

## CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE UM AÇO MOLA BAIXA LIGA AUSTEMPERADO E MULTIFÁSICO

### Mayara Brenda de Moraes Correa

Instituto de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo - IFSP. Estrada Municipal Paulo Eduardo de Almeida Prado, s/n. São Carlos, SP, Brasil, 13.565-820  
mayab.correa@gmail.com

### João Fiore Parreira Lovo

Departamento de Engenharia Mecânica, Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, Av. Trab. Saocarlene, 400, São Carlos, SP, Brasil, 13.565-090  
joao.lovo@usp.br

### Lauralice de Campos Franceschini Canale

Departamento de Engenharia de Materiais, Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, Av. João Dagnone, 1100, São Carlos - SP, 13563-120  
lfcanale@sc.usp.br

### José Benedito Marcomini

Departamento de Engenharia de Materiais, Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, Av. João Dagnone, 1100, São Carlos - SP, 13563-120  
jmarcomini@usp.br

### Roberto Ramon Mendonça

Instituto de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo - IFSP. Estrada Municipal Paulo Eduardo de Almeida Prado, s/n. São Carlos, SP, Brasil, 13.565-820  
rr.mendonca@ifsp.edu.br

**Resumo.** Os aços multifásicos são alvo de extensa pesquisa e desenvolvimento nos últimos anos devido às suas ótimas propriedades mecânicas. Entretanto, sua caracterização é complexa, exigindo novas abordagens na preparação e também na análise desses materiais. O objetivo deste trabalho foi obter, por meio da austêmpera, uma microestrutura multifásica em um aço mola comercial de baixa liga e caracterizá-lo microestruturalmente, compreendendo e comparando as diferenças entre um ataque químico convencional e outro pouco usual. Diferentes amostras foram austemperadas a 400°C por 6, 13 e 20 minutos, atacadas por dois reagentes diferentes (Nital 2% e metabissulfato de sódio 10% - SMB 10%) e analisadas via microscopia ótica. Os resultados mostram uma redução das áreas brancas referentes ao constituinte martensita/austenita (MA) e austenita com o aumento do tempo de austêmpera, permitindo concluir que houve precipitação de carbonetos mesmo com elevado teor de silício na composição, que é um elemento supressor da cementita. Também, como esperado, observou-se a estrutura bainítica em todas as amostras, bem como austenita retida. O ataque com SMB 10% mostrou-se mais eficiente na identificação das fases presentes no aço multifásico estudado neste trabalho.

**Palavras chave:** Aço Multifásico. Austêmpera. Ataque Colorido. Bainita. Austenita Retida.

## 1. INTRODUÇÃO

O processo de austêmpera, apesar de já consagrado e muito utilizado em diversas aplicações industriais, ainda é muito pesquisado, principalmente devido ao surgimento da chamada terceira geração de aços avançados de alta resistência mecânica (Dalwatkhar, *et al.*, 2018; Zhao, *et al.*, 2019). Com os conhecimentos gerados, por exemplo, com Bhadeshia e Edmonds (1979), Kozeschnik e Bhadeshia (2008), e Zhao, *et al.* (2019) sobre a supressão da formação de cementita com o aumento do teor de Si nos aços, e também com Speer, *et al.* (2005), Edmonds, *et al.* (2016) e Zhao, *et al.* (2018) na têmpera e partição, além de outros trabalhos, diversas propostas de rotas inovadoras, que unem diversos tratamentos, têm sido propostas recentemente. Dentre eles estão, por exemplo, a têmpera-partição e revenimento (Tan, *et al.*, 2014), que resultou em um Produto da Resistência pelo Alongamento (*Product of Strength and Elongation* – PSE) de 33 GPa% em uma microestrutura consistindo de ferrita bainítica, austenita retida e martensita. Ding, *et al.* (2014) propuseram a têmpera e partição intercrítica, realizada em uma pré-microestrutura martensítica. Nesse trabalho, obtiveram austenita retida em forma de ripas e um PSE de mais de 26 GPa%. Outros autores (Gui, *et al.*, 2017), criaram a bainítica-têmpera e partição (BQ&P), inserindo uma etapa de austêmpera imediatamente antes do processo de têmpera

e partição, obtendo uma microestrutura composta de austenita retida (RA), martensita *fresh* (M2) e bainita. Tariq and Baloch (2017) atingiram resultados interessantes de 1400 MPa de resistência à tração com 13,4% de alongamento em um aço 35CrMnSi, também multifásico. Outras rotas diferenciadas foram propostas por Alberto e Santos (2013), Liu, *et al.* (2017) e Gui, *et al.* (2017).

