nos aços bainíticos de baixa temperatura.



(a)

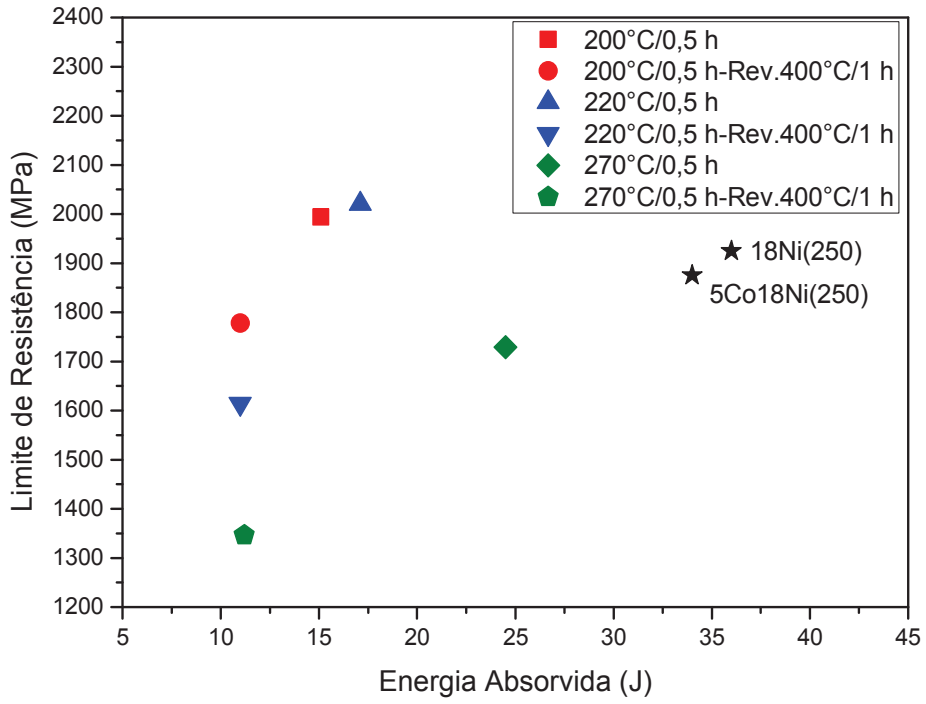


(b)

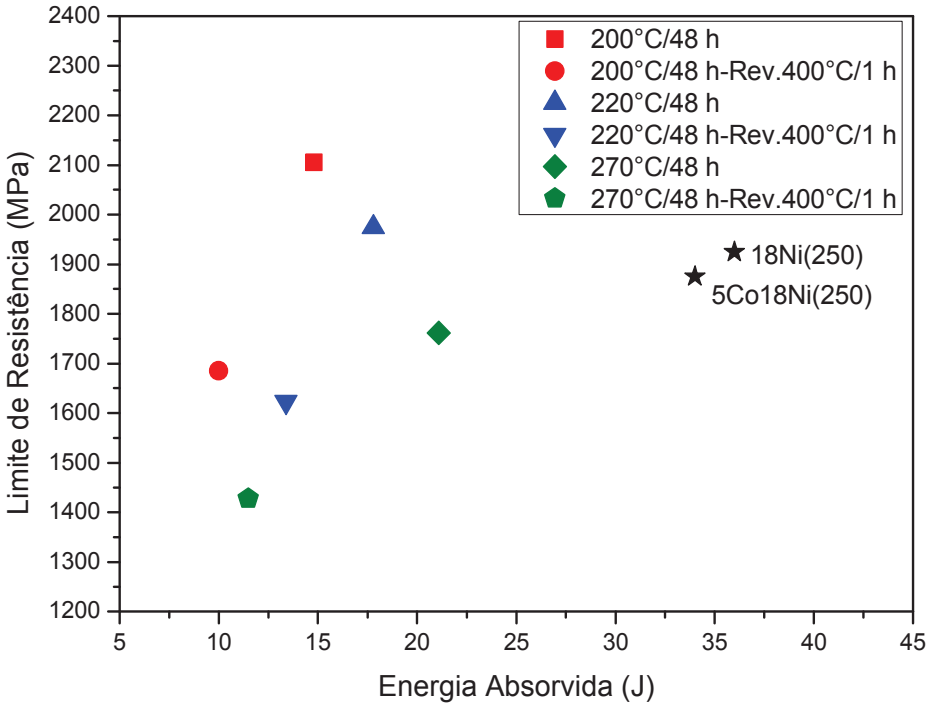
Figura 5.23 – Comparação das propriedades mecânicas, obtidas neste trabalho, do aço SAE 9254 com os aços ARBL.

A figura 5.24 (a, b) apresenta os resultados do limite de resistência versus a energia absorvida para as amostras tratadas em diferentes temperaturas de tratamentos isotérmicos para tempos de tratamentos de 0,5 e 48 h, comparados aos aços "*maraging*". Embora os resultados de energia absorvida de impacto sejam inferiores aos dos aços "*maraging*", pode-se observar que os resultados dos limites de resistência obtidos no presente trabalho são comparáveis dos aços "*maraging*", os quais apresentam um custo de fabricação 30 vezes maior, devido ao alto teor de cobalto e níquel [107].

Conforme descrito anteriormente e de acordo com as figuras 5.4 a 5.6, foi constatada uma austenitização incompleta anterior aos tratamentos isotérmicos dos corpos de prova de impacto, devido ao tempo de encharque insuficiente. Isso resultou na presença de algumas regiões de perlita fina e uma grande presença de cementita na microestrutura final, contribuindo para uma menor energia absorvida. Dessa forma, um ganho na energia absorvida desse material pode ser obtido através do aumento do tempo de encharque, para que ocorra uma completa solubilização dos carbonetos e austenitização do aço. Outra alternativa é aumentar a temperatura de austenitização [52].



(a) amostras tratadas por 0,5 h.



(b) amostras tratadas por 48 h.

Figura 5.24 – Comparação das propriedades mecânicas, obtidas neste trabalho, do aço SAE 9254 com os aços *maraging* [106].

Diferentemente dos aços ARBL ilustrados anteriormente e a partir dos resultados obtidos nesse trabalho para o aço SAE 9254, observa-se que este último pode ser fabricado sem a necessidade de um processamento termomecânico e/ou adição de elementos de liga de elevado custo, sendo dessa forma, menor o custo para ser produzido e aplicado.

6 – CONCLUSÕES

Neste trabalho, foi realizado o estudo da influência do tratamento térmico de revenimento a 400°C por 1 h sobre as propriedades mecânicas dos corpos de prova de tração e impacto previamente tratados isotermicamente a 200, 220 e 270°C com tempos de 0,5 e 48 h que apresentam diferentes quantidades de bainita, austenita retida e martensita. Para efeito de comparação, corpos de prova de impacto foram também apenas tratados isotermicamente nas mesmas condições.

Os corpos de prova de tração tratados isotermicamente a 200°C por 0,5 e 48 h e posteriormente revenidos (400°C/1 h), apresentaram uma microestrutura constituída por martensita revenida, ferrita bainítica, filmes de austenita retida e carbonetos. Os corpos de prova tratados por 0,5 e 48 h apresentaram limite de escoamento (LE) de 1692 e 1551 MPa, limite de resistência (LR) 1777 e 1685 MPa e alongamento total (AT) de 6,8 e 7,2%, respectivamente.

Para os corpos de prova de tração tratados isotermicamente a 220°C por 0,5 e 48 h e posteriormente revenidos (400°C/1 h), estes apresentaram uma microestrutura constituída por martensita revenida, ferrita bainítica, filmes de austenita retida e carbonetos. Para essa temperatura de tratamento isotérmico foi observada a decomposição de blocos de austenita retida. Os corpos de prova tratados por 0,5 e 48 h apresentaram limites de escoamento (LE) de 1460 e 1493 MPa, limites de resistência (LR) 1614 e 1623 MPa e alongamento total (AT) de 8,2 e 8,1%, respectivamente.

Os corpos de prova de tração tratados isotermicamente a 270°C por 0,5 e 48 h e posteriormente revenidos (400°C/1 h) apresentaram uma microestrutura constituída por martensita revenida, ferrita bainítica, filmes de austenita retida e carbonetos. Para essa temperatura de tratamento isotérmico foram observadas grandes regiões de decomposição dos blocos de austenita retida devido à sua maior fração volumétrica. Os corpos de prova tratados por 0,5 e 48 h apresentaram limites de escoamento (LE) de 1102 e 1236 MPa, limites de resistência (LR) 1346 e 1428 MPa e alongamento total (AT) de 9,1 e 9,6%, respectivamente.

As propriedades mecânicas do aço tratado isotermicamente a 200 e 220°C são superiores, comparados ao mesmo aço no estado temperado e revenido. Observa-se

também que o aço tratado isotermicamente apresentou uma maior resistência ao revenimento à medida que a temperatura de tratamento isotérmico aumentou, isso porque maior foi a fração volumétrica de bainita na microestrutura final.

A partir dos difratogramas, observou-se que quanto maior a temperatura de tratamento isotérmico, maior a fração volumétrica de austenita retida. O aumento do tempo de tratamento resultou em uma menor fração volumétrica de austenita retida, devido à continuidade de formação da bainita com o tempo de tratamento. Observou-se também que o revenimento a 400°C por 1 h promoveu a decomposição da austenita retida.

Os corpos de prova de impacto tratados isotermicamente a 200°C por 0,5 e 48 h, apresentaram energia absorvida de 15,1 e 14,8 J, respectivamente. Os corpos de prova tratados a 220°C por 0,5 e 48 h apresentaram energia absorvida de 17,1 e 17,8 J, respectivamente. Já em relação aos corpos de prova tratados a 270°C por 0,5 e 48 h, esses apresentaram energia absorvida de 24,5 e 21,1 J, respectivamente. A partir dos resultados, foi concluído que o aumento da temperatura de tratamento isotérmico proporcionou uma maior energia absorvida em função do aumento da fração volumétrica de ferrita bainítica e austenita retida, independentemente de esta austenita retida se apresentar na forma de filmes ou blocos.

Os corpos de prova de impacto tratados isotermicamente a 200°C por 0,5 e 48 h e posteriormente revenidos (400°C/1 h), apresentaram energia de impacto absorvida de 11 e 10 J, respectivamente. Para corpos de prova tratados a 220°C por 0,5 e 48 h e posteriormente revenidos (400°C/1 h), estes apresentaram energia de impacto absorvida de 11 e 13,4 J, respectivamente. Já para corpos de prova tratados a 270°C por 0,5 e 48 h e posteriormente revenidos (400°C/1 h), estes apresentaram energia de impacto absorvida de 11,2 e 11,5 J, respectivamente. A baixa energia absorvida para as amostras tratadas isotermicamente e revenidas deve-se à decomposição da austenita retida em uma bainita rica em carbonetos.

A superfície de fratura dos corpos de prova de impacto tratados isotermicamente a 200, 220 e 270°C por 0,5 e 48 h foi caracterizada com uma mistura de regiões de clivagem e microcavidades o que indica a natureza da fratura frágil e dúctil, respectivamente. Foi observado que o aumento da temperatura de tratamento isotérmico resultou em uma menor fração e tamanho das regiões de clivagem, proporcionando um aumento da

energia absorvida dos corpos de prova de impacto, devido à diminuição da fração volumétrica de martensita.

A superfície de fratura dos corpos de prova de impacto tratados isotermicamente a 200, 220 e 270°C para tempos de tratamentos por 0,5 e 48 h e posteriormente revenidos (400°C/1 h), é caracterizada por um aumento contínuo de regiões de clivagem. As regiões de clivagem são características de uma fratura frágil, e se deve à decomposição da austenita retida devido ao revenimento.

Os resultados apresentados neste trabalho mostraram uma boa combinação de propriedades mecânicas do aço SAE 9254, comparadas aos aços ARBL, e um menor custo quanto à sua produção, devido ao processamento termomecânico e/ou adição de elementos de liga empregados nos aços ARBL.

Comparando os resultados obtidos nesse trabalho com as propriedades mecânicas desse mesmo aço aplicado na prática industrial como temperado e revenido a 400°C por 1 h, observou-se que para os corpos de prova de tração tratados isotermicamente a 200, 220°C em diferentes tempos e revenidos a 400°C por 1 h, estes apresentam propriedades mecânicas superiores.

A partir dos resultados de caracterização microestrutural para amostras tratadas isotermicamente em diferentes temperaturas e abaixo de M_i foi possível observar a presença do constituinte bainita. Estes resultados abrem possíveis questionamentos sobre alguns conceitos consolidados sobre os constituintes que se formam abaixo da temperatura de início de formação da martensita (M_i).

7 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Investigar através da tomografia por sonda atômica (APT) o contraste de composição química dos constituintes formados, com o objetivo de verificar a formação de bainita abaixo da temperatura de início de formação da martensita (M_i).

Investigar através da microscopia eletrônica de transmissão (TEM) o produto de decomposição da austenita retida com o objetivo de comprovar a formação de bainita rica em carbonetos.

Realizar novos tratamentos de austenitização e isotérmicos para tempos menores que 0,5 h com o objetivo de caracterizar as microestruturas, as propriedades mecânicas e comparar com os resultados obtidos neste trabalho.

8 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. BHADESHIA, H. K. D. H. Bainite in Steels. 2nd ed. London: IOM Communications Ltd, 2001. 478 p.
2. FIELDING, L. C. D. The Bainite Controversy. Materials Science and Technology, v. 29, p. 383-399, 2013.
3. CABALLERO, F. G.; GARCIA-MATEO, C.; SANTOFIMIA, M. J.; MILLER, M. K.; GARCÍA DE ANDRÉS, C. New Experimental Evidence on the Incomplete Transformation Phenomenon in Steel. Acta Materialia, v. 57, p. 8-17, 2009.
4. CABALLERO, F. G.; MILLER, M. K.; GARCIA-MATEO, C. Carbon Supersaturation of Ferrite in a Nanocrystalline Bainitic Steel. Acta Materialia, v. 58, p. 2338-2343, 2010.
5. CABALLERO, F. G.; MILLER, M. K.; GARCIA-MATEO, C.; CORDINE J.; SANTOFIMIA, M. J. Temperature Dependence of Carbon Supersaturation of Ferrite in Bainitic Steels. Scripta Materialia, v. 67, p. 846-849, 2012.
6. CABALLERO, F. G.; MILLER, M. K.; BABU, S. S.; GARCIA-MATEO, C. Atomic Scale Observation of Bainite Transformation in a High Carbon High Silicon Steel. Acta Materialia, v. 55, p. 381-390, 2007.
7. HONEYCOMBE, R. W. K.; BHADESHIA, H. K. D. H. Steels Microstructure and Properties. 2nd ed. London: Gray Publishing, 1995.
8. MATAS, S. J.; HEHEMANN, R. F. The Structure of Bainite Transformation in Hypoeutectoid Steels. Transactions AIME, v. 221, p. 179-185, 1961.
9. TAKAHASHI, M.; BHADESHIA, H. K. D. H. Model for Transition from Upper to Lower Bainite. Materials Science and Technology, v. 6, p. 592-603, 1990.
10. KRAUSS, G.; THOMPSON, S. T. Ferritic Microstructures in Continuously Low- and Ultralow-carbon Steels. ISIJ International, v. 35, p. 937-945, 1995.
11. SING, S. B.; BHADESHIA, H. K. D. H. Estimation of Bainite Plate-Thickness in Low-Alloy Steel. Materials Science and Engineering A, v. 245, p. 72-79, 1998.
12. BHADESHIA, H. K. D. H.; WAUGH, A. R. Bainite: An Atom-Probe Study of the Incomplete Reaction Phenomenon. Acta Metallurgica, v. 30, p.775-784, 1982.

13. STARK, I.; SMITH, G. D. W.; BHADESHIA, H. K. D. H. The Distribution of Substitutional Alloying Elements During the Bainite Transformation. Metallurgical Transactions A, v. 21A, p. 837-844, 1990.

14. WATSON, J. D.; McDOUGALL. The Crystallography of Widmanstätten Ferrite. Acta Metallurgica, v. 21, n. 7, p. 961-973, 1973.

15. SANDVIK, B. P. J. The Bainite Reaction in Fe-C-Si Alloys: The Primary Stage. Metallurgical Transactions A, v. 13A, p. 777-787, 1981.

16. SWALLOW, E.; BHADESHIA, H. K. D. H. High Resolution Observations of Displacements Caused by Bainitic Transformation. Materials Science and Technology, v. 12, n. 1 - 4, p. 121-125, may 1996.

17. DUNNE, D. P.; WAYMAN, C. M. The Crystallography of Martensite. Metallurgical Transactions, v. 202, p. 2327-2341, 1971.

18. PEET, M. J.; BHADESHIA, H. K. D. H. Surface Relief Due to Bainite Transformation at 473 K (200°C). Metallurgical and Materials Transactions A, v. 42A, p. 3344-3348, 2011.

19. CABALLERO, F. G.; BHADESHIA, H. K. D. H.; MAWELLA, K. J. A.; JONES, D. G.; BROWN, P. Very Strong Low Temperature Bainite. Materials Science and Tecnology, v. 18, p. 279-284, 2002.

20. KOZESCHNIK, E.; BHADESHIA, H. K. D. H. Influence of silicon on cementite precipitation in steels. Materials Science and Technology, v. 24, n. 3, p. 343-347, 2008.

21. BHADESHIA, H. K. D. H.; EDMONDS, D. V. The Bainite Transformation in a Silicon Steel. Metallurgical Transactions A, v. 10A, p. 895-907, 1979.

22. LESLIE, W. C. The Physical Metallurgy of Steels. Mc Graw-Hill. New-York, NY, 396p, 1982.

23. CABALLERO, F. G.; BHADESHIA, H. K. D. H. Very Strong Bainite, Current Opinion in Solid State and Materials Science, v. 8, p. 251-257, 2004.

24. GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G.; BHADESHIA, H. K. D. H. Development of Hard Bainite, ISIJ International, v. 43, n. 8, p. 1238-1243, 2003.

25. GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G.; BHADESHIA, H. K. D. H. Superbainita. Una Nueva Microestructura Bainítica de Alta Resistencia, Rev. Metal. Madrid, v. 41, p. 186-193, 2005.

26. CHANG, L. C. Microstructures and Reaction Kinetics of Bainite Transformation in Si-rich Steels. Materials Science and Engineering A, v. 368, p. 175-182, 2004.

27. GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G.; BHADESHIA, H. K. D. H. Acceleration of Low-Temperature Bainite. ISIJ International, v. 43, p. 1821-1825, 2003.

28. CABALLERO, F. G.; BHADESHIA, H. K. D. H.; MAWELLA, K. J. A.; JONES, D. G. Design of Novel High Strength Bainitic Steels; Part 1. Materials Science and Technology, v. 17, p. 512-516, 2001.

29. CABALLERO, F. G.; BHADESHIA, H. K. D. H.; MAWELLA, K. J. A.; JONES, D. G. Design of Novel High Strength Bainitic Steels; Part 2. Materials Science and Technology, v. 17, p. 517-522, 2001.

30. SHERIF, M. Y. Characterisation and Development of Nanostructured, Ultrahigh Strength, and Ductile Bainitic Steels. PhD Thesis, University of Cambridge, 2006.

31. SPEER, J. G.; EDMONDS, D. V.; RIZZO, F. C.; MATLOCK, D. K. Partioning of Carbon From Supersatured Plates of Ferrite, With Application to Steel Processing and Fundamentals of the Bainite Transformation. Current Opinion in Solid State and Materials Science, v. 8, p. 219-237, 2004.

32. WANG, T. S.; LI, X. Y.; ZHANG, F. C.; ZHENG, Y. Z. Microstructures and Mechanical Properties of 60Si2CrVA Steel by Isothermal Transformation at Low Temperature, Materials Science and Engineering A, v. 438-440, p. 1124-1127, 2006.

33. HASE, K.; GARCIA-MATEO, C.; BHADESHIA, H. K. D. H. Bimodal Size-Distribution of Bainite Plates, Materials Science and Engineering A, v. 438-440, n. 25, p. 145-148, 2006.

34. CHAKRABORTY, J.; BHATTACHARJEE, D.; MANNA, I. Austempering of Bearing for Improved Mechanical Properties, Scripta Materialia, v. 59, p. 247-250, 2008.

35. CRUZ JUNIOR, J. A. Desenvolvimento do aço alto C-Si e Cr com matriz nanoestruturada de martensita e bainita. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2011. 116p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica).

36. CRUZ JUNIOR, J. A.; PINHEIRO, I. P.; RODRIGUES, T. F. M.; VIANA, V. D. C.; SANTOS, D. B. Bainite Formation at Low Temperatures in High C-Si Steel and its Mechanical Behavior. Journal of ASTM International, v. 8, p. 1-8, 2011.

37. CRUZ JUNIOR, J. A.; RODRIGUES, T. F. M.; VIANA, V. D. C.; ABREU, H.; SANTOS, D. B. Influence of Temperature and Time of Austempering Treatment on Mechanical Properties of SAE 9254 Commercial Steel. Steel Research International, v. 83, p. 22-31, 2012.

38. JACQUES, P. J.; GIRAULT, E.; HARLET, Ph.; DELANNAY, F. The Developments of Cold-rolled TRIP-assisted Multiphase Steels. Low Silicon TRIP-assisted Multiphase Steels. ISIJ International, v. 41, n. 9, p. 1061-1067, 2001.

39. YANG, H.S. Low-Carbon, Low-Temperature Bainite. Pohang: Graduate Institute of Ferrous Technology/Pohang University of Science and Technology, 2008. 84p. (Master Thesis, Master of Science in the Graduate Institute of Ferrous and Technology).

40. BARBACKI, A.; MIKOLAJSKI, E. Optimization of Heat Treatment Conditions for Maximum Toughness of High Strength Silicon Steel. Journal of Materials Processing Technology, v. 78, p. 18-23, 1998.

41. SUGIMOTO, K.; IIDA, T.; SAKAGUCHI, J.; KASHIMA, T. Retained Austenite Characteristics and Tensile Properties in a TRIP Type Bainitic Sheet Steel. ISIJ International, v. 40, n. 9, p. 902-908, 2000.

42. BHADESHIA, H. K. D. H.; EDMONDS, D. V. Bainite in Silicon Steels: New Composition-Property Approach Part 1. Metals Science, v. 17, p. 411-419, 1983.

43. BHADESHIA, H. K. D. H.; EDMONDS, D. V. The Mechanism of Bainite Formation in Steels. Acta Metallurgica, v. 28, p. 1265-1273, 1980.

44. BHADESHIA, H. K. D. H.; EDMONDS, D. V. Bainite in Silicon Steels: New Composition-Property Approach Part 2. Metals Science, v. 17, p. 420-425, 1983.

45. GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G.; CHAO, J.; CAPDEVILA, C.; GARCÍA DE ANDRÉS, C. Mechanical Stability of Retained Austenite During

Plastic Deformation of Super High Strength Carbide Free Bainitic Steels. Journal of Materials Science, v. 44, p. 4617-4624, 2009.