Com isso, a microestrutura gerada nesses tratamentos é altamente complexa, bem como sua caracterização. Dessa forma, desenvolver novos reagentes e aprimorar as técnicas de caracterização faz parte do escopo de vários trabalhos atuais (Zakerinia, *et al.*, 2009; Erisir, *et al.*, 2013; Hofer, *et al.*, 2015; Mendonça, *et al.*, 2020).

Souza (2008) utilizou, para um aço AISI 4340 multifásico nas condições austemperado e temperado com partição, diversos reagentes para testar sua eficiência em identificar as fases por meio da microscopia ótica. Um exemplo disso pode ser visto na Fig. 1a e b. Nela, pode-se observar a clara diferença entre as regiões de bainita, do constituinte MA e da austenita retida.

Em outros trabalhos em que foram obtidas estruturas multifásicas, o reagente LePera aparece constantemente, juntamente com o Metabissulfito de Sódio a 10% com água destilada (Coelho, 2008; Zakerinia, *et al.*, 2009; Erisir, *et al.*, 2013; Hofer, *et al.*, 2015; Mendonça, *et al.*, 2020).

Assim, a proposta deste trabalho foi obter, por meio da austêmpera, uma microestrutura multifásica em um aço mola comercial de baixa liga e caracterizá-lo microestruturalmente, compreendendo e comparando as diferenças entre um ataque químico convencional e outro pouco usual.

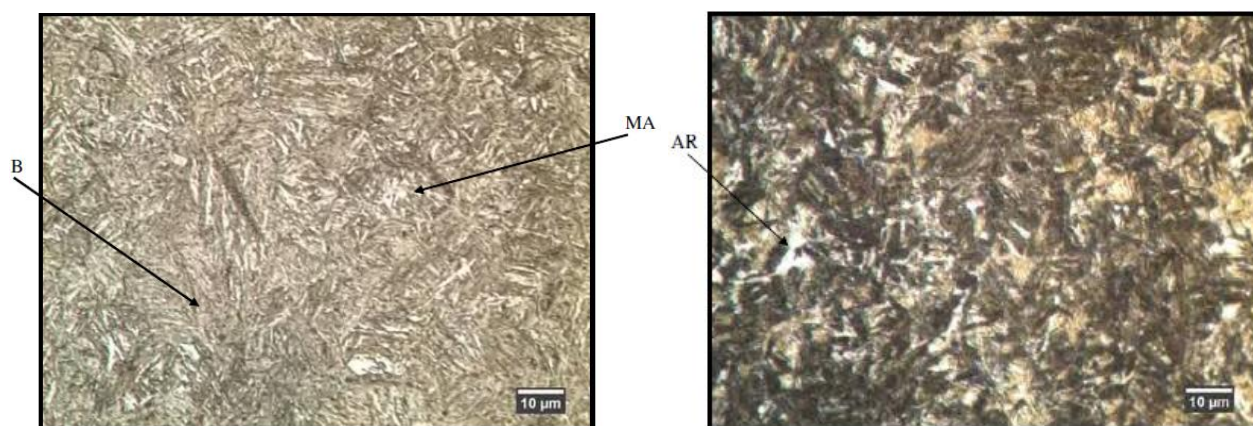


Figura 1: Trabalho de Souza (2008) que estudou diversos reagentes para caracterização microestrutural em aços multifásicos. Em a) observa-se ataque com Nital 2% e em b) metabissulfito de sódio (SMB)

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

O aço utilizado no trabalho foi um SAE 9254 comercial, amplamente utilizado na indústria de molas. A escolha foi feita pela composição química adequada em teor de Si, que suprime a formação de cementita, como já mencionado anteriormente. A composição química do aço em questão foi levantada por meio de espectrometria de emissão ótica, com um equipamento da marca ANACOM modelo B2Advanced.

O processo de austêmpera foi realizado em um forno FL-1300 da marca INTI, com uma temperatura de austenitização de 900°C e temperatura do banho de sais de 400°C, com manutenção nesta temperatura por 6; 13; e 20 minutos, com posterior resfriamento ao ar.