46. CABALLERO, F. G.; GARCIA-MATEO, C.; CHAO, J.; SANTOFIMIA, M. J.; CAPDEVILA, C.; GARCÍA DE ANDRÉS, C. Effects of Morphology and Stability of Retained Austenite on the Ductility of TRIP-aided Bainitic Steels. ISIJ International, v. 48, n. 9, p. 1256-1262, 2008.
47. MIIHKINEN, V. T. T.; EDMONDS, D. V. Fracture toughness of two experimental high-strength bainitic low-alloy steels containing silicon, Materials Science and Technology, v. 3, p. 441-449, 1987.
48. SHERIF, M. Y.; GARCÍA-MATEO, C.; SOURMAIL, T.; BHADESHIA, H. K. D. H. Stability of Retained Austenite in TRIP-assisted Steels. Materials Science and Technology, v. 20, p. 319-322, 2004.
49. SANTOFIMIA, M. J. La Transformación Bainítica Sin Formación de Carburos en Aceros. Madrid: Facultad de Ciencias Físicas, 2006. 223p.
50. GARCÍA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G. The Role of Retained Austenite on Tensile Properties of Steels with Bainitic Microstructures. Materials Transactions, v. 46, n. 8, p. 1839-1846, 2005.
51. BHADESHIA, H. K. D. H. The Dimensions of Steel. Ironmaking and Steelmaking, v. 34, n. 3, p. 194-199, 2007.
52. KRAUSS, G. Steels: Heat Treatment and Processing Principles. 1st ed. Colorado, ASM International, 1990.
53. VAN GENDEREN, M. J.; ISAC, M.; BOTTGER, A.; MITTEMEIJER, E. J. Aging and tempering behavior of Iron-Nickel-Carbon and Iron-Carbon martensite. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 28, p. 545-561, 1997.
54. IMAI, Y. Phases in quenched and tempered steels. Transactions of the Japan Institute of Metals, v. 16, p. 721-734, 1975.
55. OWEN, W. S.; The effect of silicon on the kinetics of tempering. Transactions ASM, v. 46, p. 812-829, 1954.

56. SHIH, C. H.; AVERBACH, B. L.; COHEN, M. Some effects of silicon on the mechanical properties of high strength steels. Transactions ASM, v. 48, p. 86-115, 1956.

57. GORDINE, J.; CODD, I. The influence of silicon up to 1.5 wt% on the tempering characteristics of a spring steel. Journal of the Iron and Steel Institute, v. 207, p. 461-467, 1969.

58. GARCIA-MATEO, C.; PEET, M.; CABALLERO, F. G.; BHADESHIA, H. K. D. H. Tempering of hard mixture of bainitic ferrite and austenite. Materials Science and Technology, v. 20, p. 814-818, 2004.

59. JUNIOR, J. A. C.; SANTOS, D. B. Effect of Tempering Temperature on Isothermal Decomposition Product Formed Below Ms. Journal of Materials Research and Technology, v. 2, p. 93-99, 2013.

60. ANDREWS, K. W. Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures. Journal of Iron and Steel Institute, v. 203, p. 721-727, 1965.

61. VOORT, G. F. V. Atlas of Time-Temperatures Diagrams for Irons and Steels. Ed. Metals Park, OH: ASM International. 1991. 804p.

62. ASTM E8 Standard Test Methods of Tension Testing of Metallic Materials.

63. ASTM E23 Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials.

64. STEVEN, W.; HAYNES, A. G. The Temperature of Formation of Martensite and Bainite in Low-alloy Steels. Journal of the Iron and Steel Institute, v. 183, p. 349-356, 1956.

65. RADCLIFFE, S.; ROLLASON, E. The Kinetics of the Formation of Bainite in High-Purity Iron-Carbon Alloys. Journal of the Iron and Steel Institute, v. 191, p. 56-65, 1959.

66. VAN BOHEMEN, S. M. C.; SANTOFIMIA, M. J.; SIETSMA, J. Experimental Evidence for Bainite Formation below Ms in Fe-0.66C. Scripta. Materialia. v. 58, p. 488-91, 2008.

67. KOLMSKOG, P.; BORGENSTAM, A.; HILLERT, M.; HEDSTRÖM, P.; BABU, S. S.; TERASAKI, H.; KOMIZO, Y. Direct Observation that Bainite can Grow

below Ms. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 43A, p. 4984-4988, 2012.

68. KOINSTINEN, D. P.; MARBURGER, R. E. A General Equation Prescribing the Extent of the Austenite-Martensite Transformation in Pure Iron-Carbon Alloys and Plain Carbon Steels. Acta Metallurgica, v. 7, p. 59-60, 1959.
69. CULLITY, B. D.; STOCH, S. R. Elements of X-ray Diffraction, 3ª ed. Prentice Hall, Inc., New Jersey, 2001. p. 348-361.
70. DYSON, D. J.; HOLMES, B. Effect of Alloying Additions on the Lattice Parameter of Austenite. Journal of the Iron and Steels Institute, v. 208, p. 469-474, 1970.
71. DIETER, G. E. Mechanical Metallurgy. 2nd ed. Mcgraw-Hill Kogakusha, LTD, 1976. 774 p.
72. SAHA PODDER, A.; BHADESHIA, H. K. D. H. Thermal stability of austenite retained in bainitic steels. Materials Science and Engineering A, v. 527, p. 2121-2128, 2010.
73. KRAUSS, G. Steels: Processing, Structure, and Performance. 1st ed. Ohio, ASM International, 2005. 602 p.
74. ZHANG, M. R.; GU, H. C. Fracture Toughness Nanostructured Railway Wheels. Engineering Fracture Mechanics, v. 75, p. 5113-5121, 2008.
75. BHADESHIA, H. K. D. H. High Performance Bainitic Steels. Materials Science Forum, v. 500-501, p. 63-74, 2005.
76. BHADESHIA, H. K. D. H. Some Phase Transformation in Steels. Materials Science and Technology, v. 15, p. 22-29, 1999.
77. SPEICH, G. R.; LESLIE, W. C. Tempering of Steel. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 3A, p. 1043-1054, 1972.
78. MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. Mechanical behavior of materials. 1st ed. Cambridge, Cambridge University Press, 2009.
79. YOUNG, C. H.; BHADESHIA, H. K. D. H. Strength of Mixtures of Bainite and Martensite, Materials Science and Technology, v. 10, p. 209-213, 1994.

80. TOMITA, Y.; OKABAYASHI, K. Improvement in lower temperature mechanical properties of 0.40 pct C–Ni–Cr–Mo ultrahigh strength steel with the second phase lower bainite, Metallurgical Transactions A, v. 14, p. 485-492, 1983.

81. TOMITA, Y.; OKABAYASHI, K. Heat treatment for improvement in lower temperature mechanical properties of 0.40 pct C–Cr–Mo ultra-high strength steel, Metallurgical Transactions A, v. 14, p. 2387–2393, 1983.

82. TOMITA, Y.; OKABAYASHI, K. Mechanical Properties of 0.40 Pct C-Ni-Cr-Mo High Strength Steel Having a Mixed Structure of Martensite and Bainite. Metallurgical Transactions A, v. 16A, p. 73-82, 1985.

83. CHANG, L. C.; BHADESHIA, H. K. D. H. Microstructure of Lower Bainite Formed at Large Undercoolings Below Bainite Start Temperature. Materials Science and Technology, v. 12, p. 233-236, 1996.

84. BHADESHIA, H. K. D. H. The Lower Bainite Transformation and the Significance of Carbide Precipitation. Acta Metallurgica, v. 28, p. 1103-1114, 1980.

85. BHADESHIA, H. K. D. H. Thermodynamic analysis of isothermal transformation diagrams. Metal Science, v. 16, p. 159-165, 1982.

86. MATSUDA, H.; BHADESHIA, H. K. D. H. Kinetics of the bainite transformation. Proceedings Royal Society London A, v. 460, p. 1707-1722, 2004.

87. JACQUES, P.; CORNET, X.; HARLET, Ph.; LADRIÈRE, J.; DELANNAY, F. Enhancement of the Mechanical Properties of a Low-Carbon, Low-Silicon Steel by Formation of a Multiphased Microstructure Containing Retained Austenite. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 29A, p. 2383-2393, 1998.

88. JACQUES, P.; FURNÉMONT, Q.; MERTENS, A.; DELANNAY, F. On the Sources of Work Hardening in Multiphase Steels Assisted by Transformation-Induced Plasticity. Philosophical Magazine A, v. 81, p. 1789-1812, 2001.

89. JACQUES, P.; LADRIÈRE, J.; DELANNAY, F. On the Influence of Interactions between Phases on the Mechanical Stability of Retained Austenite in Transformation-Induced Plasticity Multiphase Steels. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 32A, p. 2759-2768, 2001.

90. JACQUES, P. Transformation-Induced Plasticity for High Strength Formable Steels. Current Opinion in Solid State & Materials Science, v. 8, p. 259-265, 2004.

91. LIM, H.; LEE, M. G.; SUNG, J. H.; KIM, J. H.; WAGONER, R. H. Time-dependent Springback of Advanced High Strength Steels. International Journal Plasticity, v. 29, p. 42-59, 2012.

92. REED-HILL, R. E. Physical Metallurgy Principles. 2nd ed. New York: Litton Educational Publishing, 1973, 468p.

93. CABALLERO, F. G.; ROELOFS, H.; HASLER, St.; CAPDEVILA, C.; CHAO, J.; CORNIDE, J.; GARCIA-MATEO, C. Influence of Bainite Morphology on Impact Toughness of Continuously Cooled Cementite Free Bainitic Steels. Materials Science and Technology, v. 28, p. 95-102, 2012.

94. PUTATUNDA, S. K.; RAO, PP. Comparative Study of Fracture Toughness of Austempered Ductile Irons with Upper and Lower Ausferrite Microstructures. Materials Science and Technology, v. 14, p. 1257-1263, 1998.

95. YOOZBASHI, M. N.; YAZDANI, S.; WANG, T. S. Design of a New Nanostructured, high-Si Bainitic Steel with Lower Cost Production. Materials and Design, v. 32, p. 3248-3253, 2011.

96. BHADESHIA, H. K. D. H. The Design of Strong Tough and Affordable Engineering Alloys. The 37th John Player Memorial Lecture, p. 1-5, 2002.

97. GOURGUES, A. F.; FLOWER, H. M.; LINDLEY, T. C. Electron Backscattering Diffraction Study of Acicular Ferrite, Bainite, and Martensite Steel Microstructures. Materials Science and Technology, v. 16, p. 26-40, 2000.

98. SAEIDI, N.; EKRAMI, A. Comparison of mechanical properties of martensite/ferrite and bainite/ferrite dual phase 4340 steels. Materials Science and Engineering A, v. 523, p. 125-129, 2009.

99. AGLAN, H. A.; LIU, Z. Y.; HASSAN, M. F.; FATEH, M. Mechanical and Fracture behavior of Bainitic Rail Steel. Journal of Materials Processing Technology, v. 151, p. 268-274, 2004.

100. WANG, T. S.; YANG, J.; SHANG, C. J.; LI, X. Y.; ZHANG, B.; ZHANG, F. C. Microstructures and Impact Toughness of Low-Alloy High-Carbon Steel Austempered at Low Temperature. Scripta Materialia, v. 61, p. 434-437, 2009.

101. YOOZBASHI, M. N.; YAZDANI, S. Mechanical Properties of Nanostructured, Low Temperature Bainitic Steel Designed Using a Thermodynamic Model. Materials Science and Enginnering A, v. 527, p. 3200-3205, 2010.

102. YANG, J.; WANG, T. S.; ZHANG, B.; ZHANG, F. C. Microstructure and Mechanical Properties of High-Carbon Si-Al Rich Steel by Low-Temperature Austempering. Materials and Design, v. 35, p.170-174, 2012.

103. CABALLERO, F. G.; CHAO, J.; CORNIDE, J.; GARCIA-MATEO, C.; SANTOFIMIA, M. J.; CAPDEVILA, C. Toughness deterioration in advanced high strength bainitic steels. Materials Science and Engineering A, v. 525, p. 87-95, 2009.

104. WORLD AUTO STEEL. Advanced high-strength steels application. Disponível em: http://www.worldautosteel.org/Projects/AHSS-Guidelines.aspx. Acesso em Março de 2013.

105. GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G.; BHADESHIA, H. K. D. Mechanical Properties of Low-Temperature Bainite. Materials Science Forum, v. 500-501, p. 495-502, 2005.

106. GARCIA-MATEO, C.; CABALLERO, F. G. Ultra-high-strength Bainitic Steels. ISIJ International, v. 45, p. 1736-1740, 2005.

107. ROHRBACH, K.; SCHMIDT, M. Maraging steels. ASM International Handbook. Properties and selection iron, steels, and high-performance alloys. Materials Park, OH, pp. 793-800: 1990.

Publicações do autor relacionadas à tese

Os quatros últimos trabalhos publicados em revistas internacionais estão em anexo.

- **Cruz Junior, J. A.**; Pinheiro, I. P.; Rodrigues, T. F. M.; Viana, V. D. C. ; Santos, D. B. Bainite Formation at Low Temperatures in High C-Si Steel and its Mechanical Behavior. In: 18° IFHTSE International Congress, 2010. v. único. p. 4683-4691.

- **Cruz Junior, J. A.**; Pinheiro, I. P.; Rodrigues, T. F. M.; Viana, V. D. C. ; Santos, D. B. Bainite Formation at Low Temperatures in High C-Si Steel and its Mechanical Behavior. Journal of ASTM International (Online), v. 8, p. 103418, 2011.

- **Cruz Junior, J. A.**; Rodrigues, T. F. M.; Viana, V. D. C. ; Santos, D. B. Bainite Formation at Low Temperatures in High C-Si Steel and its Mechanical Behavior. Materials Science Forum, v. 706, p. 173-180, 2012.

- **Cruz Junior, J. A.** ; Rodrigues, T. F. M.; Viana, V. D. C. ; Abreu, H. ; Santos, D. B. Influence of Temperature and Time of Austempering Treatment on Mechanical Properties of SAE 9254 Commercial Steel. Steel Research International, v. 83, p. 22-31, 2012.

- **Cruz Junior, J. A.**; Santos, D. B. Efeito da Temperatura de Revenimento Sobre o Produto de Decomposição Isotérmica abaixo de M_i do Aço SAE 9254. In: 67° Congresso Internacional da ABM 2012, Rio de Janeiro. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Minas, 2012. v. único. p. 560-569.

- **Junior, J. A. C.**; Santos, D. B. Effect of Tempering Temperature on Isothermal Decomposition Product Formed Below M_s. Journal of Materials Research and Technology, v. 2, p. 93-99, 2013.
  Obs.: Reconhecimento do trabalho realizado pelo Prof. Harry Bhadeshia (ver o anexo).

- **Junior, J. A. C.**; Santos, D. B. Effect of Retained Austenite on Impact Toughness of the Multi-Phase Bainitic-Martensitic Steel. Proceedings Advanced Materials Research, v. 922, p. 298-303, 2014.

Anexo

Materials Science Forum Vols. 706-709 (2012) pp 173-180
© (2012) Trans Tech Publications, Switzerland
doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.706-709.173

BAINITE FORMATION AT LOW TEMPERATURES IN HIGH C-SI STEEL AND ITS MECHANICAL BEHAVIOR

José Alberto da Cruz Junior[1,a], Thiara Francis Mateus Rodrigues[1,b], Virgínia Dutra Costa Viana[1,c], Dagoberto Brandão Santos [1,d]

[1]Metallurgical and Materials Engineering Department – Federal University of Minas Gerais Av. Antônio Carlos, 6627 – Pampulha
Belo Horizonte - MG – Brazil - 31270-901

[a]josealbertocjr@yahoo.com.br, [b]thiarafrancis@gmail.com, [c]vdcviana@gmail.com, [d]dsantos@demet.ufmg.br

Keywords: Bainite, TRIP effect, Retained austenite.

Abstract. A significant amout of stabilized austenite can be obtained in high carbon steel containing high amounts of manganese and silicon (1.5-2 %). At relatively low temperatures the bainite plates formed are extremely thin, making the material very strong. In this study, the influence of the thermal cycle of austempering on the mechanical behavior of a spring steel 0.56C-1.43Si-0.58Mn-0.47Cr (wt. %), with TRIP effect was investigated. The thermal cycle consisted of heating three groups of hot-rolled wire steel at austenite field of 900°C for 300 s, and quickly transferring those to a metallic bath maintained at 200, 220 or 270°C, respectively, for different heat treatment times. The samples were then tested in tension and their microstructures were examined by scanning and transmission electron microscopy. The samples treated at 220°C showed higher elongation, yield strength and tensile strength than those maintained at 200 or 270°C. The high level of strength and ductility is due to a mixture of martensite and very fine bainitic ferrite with interlath film of retained austenite. The temperature has shown a strong influence on bainite formation kinetics. The fracture behavior of the steel was also evaluated using SEM fractography.

Introduction

Free carbides bainite steel with high strength and toughness has been currently designed using models based only on the theory of phase transformation [1]. This steel follows a conventional process, and shows mechanical properties comparable to the quenched and tempered martensitic steel.

The microstructure responsible for these mechanical properties consists of thin sheaves of bainitic ferrite separated by regions of austenite enriched in carbon. This austenite can then be transformed into martensite due to TRIP effect.

The TRIP effect (Transformation Induced Plasticity), originally published by Zackay [2], is due to the retained austenite transformation into martensite during deformation, which promotes a mechanical strength and ductility increase.

The original microstructure of TRIP steel consists of polygonal ferrite, bainite and a significant amount of retained austenite. By varying the steel chemical composition or modifying the parameters of the transformation process, the volume fraction of each constituent can be changed, causing significant modifications in mechanical properties [3,4]. In a recent study of Soliman [5], a methodology was introduced to control these steel properties, using bainitic transformation in two steps to create a bimodal bainite microstructure. The authors [5] used the dilatometric curves to show that when the partially processed steel is treated at lower temperatures, austenite decomposition occurs, which produces a second bainite generation. In the second step, the process is paused at increasing intervals as the bainite transformation temperature decreases. The decomposition of austenite into bainite can be controlled by adjusting the time of isothermal transformation.

All rights reserved. No part of contents of this paper may be reproduced or transmitted in any form or by any means without the written permission of TTP, www.ttp.net. (ID: 150.164.44.12-24/11/11,11:52:26)

Both, upper and lower bainite, consist of ferrite plates aggregates separated by regions called residual phases. According to the chemical composition, temperature and time of isothermal transformation, these phases may be composed of non-transformed austenite or constituents formed subsequently to the bainitic ferrite, such as martensite and carbides [6]. After Bhadeshia [7], when alloy steel with silicon or aluminum, transformed into upper bainite, is used, a microstructure with no carbides is obtained. The carbon partioning to the residual austenite is not precipitated as cementite, consequently the austenite is stabilized at room temperature. The microstructure consists of fine bainitic ferrite plates separated by regions of carbon-enriched austenite and martensite.

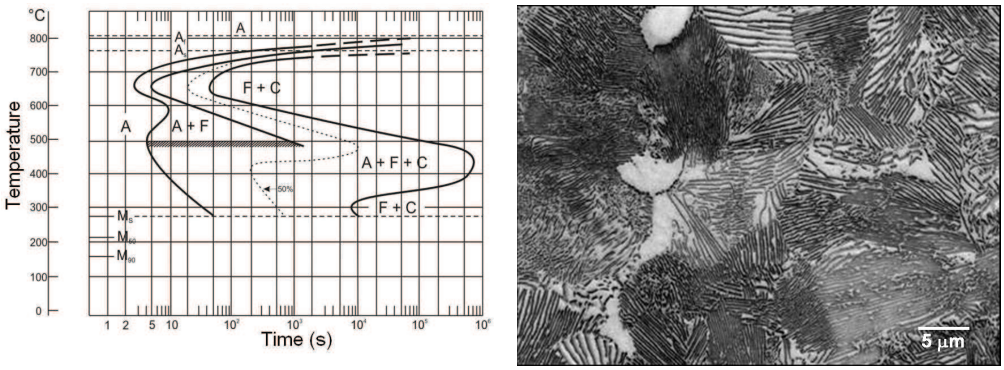
The steel presented in this research is used in industrial practice as quenched and tempered steel at 450ºC. However, heat treatment using only the austempering process can reduce the costs in large-scale production.

Therefore, this research, inspired by the favorable results of Bhadeshia [7], Wang [8] and Soliman [5], is aimed to investigate the influence of isothermal treatment on microstructure formation of high carbon and silicon steel, containing manganese and chromium, in order to obtain low temperature bainite. Afterwards, the mechanical behavior of this austempered steel was compared with the one quenched and tempered at 450ºC.

Experimental Procedure

The chemical composition of the steel is shown in Table 1, and the transformation temperatures, Ac1 and Ac3, estimated by empirical formulas and by the IT diagram, are shown in Fig. 1. This data is detailed in Santos work [9].

The samples of steel with 8 mm in diameter, whose original microstructure is shown in Fig. 1, were machined to reduced tensile size specimens to 4 mm diameter and 25 mm gage length. Then, they were austenitized at 900°C for 300 s and cooled rapidly to a hot bath of lead and tin (Sn60-Pb40) commercial alloy, which has a melting point below of 187°C. At the end of heat treatment time, the samples were air cooled. The bath was held in an AISI 304 stainless steel crucible. The austempering process temperature was monitored by a type K probe thermocouple inserted in the metallic bath. Four isothermal treatments were held with each group of samples, whose temperatures and their times are presented in Table 2.



(a) **(b)**

Fig. 1. (a) IT diagram of steel with a similar chemical composition to this work. (b) Scanning electron micrograph of the steel as hot rolled received. Etched with nital 2 %. Fine pearlite and pro-eutectoid ferrite (Vv 6.3 %) HV = 324.

Table 1. Chemical composition of the used steel (wt. %)

Steel	C	Mn	Si	Cr	Ac_1 (°C)	Ac_3 (°C)
C-Mn-Si	0.56	0.58	1.43	0.47	768	810

Samples of the same steel were quenched in oil from 900°C (cooling rate ≈ 22°C/s) and tempered at 450°C for 1h in order to compare their mechanical properties with austempered samples.

After the thermal cycles, the specimens were subjected to tensile testing in triplicate for each treatment applied. The tests were performed at room temperature with a cross head speed of 1 mm/min using an Instron ™ machine, model 5582. The yield strength, tensile strength and total elongation were determined. Then, the samples were prepared by the conventional metallographic methodology. The etch was carried out using 2 % nital etchant. Vickers microhardness measurements were performed with a load of 2.9 N (300 g) in all samples.

Table 2. Isothermal treatments conditions

Temperature (ºC)	Time (h)
207/222/271	0.5
202/221/272	2
202/221/274	24
206/225/269	48

The microstructural analysis was reported by transmission and scanning electron microscopy. For transmission electron microscopy (TEM) analysis, samples were prepared by an unconventional method that uses a focusing ion beam (FIB) coupled to a SEM. In this destructive technique, a rectangular region of the sample with dimensions of 10 x 2 μm^2 was previously selected for observation in TEM. A gallium ions (Ga^+) beam with a current of 1 nA to 10 pA and voltage 30 kV leads to an erosion depth of 2 μm around three of the four rectangle sides, and cuts the bottom of selected region, leaving the sample suspended for only one side. Finally, the sample is thinned to a thickness of 20 nm and is observed in TEM.

The retained austenite volume fraction was quantified using X-ray diffraction, by the direct comparison method [10]. This method uses the integration of most intensive peaks of austenite, characterized by the planes (111), (200), (220) and (311), and ferrite planes (110), (200), (211) and (220). The Nelson-Riley extrapolation method was used to calculate the precise austenite lattice parameter, a_γ. From this value, the carbon concentration in retained austenite was determined according to Eq. 1 [10,11].

$$C\gamma = \left(a\gamma - 3.555\right)/0.0044. \quad (1)$$

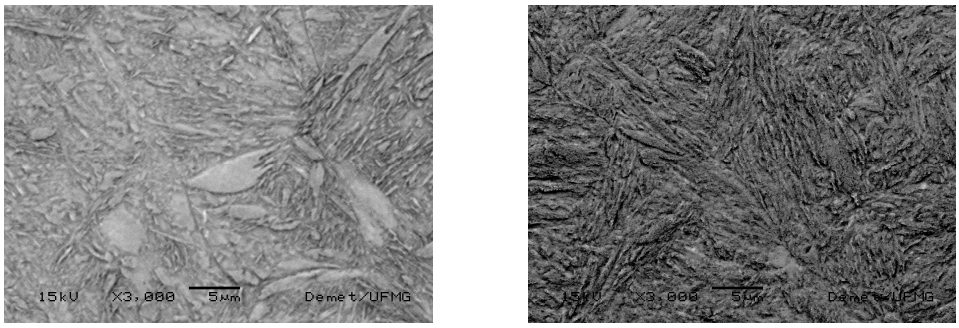
C_γ is the carbon concentration in retained austenite in wt. % and a_γ is given in Å. The fracture behavior of the steel was evaluated using SEM fractography.

Results and Discussion

Effect of Time and Temperature Treatment on the Microstructures. Scanning electron micrographs of quenched (884 HV) and tempered at 450°C for 1 h (565 HV) samples are shown in Fig. 2. The presence of carbides was noticed due to the martensite tempering and the retained austenite decomposition [12]. As the tempering temperature increases, martensite decomposition into ferrite and cementite is then enhanced [13]; as a result, there was a significant variation in the microhardness.

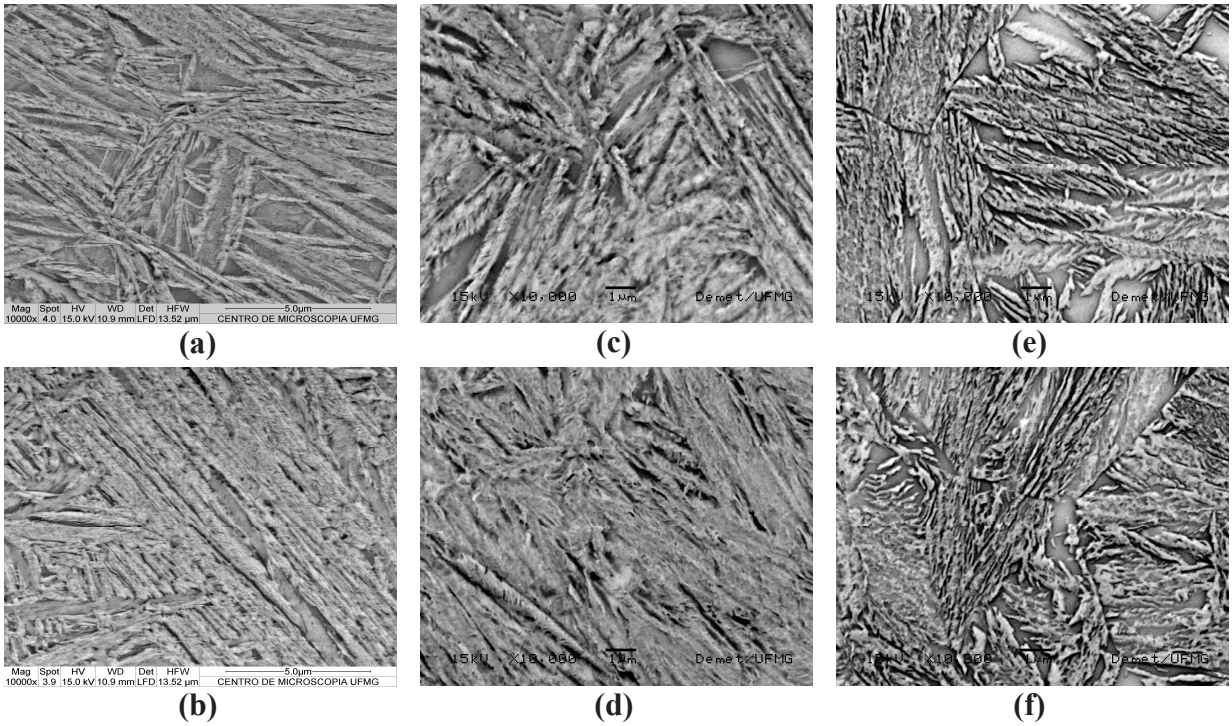
After austenitizing at 900°C for 300 s, the quenched sample contained a small amount of ferrite and martensite. The presence of ferrite indicates an incomplete austenitizing, despite the high temperature used [9].

In Fig. 3 scanning electron micrographs of samples treated at 200, 220 and 270°C are illustrated. The fine bainitic microstructure, which corresponds to the crosshatched regions, was characterized by Soliman and Palkowski [14].



(a) **(b)**

Fig. 2. Scanning electron micrograph of the samples after austenitizing at 900°C and (a) quenched, HV = 884 (b) quenched and tempered at 450°C for 1 h, HV = 565.



(a) **(c)** **(e)**

(b) **(d)** **(f)**

Fig. 3. Scanning electron micrographs of the samples after austenitizing at 900°C and transformed at 200ºC for (a) 0.5 h and (b) 48 h; at 220ºC for (c) 0.5 h and (d) 48 h and at 270°C for (e) 0.5 h, (f) 48 h, followed by air cooling. Etched with nital 2 %.

Comparing the microstructures from different temperatures and processing times, it was observed that the samples treated at 200°C contain a greater amount of untransformed retained austenite in blocks morphology, that decreases as the treatment time increases and the temperature becomes higher. Due to the lower temperature, the bainitic ferrite formation decreases. This occurs because, first, there is less austenite to transform once some martensite has formed during cooling from 900°C to austempering temperature (200°C); second, the carbon content in the austenite, corresponding to the curve T_0', increases with the temperature decrease and more sluggish became the reaction [1,7]. During the heat treatment the adifusional growth of bainite results in increased energy stored in the austenite [15].

At T_0' temperature, the transformation stops as both the ferrite and austenite reach the same chemical composition and equal values of free energy.

The IT diagram in Fig. 1 shows that about 50% of the microstructure corresponds to the martensite constituent in the samples isothermally treated at 220°C and the amount of martensite is yet higher in the samples austempered at 200°C. However, the treatment performed at 270°C, precede the start martensite transformation (M_s), so the presence of martensite in the microstructure is a result of the final cooling, after the isothermal treatment. The residual austenite in microstructure after first cooling (from austenitizing temperature) will be transformed into bainite during the isothermal treatment. The bainitic ferrite formation from the residual austenite is a very slow process and its amount increases with processing time [15].

The bainitic ferrite plates and thin films of retained austenite in the sample austempered at 200°C for 2 h were confirmed by transmission electron microscopy, Fig. 4. Martensite is also indicated in Fig. 4.

Transmission electron micrographs of the sample heat treated at 270°C for 0.5 h are presented in Fig. 5. It can be observed martensite and bainitic ferrite plates surrounded by thin retained austenite films in Fig. 5(a). The martensite plates containing microtwins are illustrated in detail in Fig. 5(b).

The carbon concentration and the amount of retained austenite present in the microstructure are recorded in Table 3.

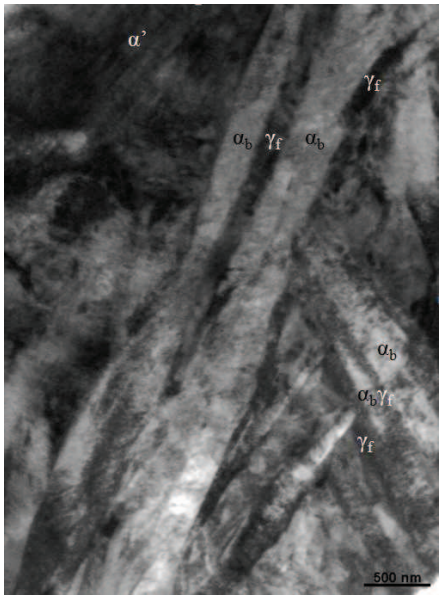


Fig 4. Transmission electron micrograph of the sample isothermally treated at 200°C for 2 h, α' martensite, α_b bainitic ferrite, γ_f retained austenite films.

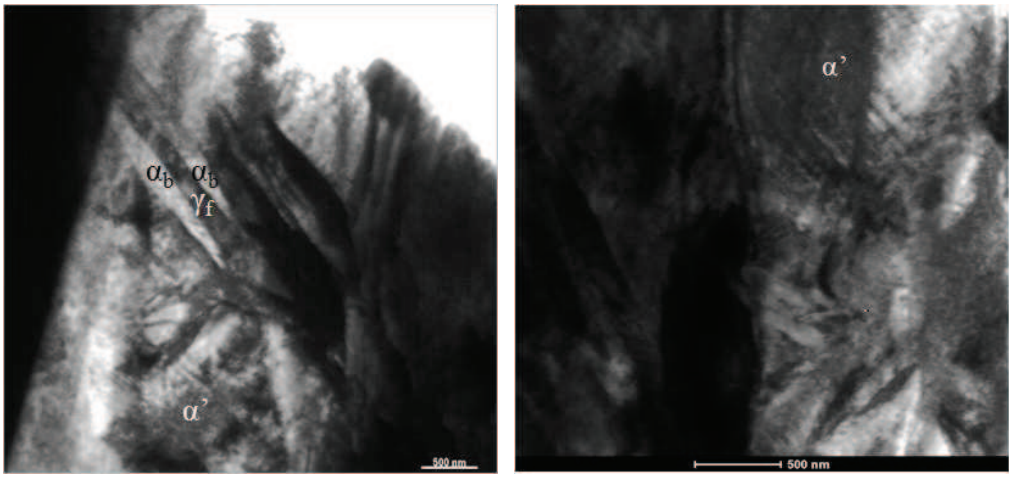


Fig. 5. Transmission electron micrograph of the sample isothermally treated at 270°C for 0.5 h (a) α' martensite, α_b bainitic ferrite; γ_f retained austenite film, (b) detail martensite twins.

According to Table 3, the retained austenite volume fraction is generally higher as higher is the austempering temperature. The ability for austenite to transform is controlled by carbon content. As carbon can diffuse more intensely at higher temperatures, the amount of bainite increases as the processing temperatures become higher, since the formation of bainite sheaves enriches with carbon the adjoining retained austenite. As the carbon content in retained austenite increases, the martensitic transformation starting temperature (M_s) becomes lower [16]; as a result, the volume fraction of martensite at room temperature will decrease.

Table 3. Volume fraction of retained austenite and carbon concentration (wt. %) under isothermal treatments conditions

Volume fraction and carbon content (wt%) in the retained austenite				
Temperature (°C)	Time (h)			
	0.5	2	24	48
200	7.6 (0.7)	12.2 (1.3)	8.5 (1.2)	8.2 (1.3)
220	9.2 (1.0)	7.4 (1.2)	6.6 (1.1)	6.3 (1.2)
270	10.3 (1.2)	11.2 (1.2)	12.6 (1.0)	7.3 (1.0)

Effect of Time and Transformation Temperature on the Mechanical Properties.

The mechanical properties results of tensile tests are plotted in Fig. 7. The tempering temperature of industrial practice (450°C) generated yield strength of 1568 MPa and a tensile strength of 1760 MPa. The samples austempered during 0.5 h and 2 h presented the lowest yield strength, (Fig. 7(a)). However, an increase was noticed for the sample treated for 24 h, remaining constant for the samples treated at 48 h. This difference is due to higher amount of bainitic ferrite formed. The tensile strength almost has not changed concerning to the treatment time.

The samples heat treated at 270°C (Fig. 7(b)) have lower mechanical properties than the specimens austempered at 200 and 220°C. This is due to a lower amount of fine ferrite bainitic sheaves. The result of the low temperature processing is the reduction in the size of the bainitic ferrite sheaves, which leads to an increase in the strength and toughness [16-18]. The first gives the largest contribution, up to 1,600 MPa, while the second provides a maximum of 500 MPa [17].

An important aspect that must be observed in Fig. 7(a,b) is the decrease of the tensile strength and the increase in yield strength for the samples treated at 270°C until the time of 24 h. This is a result of the increased amount of bainite in relation to the martensite as a function of time. These properties restart to increase for times longer than 24 h, when the amounts of fine bainitic ferrite increase. It can be observed in Fig. 7(c) that the ductility remains constant for all treatment times.

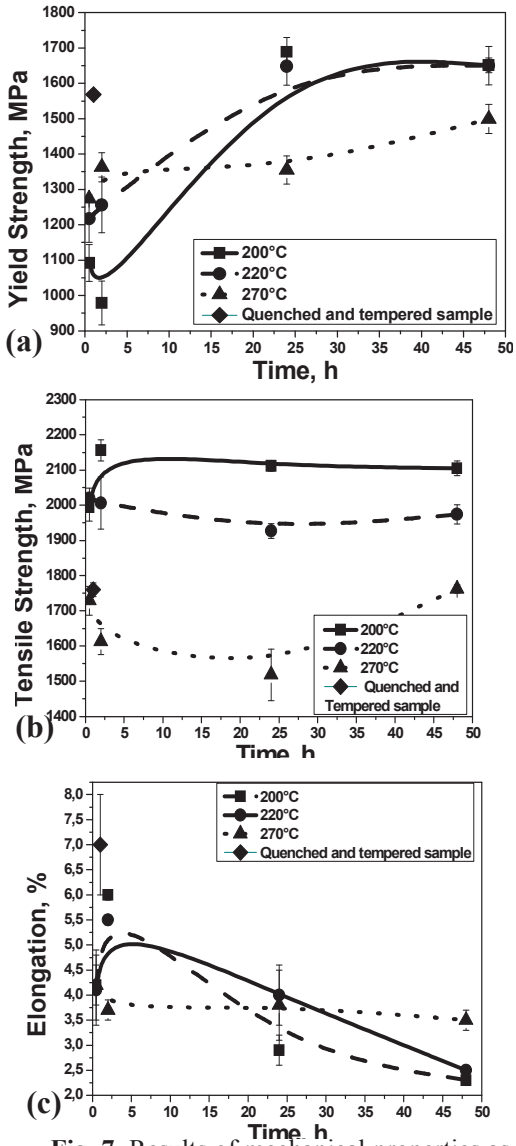
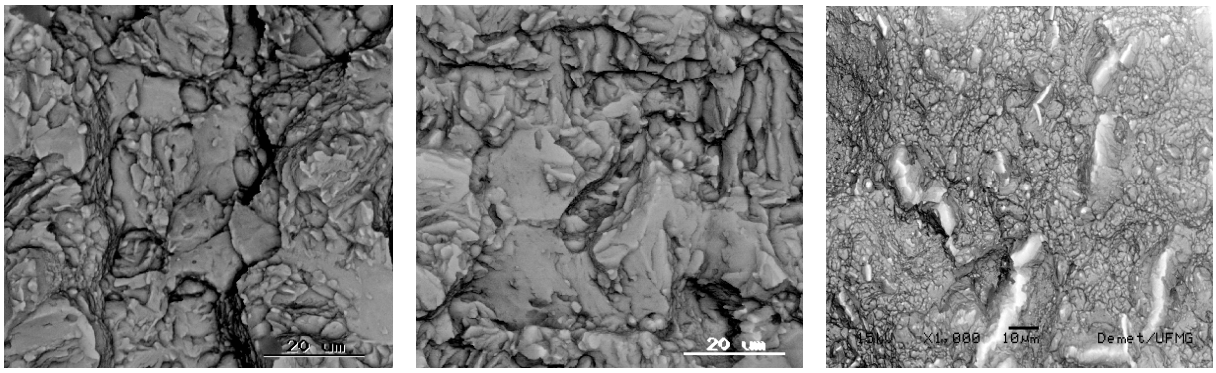


Fig. 7. Results of mechanical properties as a function of temperature and treatment time: (a) Yield Strength, (b) Tensile Strength and (c) Elongaion.

When temperature decreases, the austenite yield strength becomes higher. This promotes an increase in resistance to interface movement during the bainitic ferrite formation, which results in very fine sheaves [18]. It has been suggested [17] that the main strengthening mechanism is related to the very small thickness of the ferrite plates and to its high dislocation density (Fig.4, 5) [18,19].

Although the samples treated at 200 and 220°C have a larger amount of martensite than the samples treated at 270°C, they exhibit greater combinations of ductility and strength. According to previous studies [20,21], this can be attributed to the TRIP effect and the composite strengthening effect. Plastic deformation first occurs in the softer phase (austenite), rather than in the harder phase (martensite or bainite), which only begins to deform when the softer phase has strain hardened enough to transfer the load [22].

Fracture Surface Analysis. Fractographies of the samples treated for 48 h at 200, 220 and 270°C are shown in Fig. 8. In Fig. 8(a) the fracture surface is characterized by cleavage.



(a) **(b)** **(c)**.

Fig. 8. Fracture surfaces of samples austempered for 48 h at: (a) 200°C, (b) 220°C and (c) 270°C.

Some dimples can be easily noticed, which indicates some ductility during tensile tests. Although there is a mixture of fracture mechanisms, the brittle fracture is the dominant mechanism resulting from the large amount of martensite formed on the initial heat treatment cooling. The fracture surface in Fig. 8(b) is characterized by quasi-cleavage, i.e., a mixture of dimples and regions of cleavage, which indicates ductile and brittle fractures [23], respectively.

It can be observed in Fig. 8(c) the presence of cracks (delaminations). Tomita and Okabayashi [24] verified that this kind of cracks originate at the bainite and martensite interface. This is due to the high stress concentration that initiates along the two constituents interface, caused by a non-uniform deformation or strain incompatibilities [25].

Figure 8(c) characterizes a ductile fracture, despite containing regions of brittle fracture.

Conclusions

As the austempering temperature decreased, the samples showed a higher amount of martensite in the microstructure with less bainite and retained austenite. This microstructure is responsible for the differences between the mechanical behavior of the samples treated at 200 and 220°C compared with the ones austempered at 270°C.

The samples austempered at 200 and 220°C showed significant variation in yield strength for the treatment times of 2 and 24 h. Therefore, it might be necessary to extend the heat treatment time in order to increase mechanical properties. However, this will also increase the processing cost.

The sample quenched and tempered at 450°C for 1 h presented yield strength of 1568 MPa, tensile strength of 1760 MPa and total elongation of 7%. These values are closer to those obtained for the sample austempered at 270°C for 48 h. Otherwise, tensile strength over 2000 MPa was reached for temperatures of 200 and 220°C for short treatment times (0.5 and 2 h).

The samples treated at 270°C showed values for yield strength, tensile strength and total elongation lower than the samples treated at 220°C, due to lower volume fraction of fine bainite sheaves and martensite. However, the ductility is high for all austempering time.

Fractures of the samples austempered at 200 and 220°C have been characterized as brittle, caused by the majority presence of martensite. The samples treated at 270°C presented ductile fracture characterized by dimples formation.

References

[1] H.K.D.H. Badheshia: Mat. Sc. and Eng. A. Vol. 481-482, pp. 36-39, 2008.
[2] V.F. Zackay, E.R. Parker, D. Fahr, R. Busch: Trans. Am. Soc. Met., Vol. 60, pp. 252-259, 1967.
[3] F.G. Caballero, H.K.D.H. Bhadeshia, K.J.A. Mawella, D.G. Jones, P. Brown: Part 1 Mat. Sc. and Tech. Vol. 17, pp. 512 – 516, 2001.
[4] F.G. Caballero, H.K.D.H. Bhadeshia, K.J.A. Mawella, D.G. Jones, P. Brown: Part 2 Mat. Sc. and Tech. Vol. 17, pp. 517 – 522, 2001.
[5] M. Soliman, S. Luesing, M. Asadi, H. Palkowski: 3rd Inter. Conf. of Therm. Proc. of Steels, Padova, Italy, 2008, pp. 1-10.
[6] H.K.D.H. Badheshia. Bainite in Steels. 2nd ed. Cambridge: IOM Communications, England 2001. 478 pp. (ISBN 1-86125-112-2).
[7] F.G. Caballero, H.K.D.H. Badheshia: Cur. Opin. in Solid State Mat. Sc. No. 8, p. 251–257, 2004.
[8] T.S. Wang, X.Y. Li, F.G. Zhang, Y.Z. Zheng: Mat. Sc. and Eng. A. Vol. 438 – 440, pp. 1124-1124, 2006.
[9] D. B. Santos, R. Barbosa, P.P. Oliveira, E.V. Pereloma: ISIJ Inter. Vol. 49, pp.1592-1600, October 2009.
[10] Cullity, B. D., Stoch, S. R. Elements of X-ray Diffraction, 3rd ed. Prentice Hall, Inc., New Jersey, 2001. pp. 351-355.
[11] A. M. Streicher-Clarke, J. G. Speer, D. K. Matlock, D. L. Williamson and B. C. De Cooman: Met. Mater. Trans. A, Vol. 36A, pp. 907-918, 2005.
[12] C. Garcia-Mateo, M. Peet, F.G. Caballero, H.K.D.H. Badheshia: Mat. Sc. and Tech. Vol. 20, pp. 814 – 818, 2004.
[13] G. Krauss: Steels Processing, Structure, and Performance 3rd ed. Ohio, Materials Park, 2007. 613 pp.
[14] M. Soliman, H. Palkowski: ISIJ Inter. Vol. 47, No. 12, pp.1703-1710, 2007.
[15] H.K.D.H. Badheshia*:* Bainite in Steels 2nd ed. London: IMMM, 2001. 464 pp.
[16] A. Barbacki, E. Mikolajski: J. Mat. Proc. Tech. Vol. 78, pp. 18-23, 1998.
[17] S.B. Sing, H.K.D.H. Badheshia: Mat. Sc. and Eng. A, Vol. 245, pp. 72-79, 1997.
[18] C. Garcia-Mateo, F.G. Caballero: ISIJ Inter.Vol. 45, No. 11, pp. 1736–1740, 2005.
[19] C.H. Young, H.K.D.H. Badheshia: Mat. Sc. and Tech. Vol. 10, pp. 209–213, 1994.
[20] P.J. Jacques, E. Girault, Ph. Harlet, F. Delannay: ISIJ Inter. Vol. 41, No. 9, pp. 1061-1067, 2001.
[21] K. Sugimoto, T. Iida, J. Sakaguchi, T. Kashima: ISIJ Inter. Vol. 40, No. 9, pp. 902– 908, 2000.
[22] H.K.D.H. Badheshia: ISIJ Inter. Vol. 42, No. 9, pp. 1059 – 1060, 2002.
[23] N. Saeid, A. Ekrami: Mat. Sc. and Eng. A, Vol. 523, pp. 125-129, 2009.
[24] Y. Tomita, K. Okabayashi: Met. Trans. A, v. 16A, p. 73-82, 1985.
[25] J. Kadkhodapour, A. Butz, S. Ziaei Rad: doi: 10.1016/j.actamat.2010.12.039. Article in press, 2010.

Influence of Temperature and Time of Austempering Treatment on Mechanical Properties of SAE 9254 Commercial Steel

J. A. Cruz Jr.[1)]*, T. F. M. Rodrigues[1)], V. D. C. Viana[1)], H. Abreu[2)], and D. B. Santos[1)]

[1)] Metallurgical and Materials Engineering Department, Federal University of Minas Gerais, Belo Horizonte, Brazil
[2)] Metallurgical and Materials Engineering Department, Federal University of Ceará, Fortaleza, Brazil
* Corresponding author; e-mail: josealbertocjr@yahoo.com.br

This work describes the steps in the study and development of the high content of C, Si, and Cr in commercial steel with a nanostructured matrix of martensite, bainite and retained austenite. Specimens of this steel were austenitized at 900 °C for 5 min and isothermally heat treated at different times (0.5, 2, 24, 48 h) and temperatures (200, 220, 270 °C). Different mechanical behavior was observed for the samples treated under different conditions due to their microstructural constitution. Specimens treated for 2 h at 200 °C showed lower yield strength of 979 MPa. On the other hand a high tensile strength of 2248 MPa was reached. The sample treated at 270 °C showed higher yield strength of 1363 MPa with the same treatment time. As for the fracture analysis, the brittle fracture mechanism was predominant for the samples treated at 200 °C, while the ductile fracture mechanism was predominant for the samples treated at 270 °C.