A caracterização microestrutural foi realizada utilizando-se um microscópio ótico Zeiss modelo AX10. As amostras foram preparadas de forma convencional até a lixa de granulometria 2000, com polimento em alumina 1 µm. O ataque químico foi realizado utilizando-se dois reagentes diferentes, sendo eles: 1) Nital 2% (ácido pícrico 2% em solução etílica) e 2) SMB 10% (metabissulfito de sódio 10% em solução aquosa). Para a aplicação, esfregou-se um bastão de algodão diretamente nas amostras em movimentos circulares (como mostrado na Fig.3), sendo essa técnica a que melhor se adequou nessa etapa. Os tempos de exposição dos reagentes nas peças variaram entre 3 e 20 segundos, dependendo da amostra. Para o uso do Nital 2%, a amostra foi, em seguida ao ataque, limpa com álcool e então seca com um soprador térmico. Para o reagente SMB10%, fez-se um pré-ataque com Nital 2% (com o mesmo procedimento

anterior) e após a aplicação do metabissulfito de sódio 10% utilizou-se apenas o soprador para secar e permitir a visualização no microscópio, uma vez que é necessário manter a camada superficial no caso desse reagente, como indica a literatura (Souza, 2008; Mendonça, *et al.*, 2020).



Figura 2: Método de realização do ataque químico por friccionamento

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

#### 3.1 Composição química

A Tab.1 indica o resultado da composição química do aço utilizado neste trabalho, indicando ser um SAE 9254 (Dalwatkar, *et al.*, 2018).

Tabela 1: Composição química do aço utilizado no trabalho

| Elemento               | C    | Si   | Mn   | Cr   | Ni   |
|------------------------|------|------|------|------|------|
| Quantidade (% em peso) | 0,54 | 1,29 | 0,72 | 0,75 | 0,14 |

#### 3.1 Caracterização Microestrutural

Nas Fig. 3, 4 e 5 pode-se observar as micrografias atacadas com os dois reagentes diferentes, sendo as Fig. 3a, 4a e 5a referentes ao ataque com Nital 2% e as Fig. 3b, 4b e 5b, referentes ao ataque com SMB 10%.

Na Fig. 3 observa-se a rota 400.6. Devido ao baixo tempo de manutenção de austêmpera, já era esperado que esta rota apresentasse uma maior quantidade de austenita retida (ou constituinte MA, uma vez que esses não podem ser distinguidos facilmente), uma vez que não haveria formação completa de bainita. Assim, pelo ataque realizado por Nital 2% (Fig 3a), notou-se que este não foi perfeitamente adequado para uma boa identificação da microestrutura, apesar de ainda assim ser possível observar uma diferença entre regiões mais escuras (bainita) e regiões claras (austenita e/ou constituinte MA). Contudo, quando observada a Fig. 3b, atacada com SMB 10%, nota-se claramente um contraste maior entre regiões escuras e claras, indicando respectivamente, regiões bainíticas e de austenita. O SMB 10% tem por característica mostrar regiões de bainita em tons de marrom/azul e austenita retida em branco (Souza, 2008; ASM, 2004). É possível notar também que a austenita retida foi obtida, principalmente, em blocos, o que nem sempre é atrativo no que diz respeito às propriedades mecânicas, como demonstraram Zhou, *et al.* (2013), Xiong, *et al.* (2013) e Kim, *et al.* (2016)