Keywords: bainitic ferrite, fracture mechanism, martensite, mechanical properties, retained austenite

Submitted on 7 July 2011, accepted on 18 August 2011

Introduction

The production of carbide-free bainitic steel has increased in recent years with its introduction to the automotive industry [1, 2]. The microstructure of carbide-free bainitic steel consists of bainitic ferrite sheaves, carbon-enriched retained austenite and that may still contain martensite, resulting in an excellent combination of strength and toughness which is comparable to quenched and tempered martensitic steel. The retained austenite is present in two morphologies: thin films between bainitic ferrite subunits and blocks separating the sheaves. The first has a higher concentration of carbon, because the excess carbon in bainitic ferrite diffuses to austenite. Consequently the retained austenite films are more thermally and mechanically stable, [3, 4] while in the form of blocks and under the effects of stress and/or strain, transforms it into a hard brittle martensite, which contributes to lower toughness [5, 6].

The precipitation of cementite during bainite transformation can be avoided by the addition of 1.5 wt% Si which has a low solubility in cementite retarding its growth from austenite. The carbon rejected from cementite enriches the retained austenite causing the formation of the mixed microstructure described in the preceding paragraph. The absence of carbides results in a higher resistance to cleavage fracture and void formation [7–12].

It is believed that the ductility in these microstructures is controlled by the amount of retained austenite [13], which is its ductile phase. The presence of bainitic ferrite sheaves and martensite shows high toughness and strength. Young and Bhadeshia [14] showed that increasing the volume fraction of bainite in a microstructure containing martensite by 25% resulted in maximum yield strength.

Thus, this present study investigates the influence of different low heat treatment temperatures and times on the mechanical properties of SAE 9254 commercial steel in order to produce a carbide-free bainite, martensite and retained austenite nanostructure matrix. The SAE 9254 steel is used in the manufacturing of axels, coil springs and tools. It has a high content of C and Si but it does not have expensive alloy elements like Mo, Ni and Co which is used to obtain carbide free bainite [7–11].

Material and Experimental Procedure

SAE 9254 steel is used in the manufacturing of axels, coil springs and tools. Its composition and transformation temperatures, Ac_1 and Ac_3, estimated by the empirical formulas of Andrews [15] are listed in **Table 1**. The high concentration of Si is responsible for avoiding the carbides precipitation while the presence of Mn and Cr promote the hardenability and inhibits the formation of undesirable phases.

The steel was received in its hot rolled state and showed a microstructure of fine pearlite and some islands of pro-eutectoid ferrite (**Fig. 1**). The calculated volume fraction of pro-eutectoid ferrite was 0.06.

The tensile specimens with a 4 mm diameter and a 25 mm gauge length were austenitized at 900 °C for 5 min prior to isothermal heat treatments of 200, 220 and 270 °C for

Table 1. Chemical composition in wt.%.

Steel	C	Mn	Si	Cr	Ac_1(°C)	Ac_3(°C)
C–Mn–Si	0.56	0.58	1.43	0.47	766	820

 © 2011 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

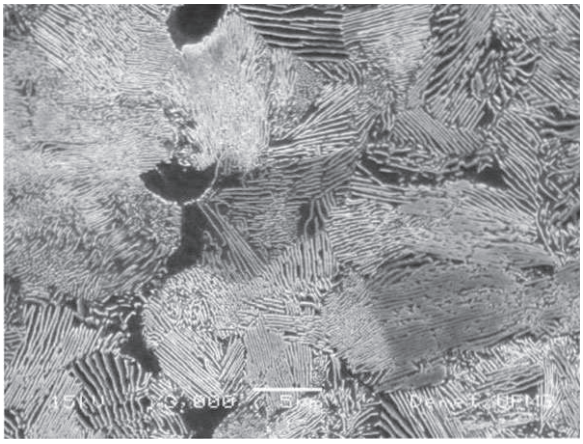


Figure 1. SEM micrograph of the hot rolled steel etched with 2% Nital.

different times – 0.5, 2, 24, 48 h – in order to obtain a microstructure with a mixture of bainite, martensite and retained austenite. The heat treatment was performed in an isothermal bath consisting of an alloy of Sn60-Pb40 that has a melting point below 200 °C. The temperature was controlled by a type K thermocouple. Finally, the specimens were air cooled to room temperature (**Fig. 2**).

The temperatures used for the heat treatments were chosen in order to obtain a multiphase microstructure. Martensite (M_s) and bainite (B_s) transformation start temperatures were respectively 594 and 278 °C, calculated according to equations (1) and (2) [16].

$$B_s\,(\circ C) = 830 - 270C - 90\,Mn - 37\,Ni - 70\,Cr - 83\,Mo \quad (1)$$

$$M_s\,(\circ C) = 539 - 423\,C - 30.4\,Mn - 17.7\,Ni - 12.1\,Cr - 7.5\,Mo \quad (2)$$

C, Mn, Cr, etc. are steel alloying elements (wt.%).

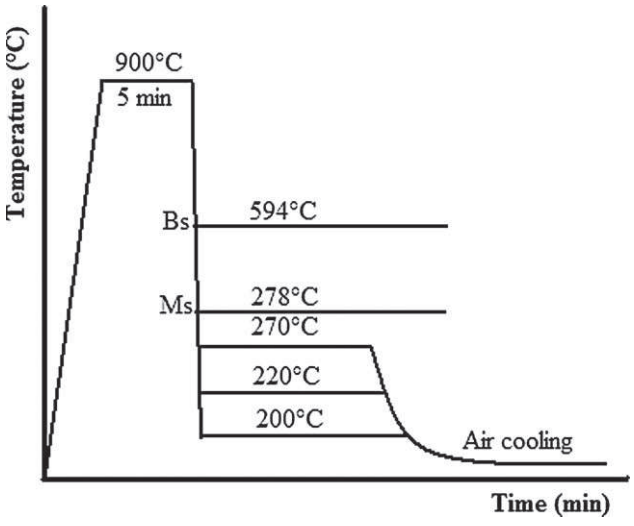


Figure 2. Schematic representation of heat treatment.

After the thermal cycles, the specimens were subjected to tensile testing in an Instron 5582 machine equipped with an extensometer of 10 mm. The tests were performed at room temperature with an equal strain rate $(\dot{\varepsilon}) = 10^{-3}s^{-1}$. From the engineering stress-strain curves, the yield strength (YS) and tensile strength (TS) were obtained. The uniform strain (ε_u) was obtained from the true stress-strain curve. Strain hardening was characterized by the incremental strain-hardening exponent obtained from the plastic stress-strain curve, equation 3.

$$n_i = d(\ln\sigma)/d(\ln\varepsilon) \quad (3)$$

The microhardness tests were performed with a Future Tech hardness machine, using the Vickers indenter with a load of 0.3 kg and a loading time of 20 s; twenty measurements were performed along the diameter of the samples. The specimens for the Tecnai-G2-20-FEI (200 kV) transmission electron microscope were prepared in an unconventional manner, using a focus ion beam (FIB) coupled to the scanning electron microscope (SEM). Due to this destructive technique, a thin film of Pt was deposited at the rectangular region of the sample with the dimensions of $10 \times 2\,\mu m^2$, in a way that the cut around the area did not damage the surface. After the deposition of the film, a gallium (Ga^+) ion beam with a current ranging from 1 nA to 10 pA, and a voltage of 30 kV was focused around the selected area causing a 2 mm erosion depth to three of the four sides of the rectangle vicinity, as a result of this the sample remained suspended on one of the rectangle sides. Finally, the sample was thinned to a thickness of 100 nm.

Scanning electron microscopy (SEM) performed the fracture surface analysis. Optical microscopy was also used to verify the fracture mechanism in the cross section normal to fracture surface.

The retained austenite volume fraction was quantified by X-ray diffraction using the direct comparison method. This method uses the integration of the most intensive austenite peaks, characterized by the planes (111), (200), (211) and (220). After grinding and polishing using diamond paste of 3 μm, the analysis was performed on a Philips PW 1710 diffractometer using Cu K_α radiation at a rate of 0.02°/min, voltage of 40 kV and current of 20 mA. The X-ray data diffraction was also used to determine the carbon concentration in retained austenite according to equation 4.

$$a_\gamma = 3.578 + 0.033\%C_\gamma \quad (4)$$

C_γ is the carbon concentration of retained austenite in wt.% and a_γ is its lattice parameter in Å [17, 18].

The metallographic specimen was then polished using colloidal silica for 30 minutes, and the EBSD measurements were calculated on a SEM working with a tungsten filament electron gun operating at an acceleration voltage of 20 kV. The EBSD packets used in this examination were a Channel 5 HKL technology, using a Nordlys II digital EBSD camera. The EBSD orientation cartography acquired a step size of 100 nm and by assuming the presence of two possible crystallographic phases: Fe-FCC for austenite and Fe-BCC

 © 2011 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

for ferrite, which is indeed mostly bainite (regions containing martensite were also indexed as BCC but they were associated with a low quality index of the diffraction patterns and can be distinguished from bainite).

The EBSD data was post-processed by the HKL CHANNEL 5 Tango software to obtain the microstructure information. The Oxford Channel 5 EBSD software has a tool called the Band Contrast or Band Slope which makes it possible to assign lower pixel values to martensite and bainite. Since each phase tended to have different BC value averages (this will be discussed in the discussion section) phase separation was attempted by using the BC parameter.

The distribution histogram of the misorientation angle corresponding to this last selection is directly calculated by the software for all its pairs of neighboring pixels. The low misorientations of the angles are corresponded to adjacent pixels belonging to the same phase and are not taken into account in the analysis [19–21].

Results and Discussion

Microstructural characterization. Bainitic ferrite sheaves, retained austenite films and martensite were observed in the TEM micrograph shown in **Fig. 3**. It is observed that the bainitic ferrite sheaves with a 200 nm thickness or less are separated from the retained austenite films. The increase in toughness and the ultimate tensile strength is attributed to the microstructure narrow thickness [22]. This is the result from the increased austenite resistance at low temperatures and increased free energy variations in the transformation [23].

The maximum amount of bainite that can be obtained at any temperature is limited by the fact that the carbon content of the residual austenite reaches the T'_0 curve of the phase diagram. At this point, the carbon-enriched austenite does not transform into bainite any further ($\Delta G^{\gamma\rightarrow\alpha} = 0$) [24]. The T_0 curve is the locus of all points, on a temperature versus carbon concentration plot, where austenite and ferrite of the same chemical composition have the same free energy. The T'_0 curve is defined similarly but takes into account the stored energy of the bainitic ferrite due to the displacive mechanism transformation of 400 J/mol [25].

The carbon concentrations of the retained austenite for the samples isothermally treated at different temperatures and times are shown in **Fig. 4(a)**. Figure 4(a) presents the theoretical values calculated for T'_0, T_0 and Ae_3 [26]. X-ray diffraction analyses were also used to calculate the amount of retained austenite present in the microstructure according to their treatment times and temperatures which the results are shown in Fig. 4(b). The retained austenite volume fraction is generally higher when the processing occurs at higher temperatures; as a result a smaller amount of martensite is formed. It is also possible to note that the retained austenite volume fraction decreases with the isothermal transformation time for all heat treatment temperatures. This occurs because a greater amount of bainitic ferrite is formed during the isothermal treatment [27]. In addition, for the sample treated at 200 °C for 0.5 h there is a smaller amount of retained austenite, since the treatment time was insufficient for the carbon-enriched austenite to reach its stability, therefore martensite can be formed during the final cooling down to room temperature.

The presence of high Si content in medium grade carbon steel prevents the formation of carbides during air cooling allowing the formation of retained austenite in the final microstructure [28]. The *Band Contrast* tool makes it possible to assign lower pixel values to martensite and bainite. This is very useful in the study of the orientation relationship between the displacive phases and the austenite. It is very easy for the EBSD technique to differentiate the

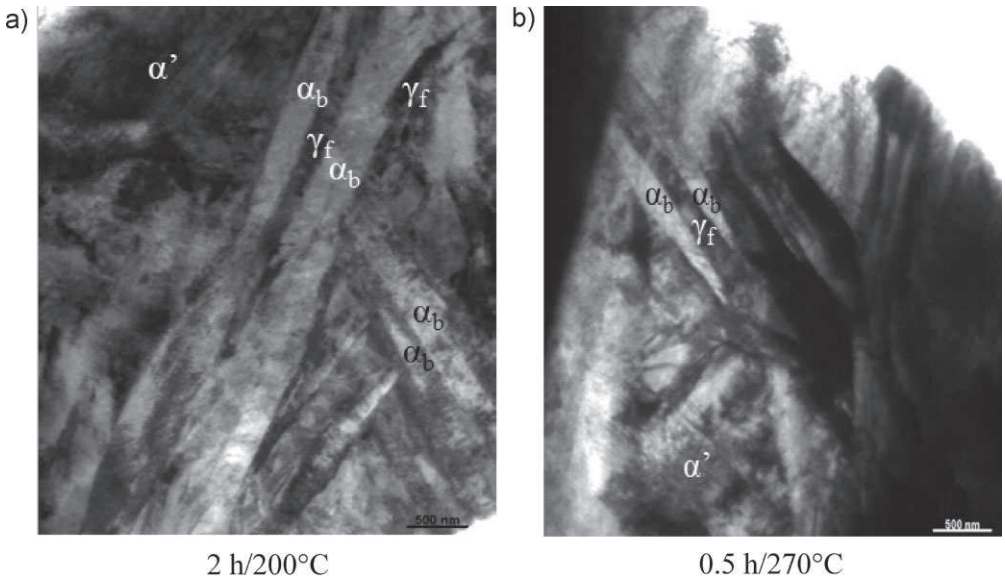


Figure 3. Shown are the transmission electron micrographs (TEM) after bainitic transformation at two different temperatures and times; α' martensite; α_b bainitic ferrite; γ_f retained austenite films.

 © 2011 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

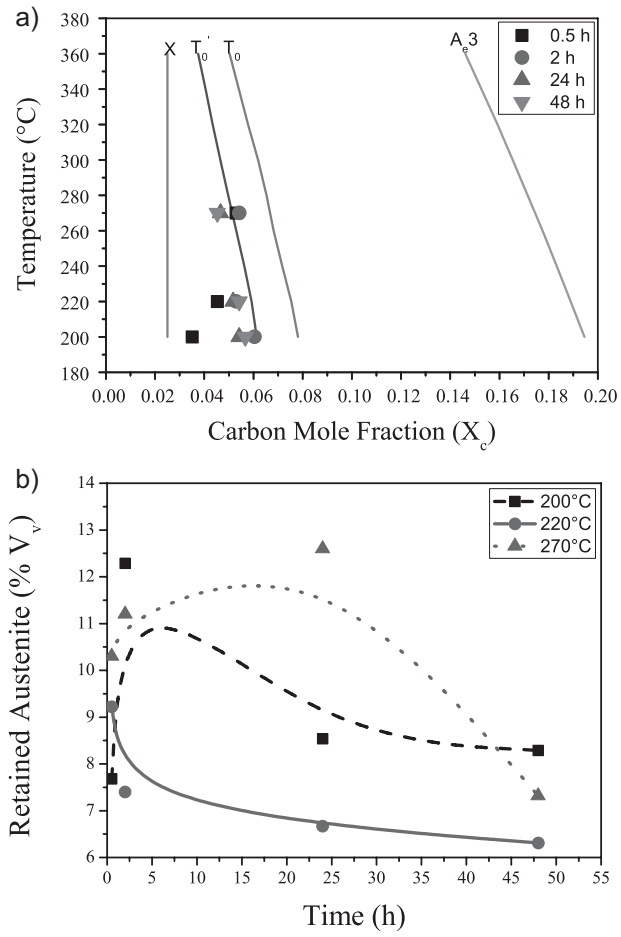


Figure 4. Comparison of experimental and calculated dataT'_0, A_e3. The vertical line (X) represents the carbon molar fraction in the steel (a); volume fraction of retained austenite as a function of time and temperature of the isothermal transformation (b).

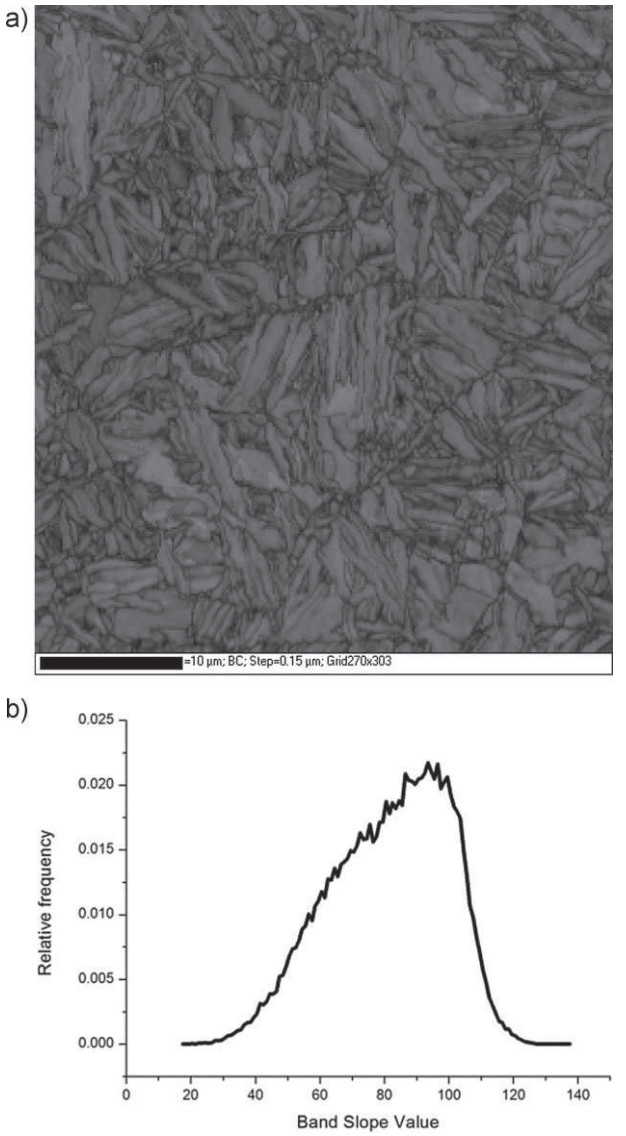


Figure 5. Band contrast map (a) and relative frequency of band slope values (b). This sample was austempered at 270 °C for 0.5 h.

retained austenite from the bainite or martensite since austenite is classed as FCC, bainite and martensite are classed as BCC or BCT. However, differentiating the bainite and martensite from ferrite with EBSD is very difficult. In the present steel, the relation c/a for martensite is 1.03 being almost impossible to differentiate bainite from martensite by EBSD with a standard SEM [29]. The dislocation density of martensite is higher than bainite and higher than ferrite. The regions with higher dislocation densities show worse image quality.

Fig. 5(a) shows the band contrast map for one measured region and Fig. 5(b) shows the distribution of band slope values. This sample was austempered at 270 °C for 0.5 h. The band slope values vary from 32 to 120. These values are similar to those obtained by Ryde [19] for a microstructure of ferrite, bainite and martensite. For this study it will be assumed that the band slope values above 80 correspond to bainite and any below this value will correspond to martensite.

Fig. 6 shows the band contrast map with a total of 3.7% of retained austenite painted in green. This value was underestimated when compared to the X-ray measurements. The austenite clearly appeared as a film, as well as a blocky morphology between bainitic ferrite. **Fig. 7(a)** and **(b)** are band contrast maps with band slopes above 80 (bainite) and below 80 (martensite). **Fig. 8(a)** and **(b)** show the orientation of both the bainite and martensite. They are inverse pole figures for the cross section plan of the sample. For both phases the most intense texture component is [001]. The position of misorientation axes is close to the ideal orientation relationships of Kurdmov-Sachs and Nishiama-Wasserman [20].

Mechanical properties. **Fig. 9** shows the stress-strain curves and the variation of strain hardening exponent n_i as a function of true strain after processing at 200 °C for different heat treatment times. For this temperature a larger amount of

 © 2011 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim



Figure 6. The band contrast with FCC phase in green. This sample was austempered at 270 °C for 0.5 h.

martensite is formed during the initial cooling from austenitizing temperature (Fig. 2).

According to Fig. 9(a) the yield strength is greater than 900 MPa and the tensile strength is ranging from 1990 to 2250 MPa. It is observed that the stress strain curves for the specimens isothermally treated for 0.5 and 2 h showed similar behaviors. However, a higher total elongation and tensile strength was reached for the specimens heat treated for 2 h. This is due to the retained austenite blocks

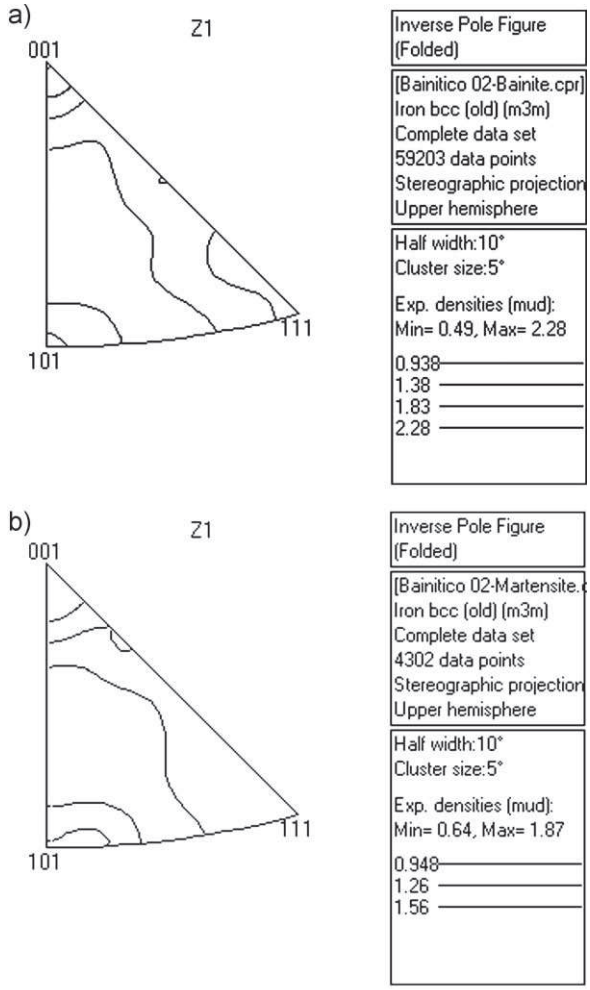


Figure 8. The inverse pole figures for bainite (a) and martensite (b) from the sample in Fig. 7.