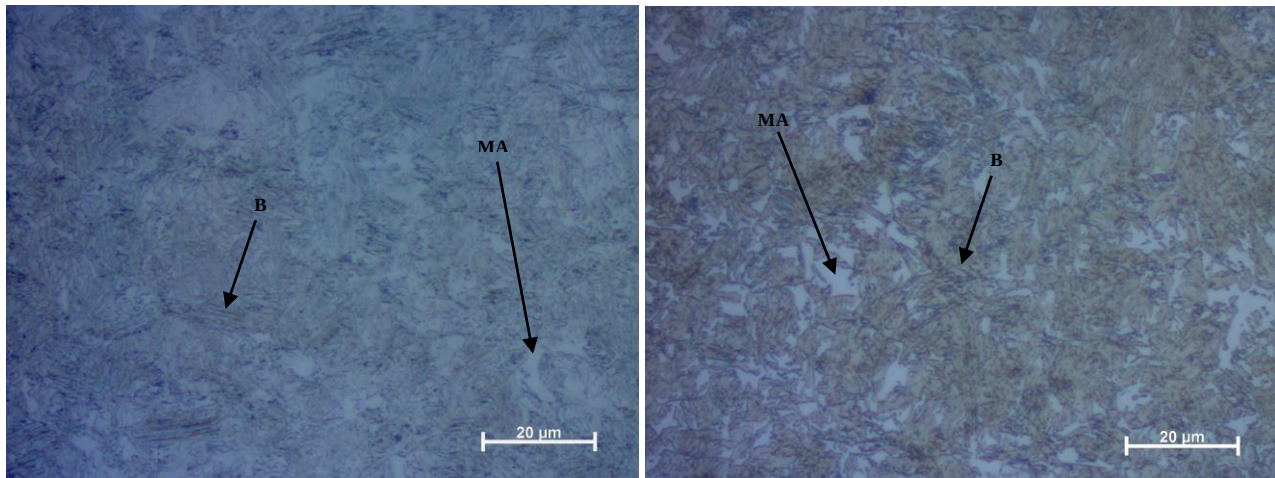


Figura 3: Microestrutura da rota 400.6. Em a) ataque com Nital 2% e em b) ataque com SMB 10%

Na Fig. 4a e b, são mostradas as micrografias referentes aos ataques de Nital 2% e SMB 10% respectivamente, para a rota 400.13. Na amostra atacada com Nital 2%, notou-se uma imagem mais escura quando comparada com a rota 400.6. Essa diferença de tonalidade pode ser relativa aos tempos distintos de exposição ao ataque químico das duas amostras. Regiões claras e em tonalidades de marrom e azul são observadas, porém sem uma boa definição. Para o ataque com SMB 10% (Fig. 4b), regiões brancas fortemente contrastadas e delimitadas são observadas, indicando também a presença de austenita retida, porém em menor quantidade do que o que foi observado na rota anterior.

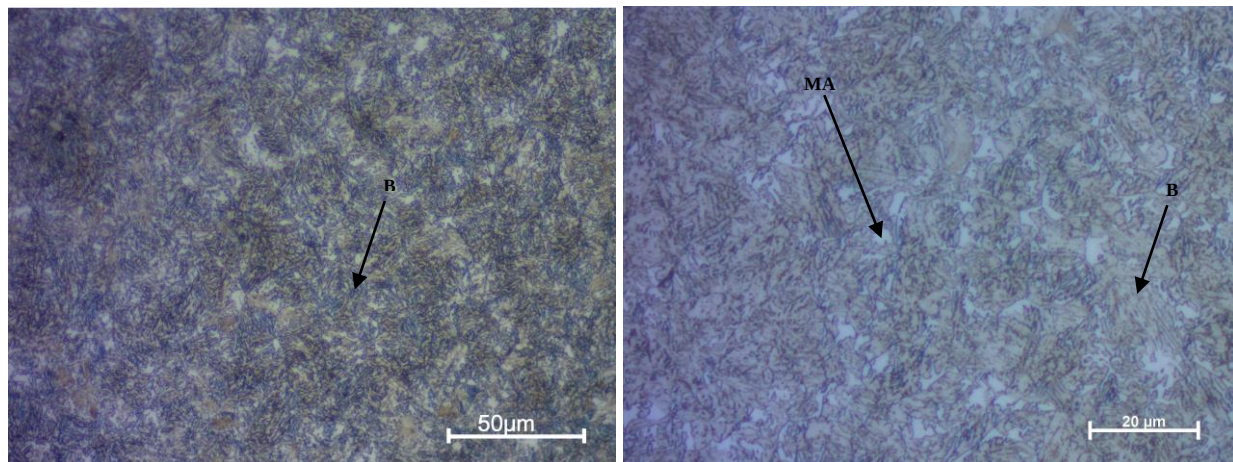


Figura 4. Microestrutura da rota 400.13. Em a) ataque com Nital 2% e em b) ataque com SMB 10%

Para a rota 400.20 atacada com Nital 2% (Fig. 5a), é possível notar algumas regiões mais claras, assim como nas imagens anteriores, porém com menor contraste e delimitação entre as diferentes regiões. Para a amostra atacada com SMB 10% (Fig. 5b), também notou-se o mesmo efeito, indicando que as regiões de austenita retida estavam sendo reduzidas, o que vai de acordo com o esperado, uma vez que o tempo de austêmpera foi aumentado nessa amostra e, conseqüentemente, maior quantidade de austenita foi decomposta em bainita, como também sugere (Muhammad, *et al.*, 2019).