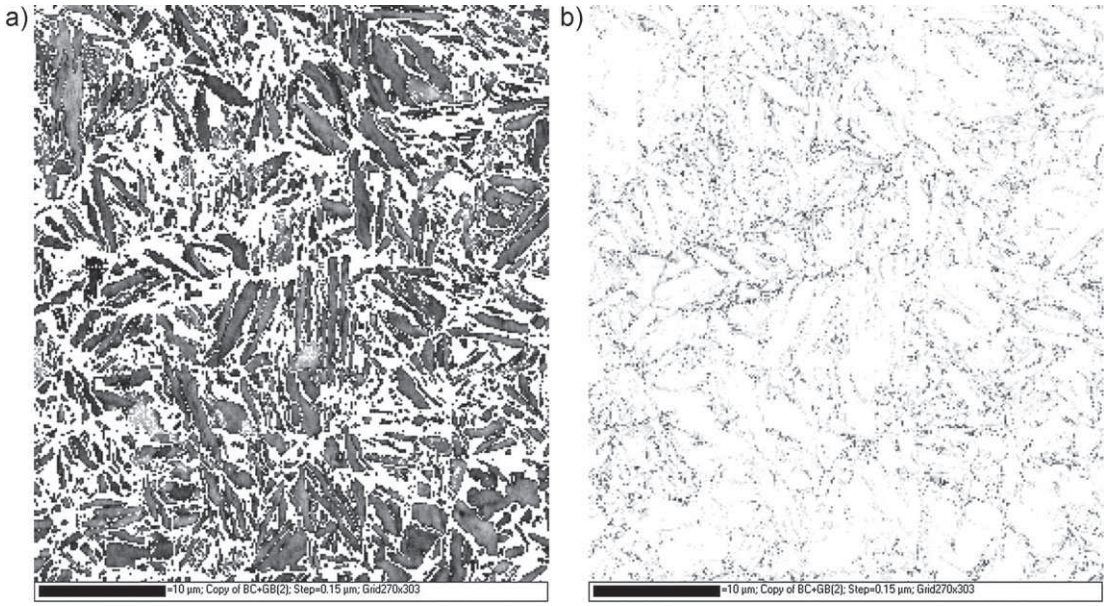


Figure 7. The band contrast maps for bainite (a) and for martensite (b). This sample was austempered at 270 °C for 0.5 h.

 © 2011 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

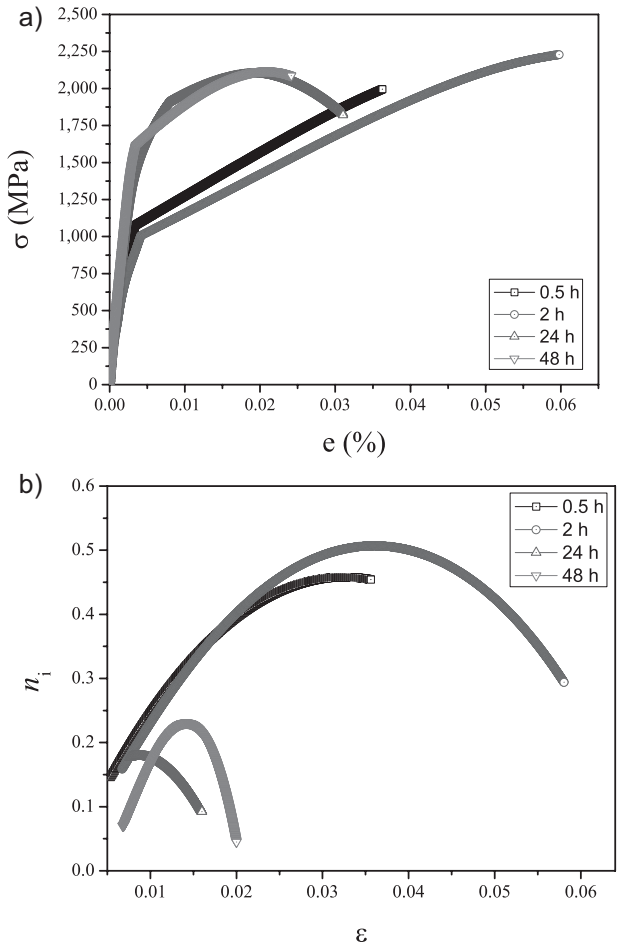


Figure 9. (a) shows the engineering stress-strain curves while (b) shows the incremental work hardening curves n_i obtained from the transformation at 200 °C for different heat treatment times.

morphology transformation into martensite by the TRIP effect during tensile test, which provides greater strength and total elongation. Evidence of the TRIP effect can be observed in Fig. 9(a) for the specimens isothermally treated by 0.5 and 2 h. This is because during the tensile test the blocks of retained austenite transform into hard, brittle and non-tempered martensite. This martensite thus contributes to the rupture of the specimens before the onset of necking [13]. Another evidence for ocurrence of the TRIP effect is the larger incremental work hardening, resulting in the increase of uniform elongation (Fig. 9(b)) and the tensile strength (Fig. 9(a)) [30, 31].

The specimens treated for 0.5 and 2 h showed lower yield strength compared to the specimens treated for 24 and 48 h due to the fact that the deformation first occurs in the blocks of the retained austenite (soft phase). The martensite (hard phase) only begins to deform when the strain hardening point of the austenite is high enough that the applied stress is able to start the deformation in the martensite [32].

The high strain hardening exponents achieved for the specimens treated for 0.5 and 2 h were associated with the transformation of the retained austenite blocks into martensite during the deformation. This high strain hardening exponent for a small plastic deformation is characteristic to all dual-phase steel, according to the work of Krauss and Matlock [33, 34]. On the contrary, the curves of the strain hardening exponent for the specimens treated for 24 and 48 h show a lower value, due to the presence of retained austenite films imbedded among the bainitic ferrite sheaves, which are more mechanically stable, and strain hardening occurs before reaching its tensile strength value, Fig. 9(a) [35].

For the transformation at 220 °C, a low amount of martensite was formed at the beginning of isothermal heat treatment, thereby reflecting on the final amounts of the constituents and consequently on the mechanical properties of the specimens (**Fig. 10**).

According to Fig. 10, a good combination of the mechanical properties was achieved for the specimens heat treated for 2 h – 1256 MPa (YS), 2000 MPa (TS) and 5.5% (EL). It also can be noted that there is a lower difference in the yield strength for the samples isothermally treated for 0.5 and 2 h to those treated for 24 and 48 h. This occurs because the amount bainitic ferrite increases as well with the treatment time. A lower strain hardening exponent for specimens treated for 24 and 48 h compared to the specimens

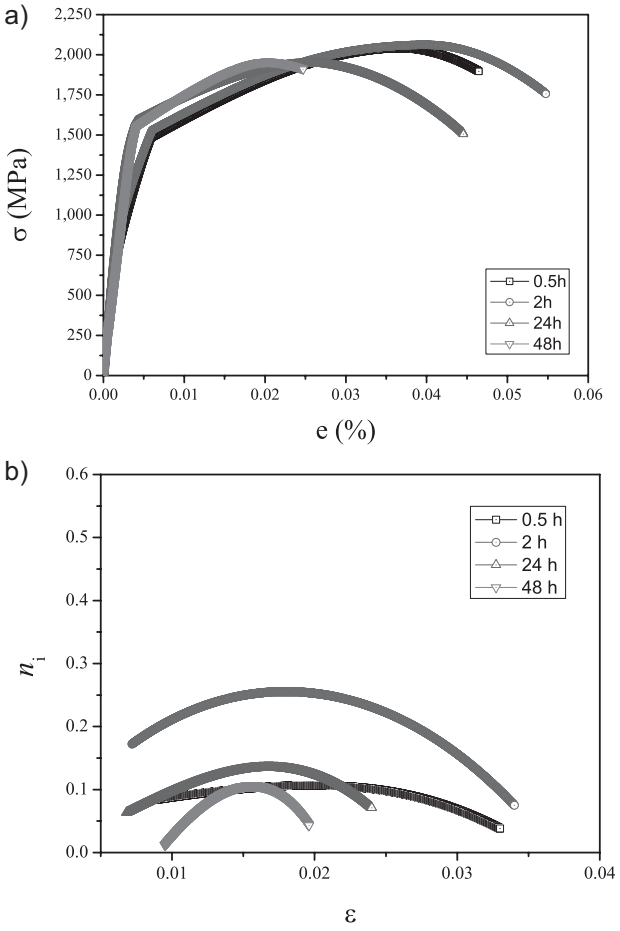


Figure 10. Presented in (a) are the engineering stress-strain curves and the incremental work hardening curves n_i, for the transformation at 220 °C for different treatment times in (b).

 © 2011 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

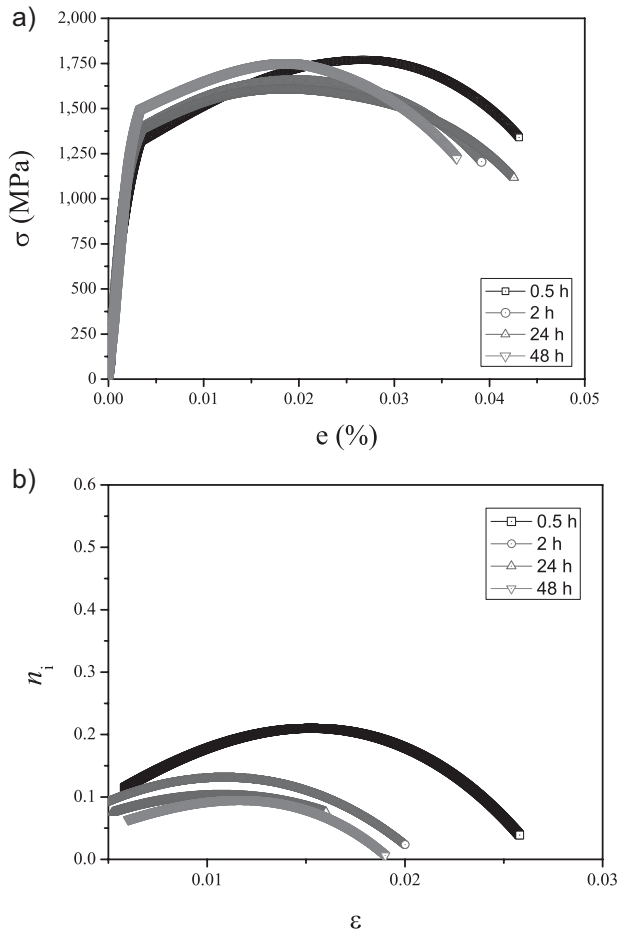


Figure 11. Shown are the engineering stress-strain curves (a) of the incremental work hardening n_i obtained after transformation at 270 °C for different heat treatment times (b).

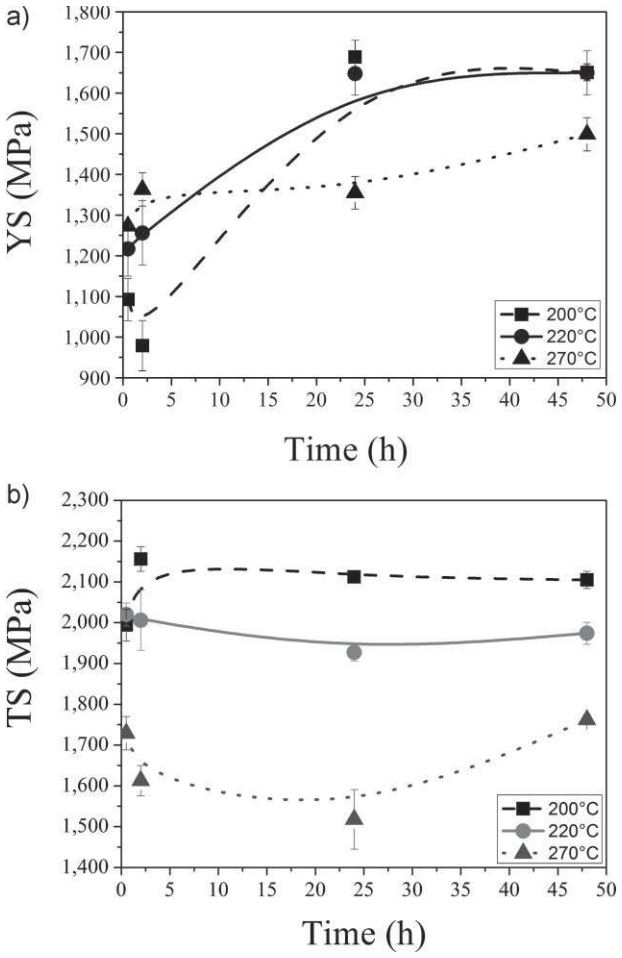


Figure 12. Yield strength (a) and tensile strength (b) as function of austempering time.

treated for 0.5 and 2 h (Fig. 9(b) and Fig. 10(b) was observed. This condition is associated with the higher mechanical stability of the retained austenite films.

The results shown in **Fig. 11** correspond to the highest temperature used in this study. In this case the lowest initial amount of martensite was formed when compared with the other two temperatures. Therefore, a greater amount of residual austenite is present to decompose into bainite during the isothermal treatment time. An important arrangement of mechanical properties was observed for the specimens treated for 0.5 h – 1273 MPa (YS), 1729 MPa (TS) and 4.2% (EL). The observation noticed is that the behavior of the strain hardening exponent is very similar, differing only for the specimen treated for 0.5 h. The hypothesis is that this isothermal treatment time was not sufficient enough for the bainitic transformation. Thus the presence of a great number of retained austenite blocks was responsible for the increase in the strain hardening exponent (Fig. 11(b)).

Comparison of mechanical properties. The results of the yield and tensile strength are show in **Fig. 12 (a)** and **(b)**.

According to Fig. 12(a), for the three temperatures used in this study the heat treatments of 0.5 and 2 h resulted in lower yield strength probably due to the greater amount of bainitic ferrite sheaves [27]. According to Miihkinen and Edmonds [36] the decrease in yield strength is associated with the increased amount of retained austenite. However, the tensile strength is less sensitive to the amount of retained austenite among the bainite sheaves.

The specimens treated at 200 and 220 °C showed a higher increase in yield strength for times of 24 and 48 h. These periods of heat treatment produce an important mixture of martensite and bainitic ferrite sheaves formed [14].

In Fig. 12(b) it is observed that the tensile strength almost does not change with the heat treatment time and its value increases while the temperature deceases. This occurs because the amount of martensite formed at the initial cooling is greater according to Fig. 2, thus providing an increase in tensile strength [37–39].

Fig. 13(a) shows that the lowest transformation temperature resulted in the highest microhardness. It is also observed that there was a small variation in the microhardness as a function of isothermal treatment time. This is

 © 2011 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

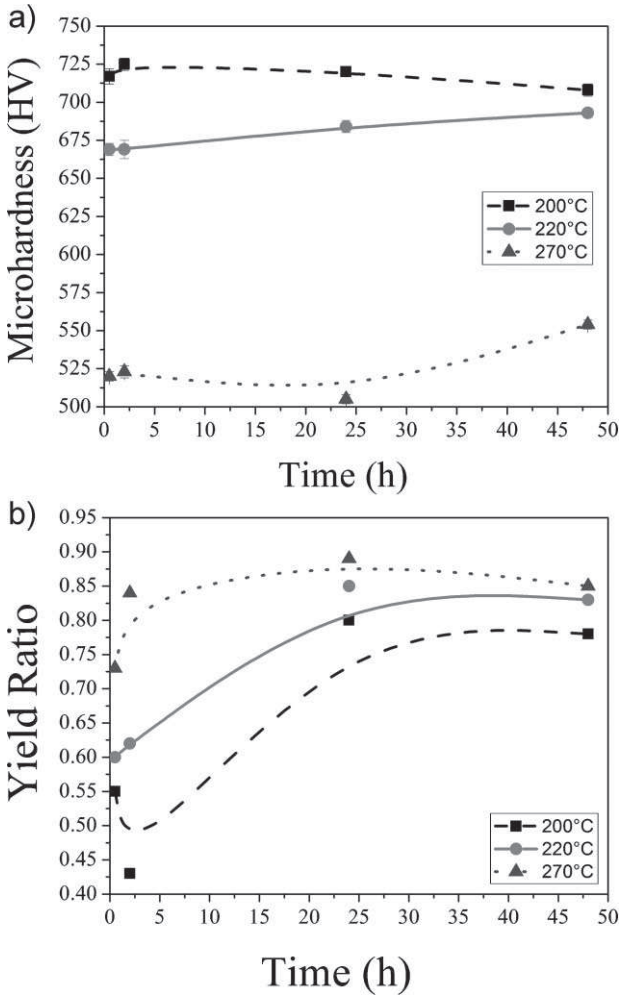


Figure 13. Microhardness (a) and yield ratio (b) as a function of temperature and austempering time.

associated with the difference in the amounts of the constituents formed during the isothermal treatment. High values of hardness result from the martensite and on the contrary low values reflect the influence of the bainite and retained austenite.

The yield ratio (YS/TS) is shown in Fig. 13(b). This parameter can be used to the evaluation of the strain hardening behavior [38]. As yield ratio decreases the strain hardening rate increases. This happens for short times and lower temperature of transformation, Figs. Fig. 9(b) – Fig. 11(b) and Fig. 13(b). The volume fraction of the martensite is playing an important role in this behavior due to the generation of mobile dislocations in the ferrite neighboring the martensite islands [39].

The isothermal heat treatments of 0.5 and 2 h showed the smallest values of yield ratio for the low temperatures of 200 and 220 °C. It is stated in literature that the lower value of yield ratio is due to the large amounts of retained austenite blocks in the microstructure [8, 13]. The largest volume fraction of the retained austenite in the microstructure can be accounted for the increase in the strain hardening rate.

However, it can be observed that the higher the time and temperature of the isothermal treatment the higher the yield ratio. The increase in treatment time provides a major transformation of residual austenite into bainite. The microstructure, as described before, is composed of bainitic ferrite sheaves interspersed with films of retained austenite. The increase of the bainite phase amount increases yield strength, and consequently, the yield ratio (YS/TS). Once again, the highest transformation temperature decreases the onset time of the transformation, providing a larger amount of bainitic ferrite and retained austenite films and consequently higher values of yield ratio for the lowest time of treatment.

Fracture surface analysis. The mechanical properties obtained from tensile tests result from the balance among constituents present in the microstructure - bainite, retained austenite and martensite. These constituents, in turn, allow an interpretation of the fracture mechanism that operates during the tensile test. **Fig. 14(a-f)** shows the fracture surface of specimens isothermally treated at 200 °C, 220 °C and 270 °C for 48 h.

Fig. 14(a) shows a fracture surface characterized by a brittle appearance which exhibits some ductility during tensile test, some microvoids can also be identified easily although there is a mixture of fracture mechanisms. The brittle fracture is dominant resulting in the large amount of martensite formed at the initial cooling.

In a recent study carried out by Saeidi and Ekrami [40] on dual-phase ferrite-martensite steel and ferrite-bainite AISI 4340 which the volume fraction of ferrite was established at 34% Vv, the results showed a mixture of fracture mechanisms during deformation operating simultaneously. In the case of dual-phase ferrite/martensite steel, there is a mixture of dimples and cleavage regions that characterize the ductile and brittle fracture, respectively. This fracture has been called quasi-cleavage. On the other side, for dual-phase ferrite/bainite steel, the ductile fracture mechanism is predominant. Fig. 14(e) shows a mixture of both fracture mechanisms, part is quasi-cleavage and part must be intergranular. Microvoids can be easily identified which is associated with some ductility during tensile test (Fig. 10(a)).

An important characteristic of the brittle fracture surface are the radial marks. These marks extend across the fracture surface nearly up to the free surface, where shear lips are formed at approximately 45° to normal direction of tensile stress [41]. When the fracture is nucleated on the sample surface, the initiation of the fracture region does not show shear lip (the arrows in Figs. 14(a) and (b)).

Fig. 14(c) and (f) characterize a ductile fracture, despite containing some brittle regions. Regions containing cracks can also be observed. When the fracture has only fibrous regions and a shear lip this is known as cup-cone, as is the case in Fig. 14(c). Tomita and Okabayashi [42] have also studied dual-phase (AISI 4340) bainite/martensite steel and found that the origin of the cracks were in the vicinity of the bainite and martensite's interface. This is due to the high

 © 2011 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

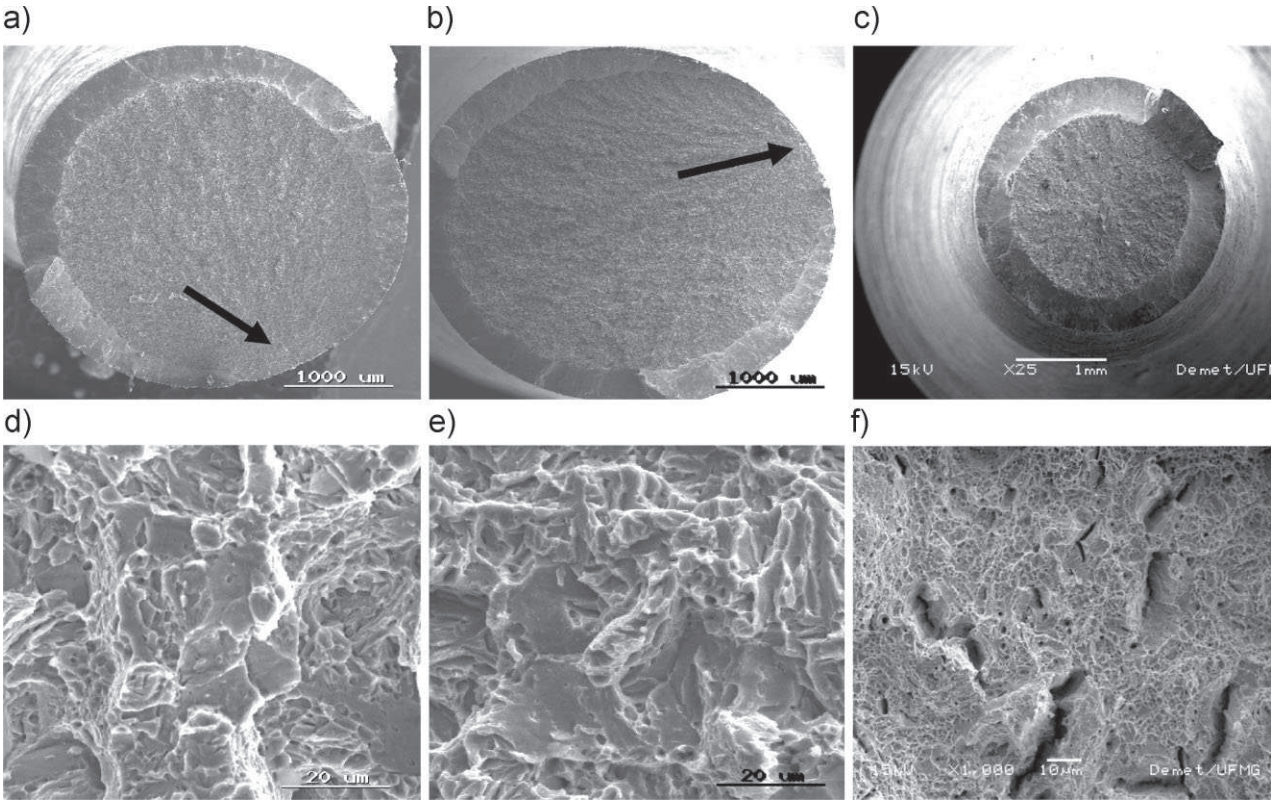


Figure 14. The fracture surfaces of specimens isothermally treated at three different temperatures for 48 h.

local internal stress initiated in the vicinity of the two phases of interface as a result of non-uniform strain. The same behavior was observed by Caballero *et al*. [43], whose results showed that the boundary between the martensite plates and the bainite matrix is the microstructural feature responsible for the crack nucleation.

Fig. 15(a and **b)** shows the optical micrographs of the cross-section and its nearby fractured surface for the specimens isothermally treated at 200 and 270 °C for 2 and 0.5 h.

In Fig. 15(a) the crack path appears in a zigzag and branching direction which is typical to an intergranular brittle fracture. This morphology is associated with a complex microstructure formed by bainitic ferrite sheaves interspersed with retained austenite films. Blocked austenite and martensite are the last mostly likely to be present in this phase of the isothermal treatment. Classical literature [16, 24] has shown that the blunting of the crack occurs at the bainite lath package and at the retained austenite films. The plastic deformation of the retained austenite films

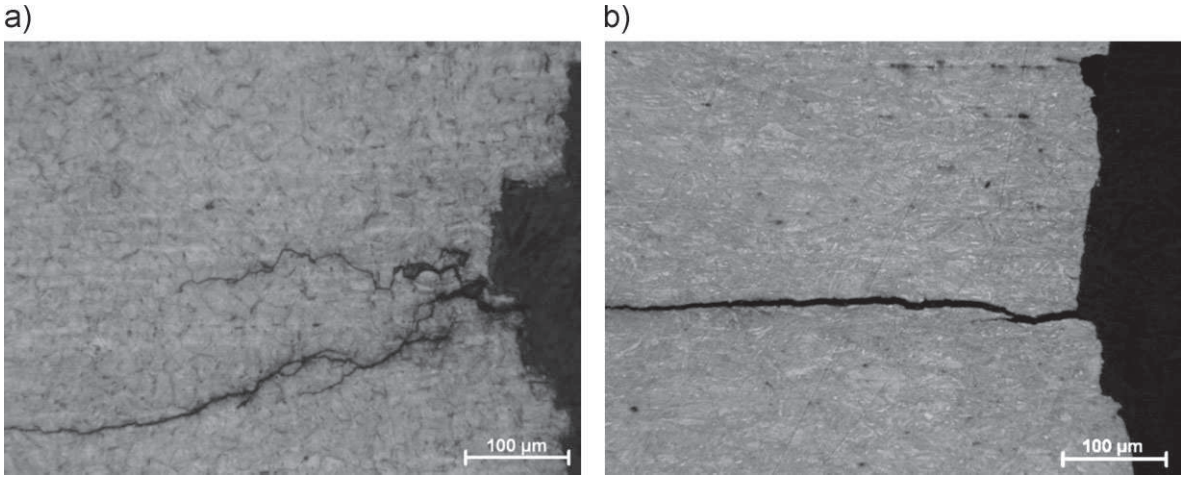


Figure 15. The micrographs of the fractured cross-section of the specimens isothermally treated at 200 °C for 2 h (a) and at 270 °C for 0.5 h (b).

 © 2011 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

present themselves between the bainitic ferrite sheaves and martensite. A smooth stress concentration on the crack tip which consumes the energy during its propagation; therefore, increases the resistance to crack propagation and decreases its propagation rate. According to Xu *et al.* [44] due to the large angle boundary of the martensite plate packet boundary of the neighboring bainite plate which reduces the effective grain size as a fatigue fracture unit. It leads to the change in crack orientation and crack branching, so more energy could be absorbed along the crack path (Fig. 15(a)). Although small in elongation there is a high strength associated with the high work hardening exponent in reference to Fig. 9(a) and (b). In Fig. 15(b) the specimen treated at 270 °C for 0.5 h the microstructure is composed mainly of bainitic ferrite sheaves interspersed with retained austenite films. There is a single crack with only non branching single direction of propagation. It characteristic to a transgranular fracture due to microvoids coalescence [41].

Conclusions

The SAE 9254 steel was isothermally heat treated at different temperatures and times. From the results of the experiments it can be concluded that:

1. It was observed that for the specimens treated for 2 h at 200 °C and for 0.5 h at 270 °C a multiphase microstructure was formed by bainitic ferrite sheaves interspersing with retained austenite films and martensite.
2. A pronounced TRIP effect was also noted for the specimens heat treated at 200 °C for 0.5 and 2 h due to a greater number of retained austenite blocks.
3. By increasing the isothermal treatment temperature for times of 0.5 and 2 h it can also be observed that yield strength increases (YS) which is due to the increased amount of bainitic ferrite.
4. The lower the isothermal treatment temperature the higher the tensile strength is again due to the increase in the amount of the martensite formed at the initial cooling.
5. For the specimens heat treated for 2 h at 200 °C a brittle fracture was the predominant mechanism with intergranular crack propagation. For the specimens heat treated for 0.5 h at 270 °C a ductile fracture mechanism with transgranular crack propagation was observed which resulted from microvoid coalescence.

Acknowledgements

This study was supported by FAPEMIG, State Foundation for Research Development of Minas Gerais, and CNPq, National Council for Technological and Research Development. Thanks also to Centro de Microscopia Eletrônica – UFMG for TEM micrographs.

References

[1] H. A. Aglan, Z. Y. Liu, M. F. Hassan, M. Fateh: J. Mater. Proc. Technol. 151 (2004) 268–274.
[2] K. Sawley, J. Kristan: Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. 26 (2003) 1019–1029.
[3] H. K. D. H. Bhadeshia, D. V. Edmonds: Metall. Trans. 10A (1979) 895–907.
[4] H. K. D. H. Bhadeshia, D. V. Edmonds: Met. Sci. 17 (1983) 420–425.
[5] C. Garcia-Mateo, F. G. Caballero, J. Chao, C. Capdevila, C. García de Andrés: J. Mater. Sci. 44 (2009) 4617–4624.
[6] F. G. Caballero, C. Garcia-Mateo, J. Chao, C. Capdevila, M. J. Santofimia, C. García de Andrés: ISIJ Int. 48 (2008) 1256–1262.
[7] F. G. Caballero, H. K. D. H. Bhadeshia, K. J. A. Mawella, D. G. Jones, P. Brown: Mat. Sci. Technol. 17 (2001) 512–516.
[8] F. G. Caballero, H. K. D. H. Bhadeshia, K. J. A. Mawella, D. G. Jones, P. Brown: Mat. Sci. Tech. 17 (2001) 517–522.
[9] F. G. Caballero, M. J. Santofimia, C. Capdevila, C. García-Mateo, C. García de Andrés: ISIJ Int. 46 (2006) 1479–1488.
[10] S. J. Matas, R. F. Hehemann: Trans. Met. Soc. AIME 221 (1961) 179–185.
[11] R. F. Hehemann: Phase Transformations, American Society for Metals, Metals Park, OH, 1970. 121–153 pp.
[12] R. Lehouillier, G. Begin, A. Dubé: Metall. Trans. 2A (1971) 2645–2653.
[13] B. P. J. Sandvik, H. P. Nevalainen: Met. Tech. 8 (1981) 213–220.
[14] C. H. Young, H. K. D. H. Bhadeshia: Mater. Sci. Tech. 10 (1994) 209–214.
[15] K. W. Andrews: J. Iron Steel Inst. 203 (1965) 721–727.
[16] R. W. K. Honeycombe, H. K. D. H. Bhadeshia: Steels Microstructure and Properties, 3rd ed. London: Gray Publishing, 1995. 95–154 pp.
[17] B. D. Cullity, S. R. Stock: Elements of X-ray Diffraction, 3rd Ed. Addison-Wesley Publishing Co., Inc., New York, 2001. 349–361 pp.
[18] D. J. Dyson, B. Holmes: J. Iron Steel Inst. 208 (1970) 469–474.
[19] L. Ryde: Mat. Sci. and Tech. Vol. 22, N. 11, (2006) 11297–1306.
[20] C. Cabus, H. Reglé, B. Bracroix: Mater. Charac. Vol. 58, (2007) 332–338.
[21] E. P. Kwon, S. F. Fujieda, K. Shinoda, S. Suzuki: Mat. Sc. Eng. A, Vol. 528, (2011) 5007–5017.
[22] F. G. Caballero, H. K. D. H. Bhadeshia: Curr. Opin. Solid State Mater. Sci. 8 (2004) 251–257.
[23] S. B. Singh, H. K. D. H. Bhadeshia: Mat. Sci. Eng. A. 245 (1998) 72–79.
[24] H. K. D. H. Bhadeshia: Bainite in Steels, 2nd ed. London: IOM Communications Ltd, 2001. 6–12 pp.
[25] H. K. D. H. Bhadeshia: Acta Met. 29 (1981) 1117–1130.
[26] Materials Algorithms Project (MAP), University of Cambridge: http://www.msm.cam.ac.uk/map/steel/programs/mucg46-b.html.
[27] N. V. Luzginova, L. Zhao, J. Sietsma: Mat. Sci. Eng. A. 481–482 (2008) 766–769.
[28] C. P. Luo, G. C. Weatherly, Liu. Zheng-Yi: Met. Mat. Trans. A, Vol. 23 N. 5, (1992) 1403–1411.
[29] EBSD image homepage, www.ebsdimage.org/documentation/qualitymetrics.htm#Ryde2006.
[30] O. Matsumura, Y. Sakuma, H. Takechi: Scr. Metall. 21 (1987) 1301–1306.
[31] K. Sugimoto, M. Tsunezawa, T. Hojo, S. Ikeda: ISIJ Int. 44 (2004) 1608–1614.
[32] H. K. D. H. Bhadeshia: Ironmaking and Steelmaking. 34 (2007) 194–199.
[33] D. K. Matlock, G. Krauss: Strain Hardening of Dual-Phase Steels: An Evaluation of the Importance of Processing History, ASM, Ohio, 1984. 47–87 pp.
[34] G. Krauss, D. K. Matlock: J. Phys. III. 5 (1995) 51–60.
[35] J. Chiang, B. Lawrence, J. D. Boyd, A. K. Pilkey: Mat. Sci. Eng. A. A528 (2011) 4516–4521.
[36] V. T. T. Miihkinen, D. V. Edmonds: Mat. Sci. Tech. 3 (1987) 432–440.
[37] R. G. Davies: Metall. Trans. 9A (1978) 671–678.
[38] D. Das, P. P. Chattopadhyay: J. Mat. Sc. (2009) 2957–2965.
[39] A. S. Podder, D. Bhattacharjee, R. K. Ray: ISIJ Int. (2007) 1058–1064.
[40] N. Saeidi, A. Ekrami: Mat. Sci. Eng. A 523 (2009) 125–129.
[41] G. E. Dieter: Mechanical Metallurgy, SI Metric Edition, London, McGraw-Hill, 1988, 262–265 pp.
[42] Y. Tomita, K. Okabayashi: Met. Trans. 16A, (1985) 73–82.
[43] F. G. Caballero, J. Chao, J. Cornide, C. García-Mateo, M. J. Santofimia, C. Capdevila: Mat. Sci. Eng. A 525, (2009) 87–95.
[44] X. Xu, Y. Yu, W. Cui, B. Bai, J. Gu: Int. J. Min. Met. Mat. 16 (2009) 285–292.

 © 2011 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

Document downloaded from http://http://jmrt.elsevier.es, day 12/07/2013. This copy is for personal use. Any transmission of this document by any media or format is strictly prohibited.

j mater res technol. 2013;2(2):93–99

jmr&t Journal of Materials Research and Technology

www.jmrt.com.br

Original article

Effect of tempering temperature on isothermal decomposition product formed below M_s

José Alberto da Cruz Junior, Dagoberto Brandão Santos*

Metallurgical, Materials and Mining Engineering Department, School of Engineering, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brazil

ARTICLE INFO

Article history:
Received 14 September 2012
Accepted 24 November 2012
Available online 14 June 2013

Keywords:
Martensite
Bainite
Retained austenite
Tempering
Microhardness

ABSTRACT

Recent papers have shown that bainitic ferrite plates can be produced by transformation at low temperatures, resulting in enhanced mechanical properties of martensitic steels and increased resistance to tempering. To that end, experimental investigations were performed on the formation of the microstructure in SAE 9254 steel during isothermal heat-treatment below the martensite start (M_s) temperature. After the isothermal heat-treatment, the same steel was subjected to tempering at various temperatures. Vickers microhardness measurements were performed on the isothermally heat-treated and tempered samples, and microhardness values for the samples were compared with those for quenched and tempered samples of the same steel. All the isothermally treated samples contained the martensite (α_μ), bainitic ferrite (α_b), and retained austenite (γ_r) phases. The retained austenite blocks (γ_b) decomposed in the samples tempered at 400 °C. A significant decrease in the microhardness value for the sample heat-treated at 270 °C can only be observed after the sample was tempered at 450 °C, because bainite was the predominant phase in the microstructure, which self-tempers as it forms.

© 2013 Brazilian Metallurgical, Materials and Mining Association. Published by Elsevier Editora Ltda. All rights reserved.

1. Introduction

The development of high-strength steels usually involves a balance between strength and toughness. It was previously found that the bainitic microstructure reaches an ultimate tensile strength 2.3 GPa and a toughness of approximately 30 MPa $m^{1/2}$. This condition can be obtained in high-carbon, silicon-rich steels by transformation at low temperatures [1–3]. The bainitic microstructure in high-silicon steel consists of bainitic ferrite (α_b) sheaves separated by carbon-enriched retained austenite (γ_r) [4,5]. The formation of carbides is prevented by the high silicon content [6]. The microstructure may also contain some martensite (α_μ), obtained from the residual austenite. The martensite (α_μ) is formed during the final cooling from isothermal heat treatment when the temperature decreases below the martensite start (M_s) temperature [7]. Although the bainitic microstructure can be formed by continuous cooling, it is usually formed by isothermal heat treatment in a process known as austempering [8]. The formation of bainite during isothermal heat treatment below M_s was first studied by Radcliffe and Rollason [9], who observed that the formation of bainite below M_s was associated with the presence of martensite plates that accelerate the

* *Corresponding author.*
E-mail: josealbertocjr@yahoo.com.br (J.A. da Cruz Junior).
2238-7854/$ – see front matter © 2013 Brazilian Metallurgical, Materials and Mining Association. Published by Elsevier Editora Ltda. All rights reserved.
http://dx.doi.org/10.1016/j.jmrt.2012.11.001

Document downloaded from http://http://jmrt.elsevier.es, day 12/07/2013. This copy is for personal use. Any transmission of this document by any media or format is strictly prohibited.

Table 1 – Chemical composition of C-Si steel in wt%.

Steel	C	Mn	Si	Cr	Ac_1 (°C)	Ac_3 (°C)
C-Si	0.56	0.58	1.43	0.47	766.00	820.00

nucleation of bainite in the region adjacent to untransformed austenite.

Van Bohemen et al. performed dilatometry measurements and microstructural observation to clarify the characteristics of the isothermal decomposition of austenite in a temperature range below M_s [10] and observed an increase in the dilation of the sample during isothermal heat treatment below M_s. They also observed that the magnitude of dilation of the sample during isothermal treatment below M_s was consistent with that of the dilation of the sample during isothermal treatment above M_s, which is evidence that the remaining austenite had decomposed into bainite. The main factor responsible for the strength of martensite is the carbon content in solid solution. Thus, the strength of the martensite microstructure is strongly affected by tempering [8]. Unlike martensite, bainite is the least sensitive to tempering because it autotempers during its formation [11]. The tempering resistance of bainitic steel is different from that of the equivalent martensitic steel. The tempering resistance is associated with intense precipitation of fine carbides when the retained austenite decomposes. Furthermore, the fine carbides precipitate between bainitic ferrite (α_b) plates; thus, preventing the coarsening of the fine carbides. Since the thickness of the sheaves plays a key role in determining the strength of steel, restricting the coarsening of carbides by precipitation explains the tempering resistance of bainite [12,13]. Thus, the present study aims to investigate the effect of tempering temperature on the microstructure and hardness of SAE 9254 steel isothermally heat treated below M_s.

2. Experimental procedure

SAE 9254 steel is used to manufacture axles and coil springs. Its chemical composition and transformation temperatures, Ac_1 and Ac_3, were estimated using the empirical formulas of Andrews [14] and are listed in Table 1. The high Si content is responsible for preventing carbide precipitation [15–17] while the presence of Mn and Cr promote the hardenability and inhibit the formation of undesirable constituent phases such as ferrite and pearlite in quenched steels.

The steel was received in the hot-rolled condition (8-mm diameter wire rod). The microstructure of the steel consisted of fine pearlite and some islands of pró-eutetóide ferrite. Specimens were austenitized at 900 °C for 5 min prior to isothermal heat treatment at 200 °C, 220 °C, and 270 °C for 0.5, 2, 24, and 48 h in order to obtain a multiphase microstructure consisting of bainite, martensite, and retained austenite. The heat treatment was performed in an isothermal bath consisting of an alloy of Sn_{60}–Pb_{40}, which has a melting point below 200 °C. A type K thermocouple was inserted into the bath to control the temperature throughout heat treatment. After the isothermal heat treatment, the specimens were air-cooled to room temperature. Finally, the specimens were tempered at 350 °C, 400 °C, and 450 °C for 1 h (Fig. 1).

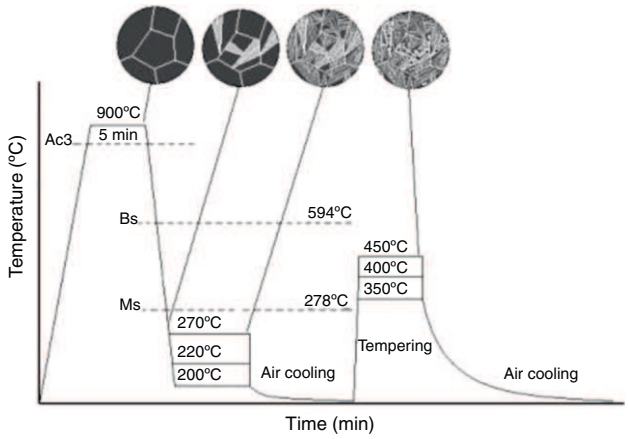


Fig. 1 – Schematic representation of heat treatments.

The transformation start temperatures for martensite (M_s) and bainite (B_s) were calculated as 594 °C and 278 °C, respectively, according to Eqs. (1) and (2) [18]. Samples of the same steel were quenched in oil (cooling rate ≈ 22 °C/s) and tempered at 200 °C, 350 °C, 400 °C, and 450 °C for 1 h in order to compare their microhardnesses with those of isothermally heat-treated samples.

$$B_s\,(^\circ C) = 830 - 270C - 90Mn - 37Ni - 70Cr - 83Mo \quad (1)$$

$$M_s\,(^\circ C) = 539 - 423C - 30.4Mn - 17.7Ni - 12.1Cr - 7.5Mo \quad (2)$$

C, Mn, Cr, etc. are steel alloying elements (wt%).

The samples were prepared using conventional metallographic techniques. The samples were then etched using LePera etchant [19]. This enables the identification of the constituent phases because they appear as different colors: bainite and martensite appear blue and brown, respectively [20]. Microstructural analysis was performed using scanning electron microscopy (SEM, FEI, model Inspect S50). Microhardness tests were performed in a Future Tech hardness machine, using the Vickers indenter with a load of 0.3 kgf and a loading time of 20 s; twenty measurements were performed along the diameter of the samples.

The volume fraction of the retained austenite (γ_T) was quantified using X-ray diffraction and the direct comparison method. This method considers the integration of the most intensive austenite peaks characterized by the (1 1 1), (2 0 0), (3 1 1), and (2 2 0) planes. The analysis was performed on a Philips PW 1710 diffractometer with Cu Kα radiation, at a rate of 0.02°/min, a delay time of 1 s, a voltage of 40 kV, and a current of 20 mA. X-ray diffraction data were also used to determine the carbon content in the retained austenite according to Eq. (3):

$$a_\gamma = 3.578 + 0.033\%C_\gamma, \quad (3)$$

where C_γ is the carbon content (in wt%) in the retained austenite, and a_γ is the lattice parameter (in Å) of the retained austenite [21,22].

From Fig. 1, a certain amount of martensite ($V_{\alpha'}$) must be formed for the isothermal heat treatments performed below

Document downloaded from http://http://jmrt.elsevier.es, day 12/07/2013. This copy is for personal use. Any transmission of this document by any media or format is strictly prohibited.

M_s. $V_{\alpha'}$ can be estimated by applying the Koistinen–Marburger equation (4) [7]:

$$1 - V_{\alpha'} = \exp[-0.011(M_s - T_r)], \quad (4)$$

where M_s and $T_r = 25\,^{\circ}C$ represent the martensite-start and room temperatures, respectively. The martensite was tempered ($\alpha_{\mu t}$) during the isothermal treatment. The maximum fraction of bainite (V_b) formed at a given temperature is determined using Eq. (5):

$$V_b = \frac{C_\gamma - x}{C_\gamma - x_b}, \quad (5)$$

where C_γ is the carbon content in the retained austenite, x is the average carbon content in the alloy, and x_b is either the carbon content in the bainitic ferrite or in the solid solution ($x_b = 0.03$ wt.%) [23]. The volume fraction of the martensite (α_μ) formed after the final cooling was calculated based on the difference in the volume fraction of the previously formed remaining constituents.

3. Results and discussion

The volume fractions of the constituents are summarized in Table 2. The amount of martensite (α_μ) formed during final cooling strongly depends on the carbon content (C_γ) in the residual austenite. A higher carbon content (C_γ) was observed for isothermal treatment performed at 270 °C, causing M_s to decrease below room temperature so that martensite was not formed during the final cooling, as indicated in Table 2.

Table 2 – Volume fractions (%) of tempered martensite ($\alpha_{\mu t}$), bainitic ferrite (α_b), retained austenite (γ_r), carbon content in retained austenite (C_γ), and martensite (α_μ).

Temperature (°C)	Time (h)	$\alpha_{\mu t}$	α_b	γ_r	C_γ	α_μ
200	0.5	57.5	12.6	07.6	0.7	22.3
220	0.5	47.1	26.5	09.2	1.0	17.2
270	0.5	08.4	81.3	10.3	1.2	–

Fig. 2a–c shows optical micrographs of the samples that were etched with LePera etchant after isothermal heat treatment at 200 °C, 220 °C and 270 °C, respectively. Bainitic ferrite (α_b), retained austenite films (γ_f), and martensite (α_μ) were observed in transmission electron microscopy (TEM) micrograph of the samples isothermally heat treated at 200 °C and 270 °C, according to reference [24]. Fig. 2d–f shows the same samples; however, they were tempered at 400 °C for 1 h. Martensite (brown region) was predominantly observed in the samples isothermally heat treated at either 200 °C or 220 °C; the bainite is shown by the blue areas. Retained austenite blocks (γ_b), on the other hand, are shown by white regions.

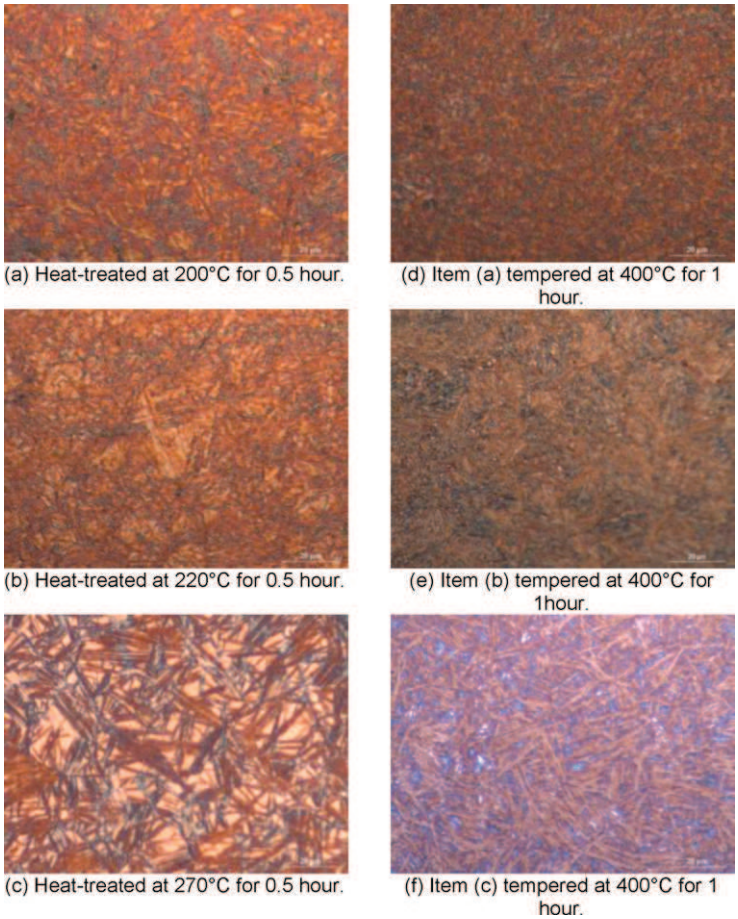


Fig. 2 – Optical micrographs of samples isothermally heat-treated at (a) 200 °C, (b) 220 °C, (c) 270 °C for 0.5 h. Figures (d), (e) and (f) represent same samples tempered at 400 °C for 1 h, respectively. Samples were etched with LePera etchant.