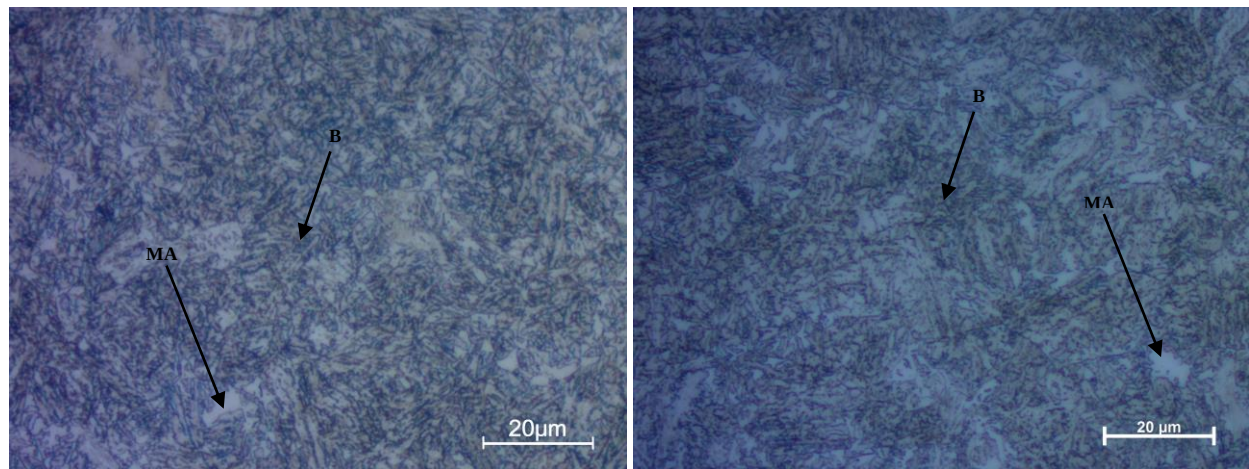


Figura 5. Microestrutura da rota 400.20. Em a) ataque com Nital 2% e em b) ataque com SMB 10%

#### 4. CONCLUSÕES

O aço 9254, austemperado a 400°C em três tempos de manutenção distintos, apresentou uma microestrutura que consiste de bainita, austenita retida e também possíveis resquícios de blocos de MA (constituente martensita - austenita retida, em que as duas fases são indistinguíveis). A observação dessas fases via microscopia ótica não é trivial, porém pode ser melhorada com o uso do ataque com SMB 10%, que permite um melhor contraste entre as duas fases majoritárias encontradas no aço. O ataque colorido utilizado nesse trabalho apresentou melhor resultado que o tradicional Nital 2%, quando aplicado em aços multifásicos. Também foi possível concluir que, como esperado, houve um decréscimo da quantidade de austenita retida com o aumento do tempo de austêmpera, mesmo com o considerável teor de silício que o aço possui, sugerindo, futuramente, aplicar o mesmo procedimento em aços com maiores teores desse elemento, para se verificar uma possível inibição da decomposição da austenita retida.

#### 5. AGRADECIMENTOS

À Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de São Carlos, Departamento de Engenharia de Materiais. À HEF Durrerit - Brasil. À Rassini NHK. À Faculdade de Tecnologia de São Paulo (FATEC), campus Sertãozinho. Ao Instituto Federal de São Paulo (IFSP), campus São Carlos.