Document downloaded from http://http://jmrt.elsevier.es, day 12/07/2013. This copy is for personal use. Any transmission of this document by any media or format is strictly prohibited.

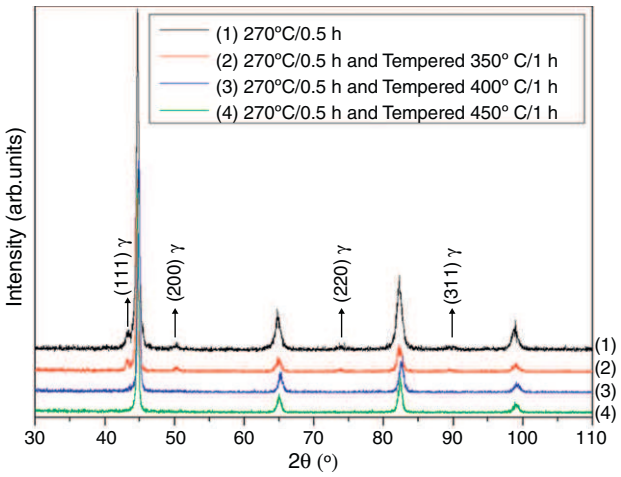


Fig. 3 – Effect of tempering temperatures on volume fraction of retained austenite.

Retained austenite blocks (γ_b) can easily be identified in the sample treated at 270 °C. Fewer white areas are present in the tempered samples because of austenite decomposition during tempering at 400 °C.

The decomposition of the retained austenite (γ_r) is indicated by the diffraction patterns obtained for the tempered samples. The intensities of the peaks representing the austenite phase decrease as the tempering temperature increases, as shown in Fig. 3.

The effect of the tempering temperature on the decomposition of the retained austenite (γ_r) is clearly observed in the sample isothermally heat-treated at 270 °C for 0.5 h since that sample contains more retained austenite (γ_r). The lower tempering temperature (350 °C) resulted in a decrease in the volume fraction of austenite. The volume fraction of the retained austenite (γ_r) and the carbon content (C_γ) were only calculated for the tempering temperature of 350 °C since the peaks for austenite are not defined for higher tempering temperatures (Fig. 3). The results are listed in Table 3.

The decomposition of the retained austenite (γ_r) is also clearly shown in the SEM micrographs. The various constituent phases in the samples and in the same samples isothermally heat-treated at 200 °C, 220 °C or 270 °C are shown in Fig. 4. The decomposition of the retained austenite blocks (γ_b) can easily be identified by the white arrows in Fig. 4e–f.

Fig. 5 shows graphs of microhardness versus tempering temperature for the quenched samples and the samples isothermally heat-treated at 200 °C, 220 °C, or 270 °C for various lengths of time.

The quenched samples have higher hardness values than the samples isothermally heat-treated at 200 °C, 220 °C, or 270 °C, which is attributed to the greater amount of martensite phase (α_μ) initially formed in the samples. Note that the microhardness values continuously decrease with increasing isothermal heat-treatment temperature since the amount of martensite formed during the initial cooling step decreases with increasing isothermal treatment temperature. A complete description of the tensile mechanical properties of SAE 9254 steel is given elsewhere in the literature [24].

The diffraction pattern for the sample isothermally transformed at 270 °C for 0.5 h and tempered at 400 °C does not show any peaks associated with retained austenite (Fig. 3). The decomposition of the retained austenite phase is clearly shown in Fig. 4f. According to Garcia-Mateo et al. [6], the decomposition of retained austenite starts at 450 °C after 0.5 h of tempering. Further, Fig. 4f shows that the decomposition of retained austenite primarily occurs in blocks (γ_b) because retained austenite films (γ_f) are more thermally stable than blocks (γ_b) since the retained austenite films (γ_f) have higher carbon content than the blocks [25].

The decomposition of retained austenite was previously observed by Podder and Bhadeshia [26]. They observed that a small amount of cementite precipitated from the austenite when the austenite was tempered at 450 °C for less than 1 h. Cementite precipitation led to a decrease in the carbon content of the austenite and consequently to the formation of untempered martensite upon cooling to room temperature.

Fig. 5 clearly shows that the microhardness of the samples decreases with increasing tempering temperature. Note that the lower microhardness value for the untempered sample is due to the bainite predominantly present in the sample, which is consistent with the formation of bainite below M_s [9,10] under all isothermal heat-treatment conditions. Further evidence of the formation of bainite below M_s is the difference in the microhardnesses of the sample quenched and tempered at 200 °C for 1 h and the sample isothermally treated at 200 °C for 0.5 h. Note that if the sample isothermally heat-treated at 200 °C for 0.5 h (715 HV) had only consisted of the martensite phase, the microhardness value of the sample would have been greater than or equal to that of sample quenched and tempered at 200 °C for 1 h (760 HV). However, the lower microhardness value of 715 HV is probably due to the presence of bainite in the sample. Moreover, the tempering temperature had a greater effect on the microhardness values for the quenched samples than it did on those for the isothermally heat-treated samples, which is consistent with the formation of bainite below M_s. A significant decrease in the microhardness value for the sample heat-treated at 270 °C could only be observed after the sample was tempered at 450 °C, because

Table 3 – Volume fraction of retained austenite (γ_r) and carbon content (C_γ) (wt.%) in sample tempered at 350 °C.

Isothermal heat treatment (°C, h)	200, 0.5		220, 0.5		270, 0.5	
Tempering temperature	γ_r	C_γ	γ_r	C_γ	γ_r	C_γ
350 °C	8.8	1.2	6.7	1.1	5.7	1.3

Document downloaded from http://http://jmrt.elsevier.es, day 12/07/2013. This copy is for personal use. Any transmission of this document by any media or format is strictly prohibited.

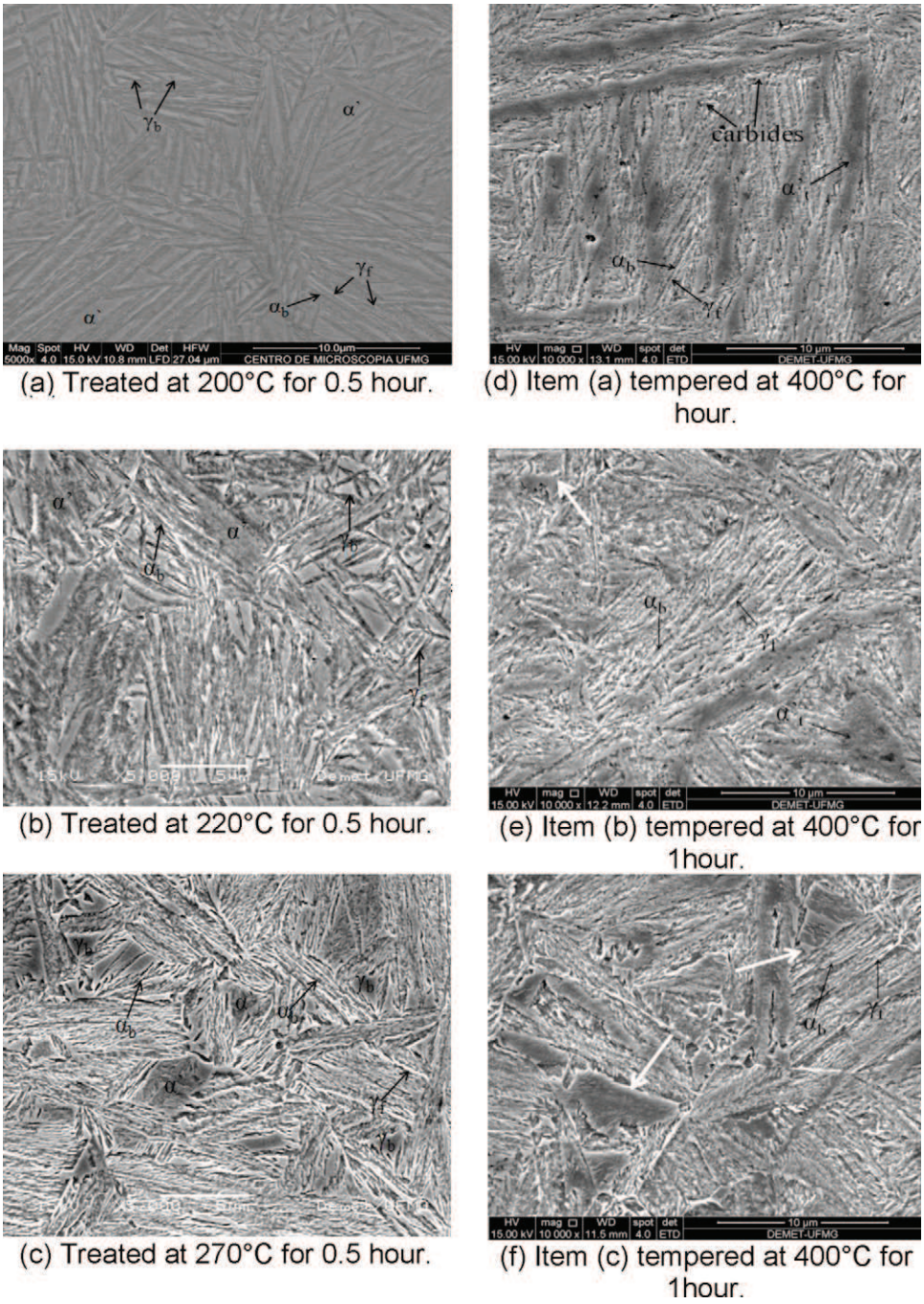


Fig. 4 – (a–c) SEM images of samples isothermally heat-treated for 0.5 h. Figures (d–f) show SEM images of same samples tempered at 400 °C for 1 h: martensite (α_μ), bainitic ferrite (α_b), and tempered martensite ($\alpha_{\mu t}$) phases, retained austenite films (γ_f) and retained austenite blocks (γ_b). Samples were etched with 2% Nital solution.

bainite was the predominant phase in the microstructure, which self-tempered as it formed [13,14].

Because the tensile strength (TS) is approximately equal to 3 times Vickers hardness value (HV) and because the fatigue limit (FL) corresponds to half of the tensile strength [27], the TS and FL values for SAE 9254 steel should be ≈1881 and ≈940.5 MPa, respectively, for the sample isothermally transformed at 200 °C and tempered at 400 °C. The SAE 9254 steel sample treated under these conditions has higher values for theoretical mechanical properties than the samples treated under the other conditions. The other treatments led to inferior mechanical properties. Moreover, commercial steel must be tempered at 400 °C to achieve the level of toughness appropriate for industrial application.

Document downloaded from http://http://jmrt.elsevier.es, day 12/07/2013. This copy is for personal use. Any transmission of this document by any media or format is strictly prohibited.

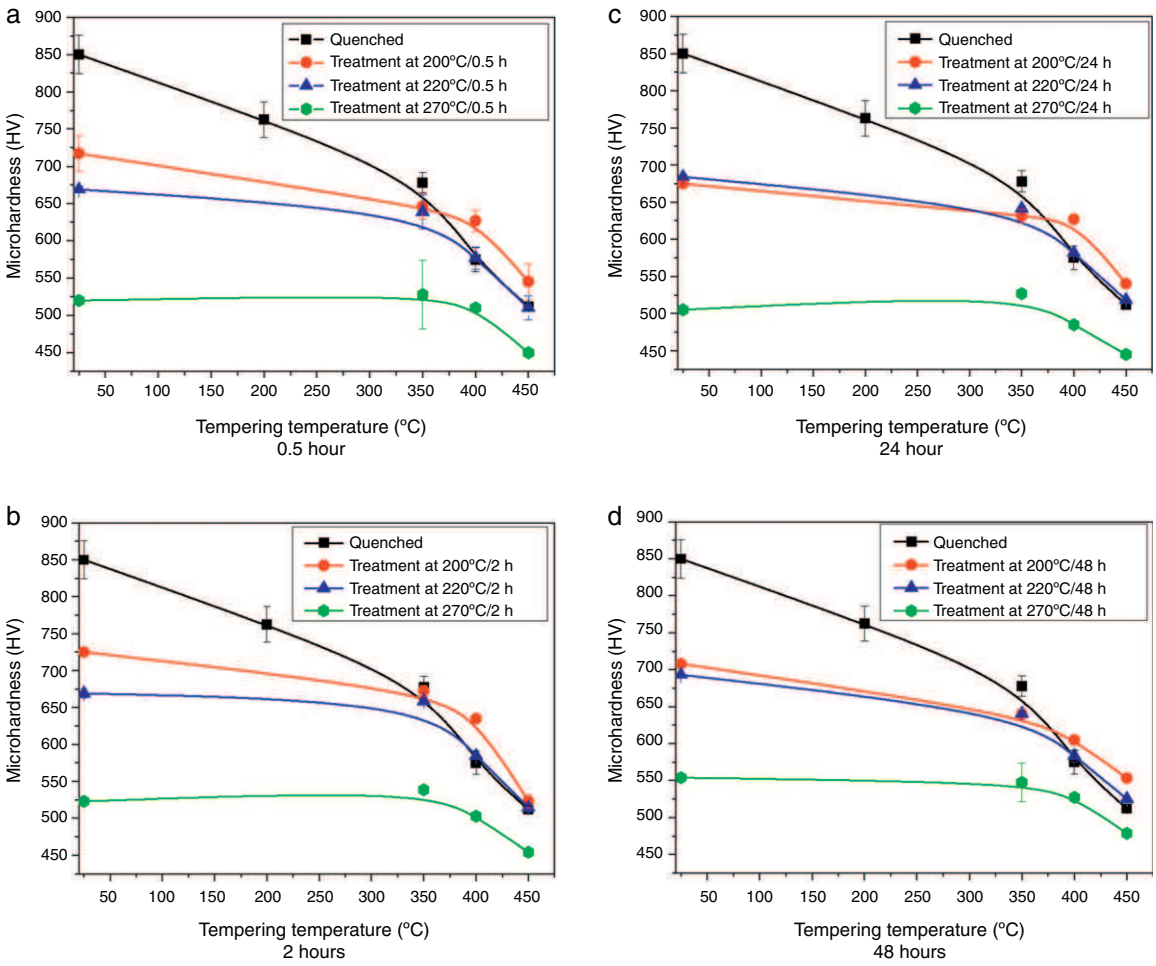


Fig. 5 – Microhardness of isothermally heat-treated samples plotted as functions of tempering temperature.

4. Conclusions

The study on SAE 9254 commercial steel isothermally heat-treated at various temperatures below M_s and subsequently tempered at various temperatures produced the following results:

- The samples isothermally treated at 200 °C, 220 °C or 270 °C contained the martensite (α_μ), bainitic ferrite (α_b) and retained austenite (γ_r) phases. The samples isothermally heat-treated at 270 °C contained more of the bainitic ferrite and retained austenite phases.
- The decomposition of retained austenite starts at the tempering temperature of 350 °C.
- The microhardness values for the samples quenched and isothermally heat-treated at 200 °C, 220 °C or 270 °C are associated with the large amount of martensite formed. The amount of martensite formed in the isothermally heat-treated samples significantly decreased with increasing isothermal heat-treatment temperature, thereby decreasing the microhardness values of the tempered samples.
- Unlike conventional quenching and tempering, the isothermal heat-treatment below M_s applied in this study can be used to obtain higher hardness values for steel isothermally transformed at 200 °C for any length of time and then tempered at either 400 °C or 450 °C.

Conflicts of interest

The authors declare no conflicts of interest.

Acknowledgements

The authors thank FAPEMIG, State Foundation for Research Development of Minas Gerais (process number TEC PPM-00373/11), and CNPq, National Council for Technological and Research Development (process number 303148/2010-1), for the financial support to conduct this research and for the scholarships awarded to the authors.

REFERENCES

[1] Caballero FG, Bhadeshia HKDH, Mawella KJA, Jones DG, Brown P. Very strong low temperature bainite. Mater Sci Technol 2002;18:279–84.

Document downloaded from http://http://jmrt.elsevier.es, day 12/07/2013. This copy is for personal use. Any transmission of this document by any media or format is strictly prohibited.

[2] Garcia-Mateo C, Caballero FG, Bhadeshia HKDH. Superbainita. Una Nueva Microestructura Bainítica de Alta Resistencia. Rev Metal 2005;41:186–93.
[3] Bhadeshia HKDH. 52nd Hatfield Memorial Lecture Large chunks of very strong steels. Mater Sci Technol 2005;21(11):1293–302.
[4] Bhadeshia HKDH, Edmonds DV. Bainite in silicon steels: new composition-property approach part 1. Met Sci 1983;17:411–9.
[5] Bhadeshia HKDH, Edmonds DV. Bainite in silicon steels: new composition-property approach Part 2. Met Sci 1983;17: 420–5.
[6] Garcia-Mateo C, Caballero FG, Bhadeshia HKDH. Development of hard bainite. ISIJ Int 2003;43(8):1238–43.
[7] Koinstinen DP, Marburger RE. A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels. Acta Metall 1959;7:59–60.
[8] Krauss G. Steels: heat treatment and processing principles. Colorado: ASM International; 1990.
[9] Radcliffe S, Rollason E. The kinetics of the formation of bainite in high-purity iron-carbon alloys. J Iron Steel Inst 1959;191:56–65.
[10] Van Bohemen SMC, Santofimia MJ, Sietsma J. Experimental evidence for bainite formation below Ms in Fe–0.66C. Scr Mater 2008;58:488–91.
[11] Speich GR, Leslie WC. Tempering of steel. Metall Mater Trans A 1972;3, 043–54.
[12] Bhadeshia HKDH. Bainite in steels. 2nd ed. London: IOM Communications; 2001.
[13] Caballero FG, Bhadeshia HKDH. Very Strong Bainite. Curr Opin Solid State Mater Sci 2004;8:251–7.
[14] Andrews KW. Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures. J Iron Steel Inst 1965;203:721–7.
[15] Matas SJ, Hehemann RF. the structure of bainite transformation in hypoeutectoid steels. Trans AIME 1961;221:179–85.
[16] Lehouillier R, Begin G, Dubé A. A study of the peculiarities of austenite during the formation of bainite. Metall Mater Trans A 1971;2:2645–53.
[17] Caballero FG, Bhadeshia HKDH, Mawella KJA, Jones DG, Brown P. Design of novel high strength bainitic steels: Part 2. Mater Sci Technol 2001;17:517–22.
[18] Honeycombe RWK, Bhadeshia HKDH. Steels microstructure and properties. 3rd ed. London: Gray Publishing; 1995.
[19] Le Pera FS. Improved etching technique to emphasize martensite and bainite in high-strength dual-phase steel. J Met 1980;32:38–9.
[20] Seok-Jae L, June-Soo P, Young-Kook L. Effect of austenite grain size on the transformation kinetics of upper and lower bainite in a low-alloy steel. Scr Mater 2008;59:87–90.
[21] Cullity BD, Stock SR. Elements of X-ray Diffraction. 3rd ed. New York: Addison-Wesley Publishing Co., Inc.; 2001.
[22] Dyson DJ, Holmes B. Effect of alloying additions on the lattice parameter of austenite. J Iron Steel Inst 1970;208:469–74.
[23] Vuorinen E, Chen X. In-situ high temperature of austempered silicon alloyed steels. Mater Sci Forum 2010;638:3086–92.
[24] Cruz jr JA, Rodrigues TFM, Viana VDC, Abreu H, Santos DB. Influence of temperature and time of austempering treatment on mechanical properties of SAE 9254 commercial steel. Steel Res Int 2012;83:22–31.
[25] Bhadeshia HKDH, Edmonds DV. The bainite transformation in a silicon steel. Metall Mater Trans A 1979;10:895–907.
[26] Saha Podder A, Bhadeshia HKDH. Thermal stability of austenite retained in bainitic steels. Mater Sci Eng A 2010;527:2121–8.
[27] Meyers MA, Chawla KK. Mechanical behavior of materials. 2nd ed. Cambridge: Cambridge University Press; 2009.

Publicidade



Vá à luta por
um salário maior.
Assine a Catho
com 50% de desconto.

(no subject)

H.K.D.H. Bhadeshia 30 Jul 2013
Para Eu

I enjoyed your recent paper in J. Mater. Res. Technol.

Best wishes, Harry

Responder, **Responder a todos** ou **Encaminhar** | **Mais**

Para H.K.D.H. Bhadeshia Cc

Mostrar histórico de mensagens

Enviar

Advanced Materials Research Vol. 922 (2014) pp 298-303
© (2014) Trans Tech Publications, Switzerland
doi:10.4028/www.scientific.net/AMR.922.298

EFFECT OF RETAINED AUSTENITE ON IMPACT TOUGHNESS OF THE MULTI-PHASE BAINITIC-MARTENSITIC STEEL

José Alberto da Cruz Junior[1,a], Jefferson José Vilela[2,b], Berenice Mendonça Gonzalez[1,c], Dagoberto Brandão Santos[1,d]

[1]Metallurgical and Materials Engineering Department – Federal University of Minas Gerais
Av. Antônio Carlos, 6627 – Pampulha Belo Horizonte - MG – Brazil - 31270-901

[2]Laboratory Mechanical Tests – Nuclear Technology Development Center (CDTN)

Belo Horizonte – MG – Brazil – 30123-970

[a]josealbertocjr@yahoo.com.br, [b]jjv@cdtn.br, [c]gonzalez@demet.ufmg.br, [d]dsantos@demet.ufmg.br

Keywords: retained austenite, bainite, martensite, tempering, toughness.

Abstract. The new class of bainitic steels can present toughness at room temperature greater than traditional quenched and tempered martensitic steel. This is because the microstructure of steel with high Si content (≈1.5wt%) submitted to bainitic transformation is compose of fine plates of bainitic ferrite separated by retained austenite. The inhibition of cementite precipitation leads to the improvement of toughness. The presence of cementite facilitates the nucleation of cracks. Moreover, the blocks of retained austenite are undesirable. This morphology is rather unstable and tends to transform into hard and brittle untempered martensite under the influence of small stress, contributing to a low toughness. However, it was observed in this work that the greater the volume fraction of retained austenite, the greater is the toughness (10-24 J) for multi-phase steel. The values of toughness were independent whether the retained austenite is present on film or block forms. The decrease of toughness values was observed by the tempered samples after the bainitic transformation (10-14 J). This occurred because the blocks of retained austenite decomposed into carbides, martensite and/or bainite.

Introduction

The conventional bainitic microstructure is classified as upper and lower bainite. These are composed of bainitic ferrite plates separated by continuous layers of cementite. The main difference is that particles of cementite precipitated also within the ferrite plates of lower bainite [1]. This happens because the slower diffusion of carbon associated with the lower temperature leads to the carbon to precipitate as fine carbides in the bainitic ferrite [2,3]. Because of thick layer of cementite, bainitic steel does not show, in the practice, the same toughness properties that the quenched and tempered martensitic steels [4]. However, if sufficient amount of alloy element (1.5 wt% Si) is added in the steel, this retards the precipitation of cementite. The silicon has lower solubility in the cementite, i.e. the silicon that is rejected, increases its concentration around the embryos of cementite. Thus, the atoms of Si function as a barrier around the embryos of cementite, reducing the flux of carbon and consequently inhibiting their growth [5-7]. The microstructure of the steel with high content of Si, transformed into bainite at low temperature, consists of thin plates of bainitic ferrite separated by carbon enriched retained austenite regions and may still contain some martensite [8-11].

The low temperature of transformation favors a higher amount of bainitic ferrite which in turn decreases the fraction of blocks retained austenite, improving its mechanical properties [12-15]. The films retained austenite contain a greater concentration of carbon than the blocks, due to the excess of carbon present into bainitic ferrite partitioning to the austenite. This retained austenite becomes more thermally and mechanically stable [16-18]. In this direction the present study investigated the influence of temperature transformation, volume fraction of the retained austenite under the toughness variation in the SAE 9254 commercial steel.

All rights reserved. No part of contents of this paper may be reproduced or transmitted in any form or by any means without the written permission of TTP, www.ttp.net. (ID: 150.164.44.45, Federal University of Minas Gerais, Belo Horizonte, Brazil-25/04/14,12:55:41)

Experimental Procedure

The chemical composition of steel is showed in the Table 1 and corresponds to a SAE 9254 steel used in the manufacturing of axels, coil springs and tools. It has a high content of Si but it does not have expensive alloy elements like Mo, Ni and Co which is used to obtain carbide free bainite [18-20]. The high concentration of Si is responsible for prohibiting the precipitation of carbides, while that the presence of Mn and Cr promote the hardenability and inhibits the formation of undesirable phases like ferrite and perlite.

Table 1 – Chemical composition of steel (wt%.).

Steel	C	Mn	Si	Cr	Ac_1 (°C)	Ac_3 (°C)
C-Si	0.56	0.58	1.43	0.47	766	820

The steel was received as a hot rolled bar with 20 mm diameter, and showed a microstructure of fine pearlite and some islands of pro-eutectoid ferrite. The steel was machined as V-notched samples with dimensions of 10 x 10 x 55 mm^3. The isothermal heat treatments were carried out in a Pb-Sn alloy hot bath at temperatures of 200, 220 and 270°C, after austenitizing at 900°C for 300 s. The isothermal heat treatment times were 0.5 and 48 h, in order to obtain a multi-phase microstructure composed of martensite, bainitic ferrite and retained austenite. Finally, the samples were air cooled to room temperature. Bainite (Bs) and martensite (Ms) transformation start temperatures were respectively 594 and 278°C, calculated according to empirical equations [21]. The isothermal heat treatment temperatures were below the Ms. In this way it was proposed the formation of bainite below the Ms, according to previous works [22-24]. Other samples, after the isothermal heat treatments were also tempered at 400°C for 1 h and subsequently air cooled to room temperature. The choice of this temperature is a result of previous work [25], once the retained austenite blocks decomposed at 400°C for 1 h.

After the thermal cycles, the samples were subjected to Charpy impact in triplicate for each heat treatment applied. The tests were carried out at room temperature using an Isntron ^{TM} machine, model PW30 (300 J). Moreover, tensile tests were performed at room temperature with an equal strain rate ($\dot{\varepsilon} = 10^{-3} s^{-1}$) using an Instron 5582 machine. From the engineering stress-strain curves, the yield strength ($YS_{0.2}$) and ultimate tensile strength (UTS) were obtained. The uniform elongation (UE) was obtained from the true stress-strain curves. Then, the samples were prepared by the conventional metallographic methodology. A 2% nital etchant was used to reveal the microstructure by scanning electron microscopy (SEM). Vickers microhardness measurements were performed with a load of 2.9 N (300 g) in all samples.

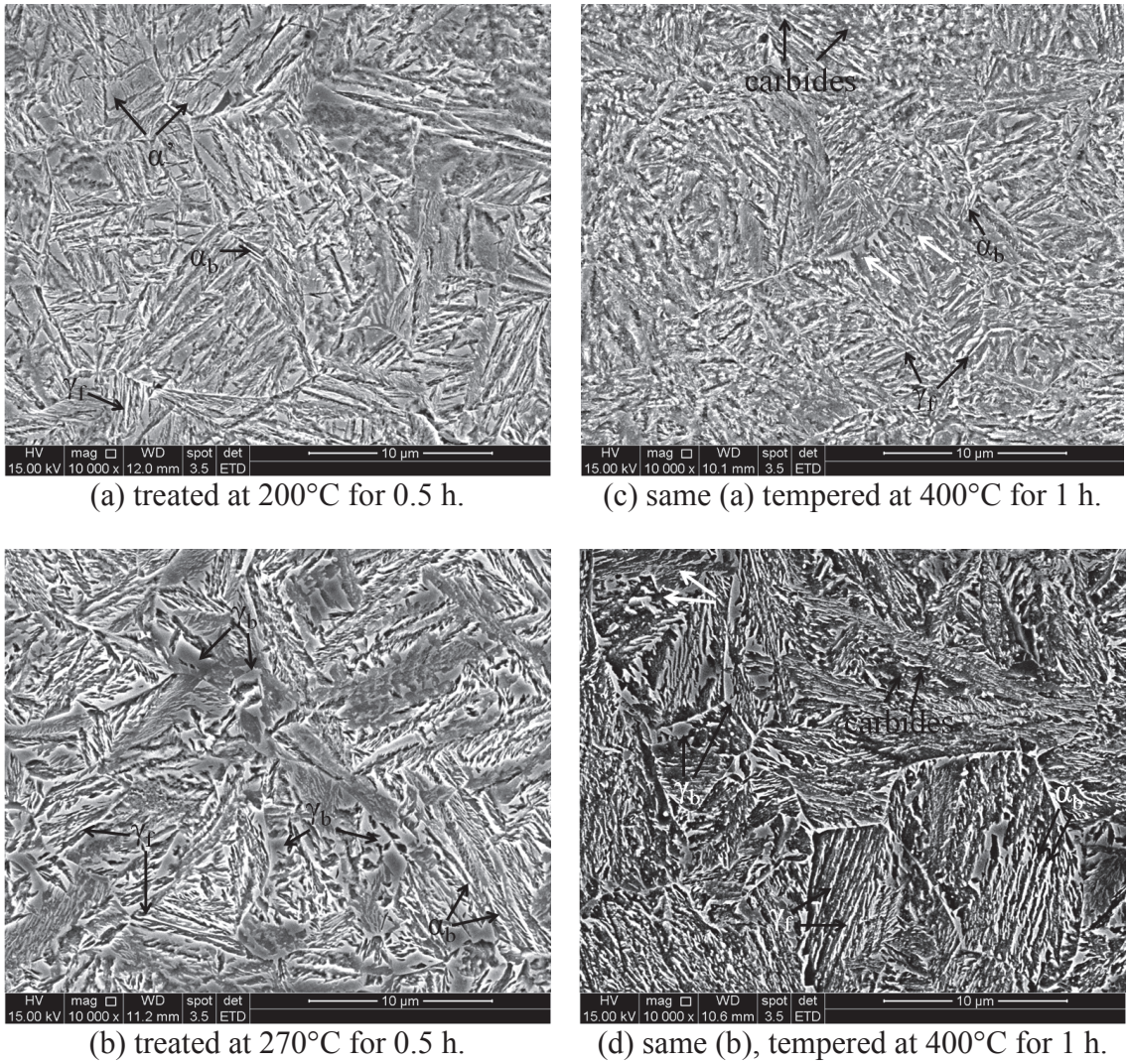
The retained austenite (γ_r) volume fraction was quantified using X-ray diffraction and the direct comparison method. This method considers the integration of the most intensive austenite peaks characterized by the (111), (200), (220), and (311) planes. The analysis was performed on a Philips PW 1710 diffractometer with Cu K_α radiation, at a rate of 0.02°/min, a delay time of 1 s, a voltage of 45 kV, and a current of 45 mA. The X-ray data diffraction was also used to determine the carbon concentration in retained austenite [26,27].

The microstructural analysis was also reported by transmission electron microscopy (TEM). For TEM analysis, samples were machined down to 3 mm diameter rods and ground down to foils of 50 μm in thickness on wet 1200 grit silicon carbide paper. These foils were finally electropolished at low temperature (–30°C) until perforation occurred, using a Tenupol-5 machine set at a voltage of 40 V. The electrolyte consisted of 80% methanol, 15% glycerol and 5% perchloric acid. The foils were examined in a FEI-Tecnai G2-20 transmission electron microscopy operating at 200 kV.

Results and discussion

Microstructural Characterization and Mechanical Properties. Figs. 1 illustrate the SEM micrographs of isothermal heat treatment samples at 200 and 270°C before and after the tempering.

All samples have a microstructure consisting of martensite (α'), bainitic ferrite (α_b) and retained austenite (γ_r). However, due to the lower isothermal temperature, the bainitic formation decreases. This occurs because there is less austenite to transform once some amount of martensite has formed during cooling from 900°C to isothermal heat treatment, 200°C. The decomposition of retained austenite starts at 450°C after 0.5 h of tempering. A small amount of cementite precipitated from the austenite when the austenite was tempered. Cementite precipitation led to a decrease in the carbon content of the austenite and consequently to the formation of untempered martensite upon cooling to room temperature [13,28]. Further, Fig. 1(c, d) shows that the decomposition of retained austenite primarily occurs in blocks morphology (γ_b) (white arrows) because retained austenite films (γ_f) are more thermally stable than blocks (γ_b) since the retained austenite films (γ_f) have higher carbon content than the blocks [6].



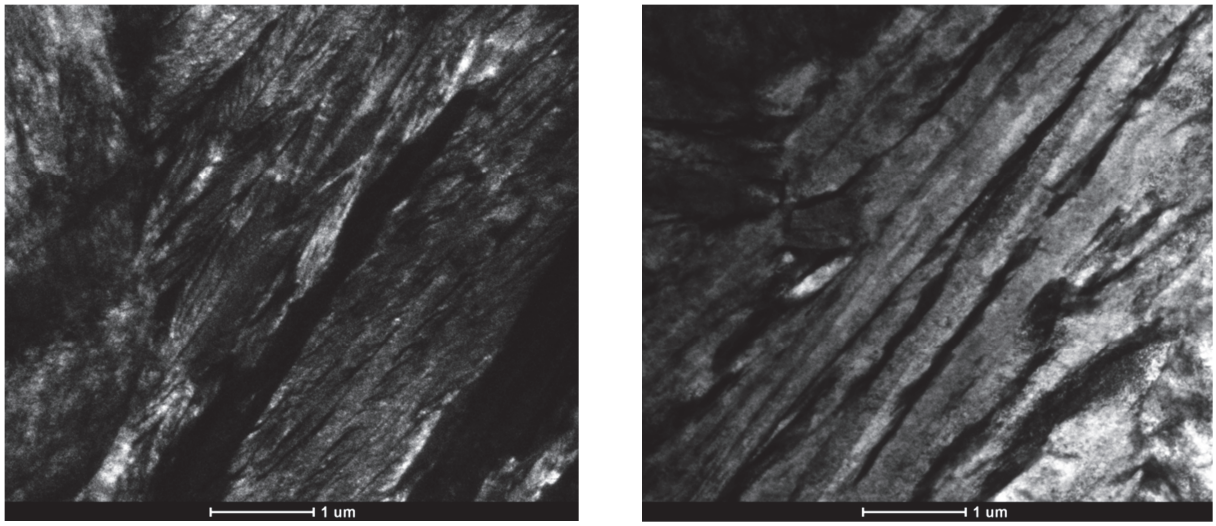
(a) treated at 200°C for 0.5 h. (c) same (a) tempered at 400°C for 1 h.

(b) treated at 270°C for 0.5 h. (d) same (b), tempered at 400°C for 1 h.

Figure 1. SEM images of samples isothermally heat-treated (a,b) and tempered at 400°C for 1 h: martensite (α′), bainitic ferrite (α_b), retained austenite films (γ_f), and retained austenite blocks (γ_b). Samples were etched with 2% Nital.

TEM images clearly show the differences in the microstructure among the investigated samples. Figure 2(a) revealed considerable intralath cementite precipitation in the lower bainite of the sample treated for 0.5 h at 200°C and tempered at 400°C for 1 h. The intralath cementite is responsible for lower toughness [29]. The greater presence of this lower bainite is due to the lower isothermal temperature. However, Fig. 2(b) shows thin and long well defined laths between retained austenite films, typical of high strength and toughness bainitic steels. Table 2 shows the tensile properties results. Higher total elongation (TE) values were observed for the tempered samples than for the

isothermally treated. This occurs because of the tempering temperature (400°C) that has a decrease in dislocation density due to bainite and martensite transformation and an increase in the mean free path for the dislocation generated during tensile test [30]. Dislocation density contributed to a higher strength [13] as it can be observed in the tempered samples that showed lower strength compared to the isothermally heat treated samples. Notice that the retained austenite volume fraction has not direct relationship with the tensile properties results.



(a) 200°C (b) 270°C

Figure 2. Transmission electron micrographs (TEM) after isothermal transformation at 200 and 270°C for 0.5 h and tempered at 400°C for 1 h.

However, it can be observed in the Fig. 3 the significant influence under the microhardness and Charpy impact test results. According to Table 2, the greater volume fraction of retained austenite, the greater is the measurement of toughness. The presence of a very hard phase, such as martensite, contributed to the low toughness, investigated in the previous works [8,9]. This is in agreement with the present work, once for the lower isothermal heat treatment temperature (200°C) lower is the impact energy due to the greater amount of martensite formed in the initial cooling.

Table 2. Volume fraction (%) of retained austenite (γ_r), carbon content in retained austenite (C_γ) and tensile properties results.

Isothermal Treatment (°C/h)	γ_r (%)	C_γ (%)	$YS_{0.2}$ (MPa)	UTS (MPa)	UE (%)	TE (%)
200/0.5	13.4	1.3	1092	1994	3.5	4.2
200/0.5 and Tempered (400°C/1 h)	5.4*	1.0*	1692	1778	2.3	6.8
200/48	8.2	1.0	1651	2105	2.0	2.3
200/48 and Tempered (400°C/1 h)	2.7*	0.7*	1552	1685	2.7	7.2
220/0.5	14.2	1.0	1217	2020	3.3	4.1
220/0.5 and Tempered (400°C/1 h)	5.9*	1.6*	1460	1614	2.4	8.3
220/48	9.5	1.1	1650	1974	2.1	2.5
220/48 and Tempered (400°C/1 h)	4.4*	1.4*	1493	1623	2.9	8.1
270/0.5	18.4	1.7	1273	1729	2.6	4.2
270/0.5 and Tempered (400°C/1 h)	6.4	1.3	1102	1346	3.9	9.3
270/48	15.2	1.6	1500	1762	1.9	3.5
270/48 and Tempered (400°C/1 h)	3.5*	1.0*	1236	1428	3.7	7.0

*Unreliable value measurements due to the decomposition of retained austenite during the tempering.

The higher impact energy for the samples treated at 270°C is due to the greater retained austenite volume fraction and bainitic ferrite. For tempered samples one can be observed lower impact energy and a decrease of microhardness values due to the decomposition of retained austenite.

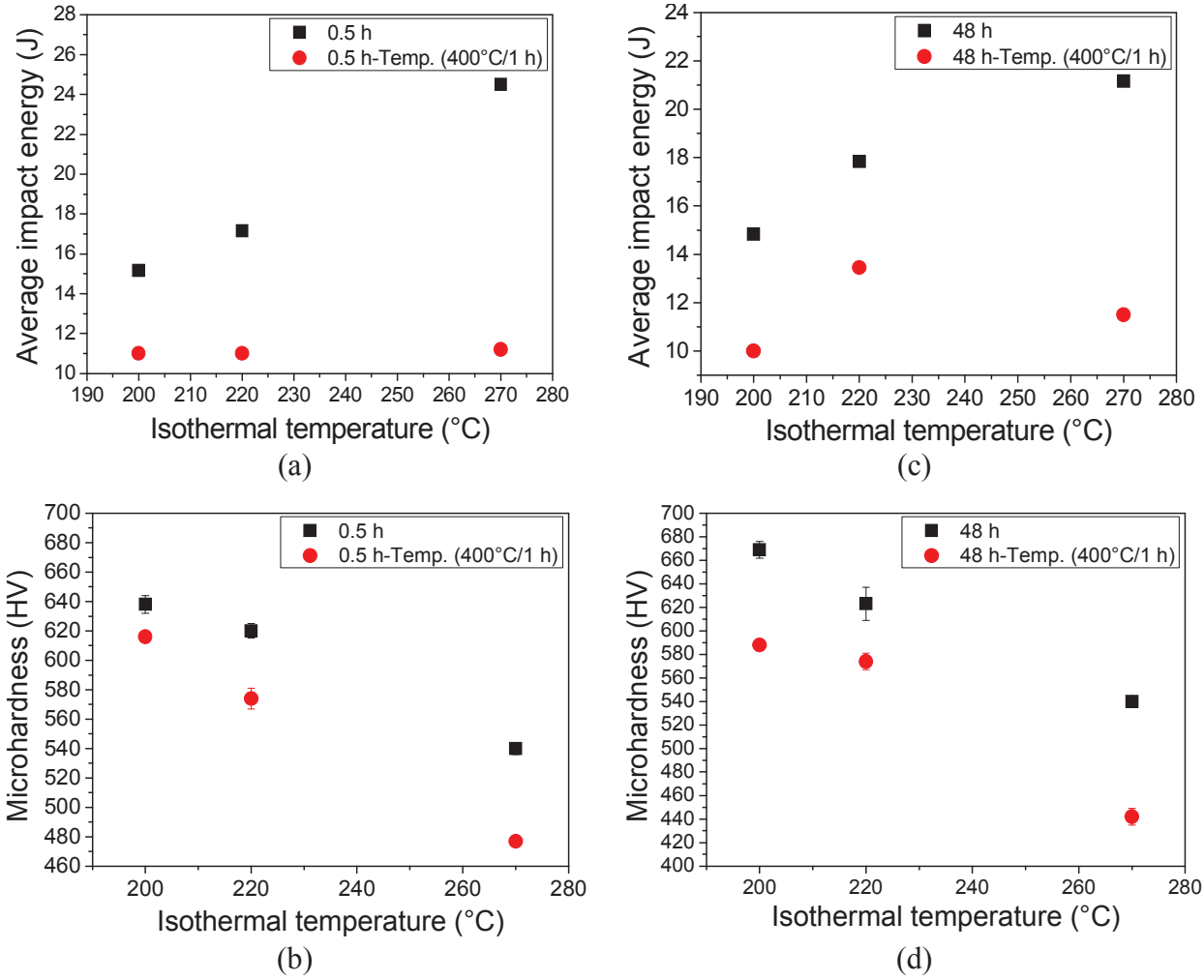


Figure 3. Microhardness values and Charpy impact test results at room temperature.

Conclusions

Microstructural characterization and mechanical properties were studied in the commercial multi-phase martensitic-bainitic steel. For all condition of heat-treatment were observed a multi-phase microstructure consisting of martensite, bainitic ferrite and retained austenite. The isothermally heat treated and tempered samples showed higher mechanical properties than the only isothermally heat treated samples. A greater effect of retained austenite occurred on the properties of Charpy impact and microhardness tests. It was observed that the higher the retained austenite volume fraction, the greater was impact energy, independent whether the retained austenite was in the form of film or block.

Acknowledgements

This study was supported by FAPEMIG, State Foundation for Research Development of Minas Gerais, National Council for Technological and Research Development (CNPq) and Coordination of Improvement of Higher Education Personnel (CAPES).

References

[1] R.W.K. Honeycombe, H.K.D.H. Bhadeshia. Steels Microstructure and Properties. 2nd ed., Gray Publishing, London, 1995.
[2] M. Takahashi, H.K.D.H. Bhadeshia, Mat. Sci. Tech. 6 (1990) 592-603.
[3] L. C. Chang, Mater. Sc. and Eng. A, 368 (2004) 175-182.
[4] F.G. Caballero, H.K.D.H. Bhadeshia, K.J.A. Mawella, D.G. Jones, P. Brown, Mat. Sci. Tech. 18 (2002) 279-284.
[5] E. Kozeschnik, H.K.D.H. Bhadeshia, Mat. Sci. Tech. 24 (2008) 343-347.
[6] H.K.D.H. Bhadeshia, D.V. Edmonds, Met. Trans. A, 10A (1979) 895-907.
[7] W.C. Leslie. The Physical Metallurgy of Steels. Mc Graw-Hill. New-York, NY, 1982.
[8] H.K.D.H. Bhadeshia, D.V. Edmonds, Metal Sci. 17 (1983) 411-419.
[9] H.K.D.H. Bhadeshia, D.V. Edmonds, Metal Sci. 17 (1983) 420-425.
[10] H.K.D.H. Bhadeshia, A.R. Waugh, Acta Met. Mat. 30 (1982) 775-784.
[11] L.C. Chang, H.K.D.H. Bhadeshia, Mater. Sci. Eng. A, 184 (1994) 17-20.
[12] F.G. Caballero, H.K.D.H. Bhadeshia, Cur. Opin. in Solid State Mat. Sc. 8 (2004) 251-257.
[13] C. Garcia-Mateo, F.G. Caballero, H.K.D.H. Bhadeshia, ISIJ Int. 43 (2003) 1238-1243.
[14] C. Garcia-Mateo, F.G. Caballero, H.K.D.H. Bhadeshia, Rev. Metal. Madrid, 41 (2005) 186-193.
[15] F.G. Caballero, J. Chao, J. Cornide, C. García-Mateo, M.J. Santofimia, C. Capdevila, Mater. Sci. Eng. A, 525 (2009) 87-95.
[16] C. Garcia-Mateo, F.G. Caballero, J. Chao, C. Capdevila, C. García De Andrés, J. Mat. Sci. 44 (2009) 4617-4624.
[17] F.G. Caballero, C. Garcia-Mateo, J. Chao, M.J. Santofimia, C. Capdevila, C. García De Andrés, ISIJ Int. 48 (2008) 1256-1262.
[18] F.G. Caballero, M.J. Santofimia, C. Capdevila, C. García-Mateo, C. Garcia de Andrés, ISIJ Int. 46 (2006) 1479-1488.
[19] F.G. Caballero, H.K.D.H. Bhadeshia, K.J.A. Mawella, D.G. Jones, Mat. Sci. and Tech. 17 (2001) 512-516.
[20] F.G. Caballero, H.K.D.H. Bhadeshia, K.J.A. Mawella, D.G. Jones, Mat. Sci. and Tech. 17 (2001) 517-522.
[21] K. W. Andrews, J. Iron and Steel Inst. 203 (1965) 721-727.
[22] S. Radcliffe, E. Rollason, J. Iron and Steel Inst. 191 (1959) 56-65.
[23] S.M.C. Van Bohemen, M.J. Santofimia, J. Sietsma, Sci. Mater. 58 (2008) 488-91.
[24] D. Kim, S. Lee, B.C. De Cooman, Metall. Mat. Trans. A, 43 (2012) 4967-4983.
[25] J.A.C. Junior, D.B. Santos, J. Mater. Res. Technol. 2 (2013) 93-99.
[26] B. D. Cullity, S. R. Stock, Elements of X-ray Diffraction, 3rd ed. Prentice Hall, Inc., New Jersey, 2001.
[27] D.J. Dyson, B. Holmes, J. Iron Steel and Inst. 208 (1970) 469-74.
[28] A.S. Podder, H.K.D.H Bhadeshia, Mat. Sci. and Eng. A. 527 (2010) 2121-2128.
[29] H.K.D.H. Bhadeshia, D.V. Edmonds, Metal Sci. 13 (1979) 325-334.
[30] M. Takahashi, H.K.D.H. Bhadeshia, Mat. Sci. and Tech. 6 (1990) 592-603.