#### 6. REFERÊNCIAS

- Alberto, J. E Dagoberto, B.S., 2013. "Effect of tempering temperature on isothermal decomposition product formed below  $M_s$ ". *Journal Of Materials Research And Technology*, Vol. 2, p. 93-99.
- ASM, 2004. *metallography and microstructures*. Asm International, Ohio, 9ª edição.
- Bhadeshia, H.K.D.H. E Edmonds, D.V., 1979. "The bainite transformation in a silicon steel." *Metallurgical Transactions A*, Vol. 10, p. 895–907.
- Coelho, D.M.S., 2008. *Efeito da temperatura de austenitização no processo de têmpera e partição*. dissertação de mestrado, Pontifícia Universidade Católica, Rio de Janeiro.
- Dalwatkar, R., Prabhu, N. E Singh, R.K.P., 2018. "Effect of austempering temperature and time on mechanical properties of sae 9260 steel". In *Proceedings Of The Aip Conference Proceedings 1957*. Tamil Nadu, India.
- Ding, R., Tang, D., Zhao, A., Dong, R., Cheng, J. E Meng, X., 2014. "Effect of intercritical temperature on quenching and partitioning steels originated from martensitic pre-microstructure." *Journal Of Materials Research*, Vol. 29, p. 2525–2533.
- Edmonds, D.V., Moor, E., Matlock, D.K. E Speer, J., 2016. "Quenching and partitioning steel". *Encyclopedia Of Iron, Steel, And Their Alloys*, Vol. 2, p. 2776–2793.
- Ersoy, E., Gümüş, S. E Bilir, O.G., 2013. "Microstructural characterization of medium carbon dual phase steels after intermediate quenching." In *Proceedings Of The 2st International Conference On Metallurgy And Materials*. Brno, Czech Republic.
- Gui, X., Gao, G., Guo, H., Zhao, F., Tan, Z. E Bai, B., 2017. "Effect of bainitic transformation during BQ&P process on the mechanical properties in an ultrahigh strength mn-si-cr-c steel." *Materials Science And Engineering A*, Vol. 684, p. 598–605.

- Hofer, C., Leitner, H., Winkelhofer, F., Clemens, H. E Priming, S., 2015. "Structural characterization of 'carbide-free' bainite in a Fe-0.2C-1.5Si-2.5Mn steel." *Materials Characterization*, Vol. 102, p. 85–91.
- Kim, K., Kim, K.I., Lee, C., Kang, J., Lee, T., Cho, K. E Oh, K.H., 2016. "Control of retained austenite morphology through double bainitic transformation." *Materials Science & Engineering A*, Vol. 673, p. 557–561.
- Kozeschnik, E. E Bhadeshia, H.K.D.H., 2008. "Influence of silicon on cementite precipitation in steels." *Materials Science and Technology*, Vol. 24, p. 343–347.
- Liu, S., Xiong, Z., Guo, H., Shang, C. E Misra, R.D.K., 2017. "The significance of multi-step partitioning: processing-structure-property relationship in governing high strength-high ductility combination in medium-manganese steels." *Acta Materialia*, Vol. 124, p. 159–172.
- Mendonça, R.R., Nogueira, I.M.S., Lovo, J.F.P. E Canale, L.C.F., 2020. "Multiple etchings methodology: a new approach in multiphase steel characterization." *Journal of Microscopy*, Vol. 277, p. 93–99.
- Bilal, M.M., Yaqoob, K., Zahid, M.H., Haq, E.U., Tanveer, W.H., Wadood, A. E Ahmed, B., 2019. "Effect of austempering conditions on the microstructure and mechanical properties of AISI 4340 and AISI 4140 steels." *Integrative Medicine Research*, Vol. 8, p. 5194–5200.
- Souza, G., 2008. *Caracterização microestrutural de um aço médio carbono e baixa liga ( com estrutura bainítica / martensítica ) via microscopia óptica*. Dissertação de mestrado, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá.
- Speer, J.G., Assunção, F.C.R., Matlock, D.K. E Edmonds, D.V., 2005. "The 'quenching and partitioning' process: background and recent progress." *Materials Research*, Vol. 8, p. 417–423.
- Tan, Z., Wang, K., Gao, G., Gui, X., Bai, B. E Weng, Y., 2014. "Mechanical properties of steels treated by Q-P-T process incorporating carbide-free-bainite/martensite multiphase microstructure." *Journal Of Iron And Steel Research International*, Vol. 21, p. 191–196.
- Tariq, F. E Baloch, R.A., 2017. "Formation of multiphase microstructure in steel 35CrMnSi by intercritical annealing – quenching – partitioning heat treatment." *Metal Science And Heat Treatment*, Vol. 58, p. 562–567.
- Xiong, X. C., Chen, B., Huang, M.X., Wang, J.F. E Wang, L., 2013. "The effect of morphology on the stability of retained austenite in a quenched and partitioned steel." *Scripta Materialia*, Vol. 68, p. 321–324.
- Zakerinia, H., Kermanpur, A. E Najafizadeh, A., 2009. "Color metallography; a suitable method for characterization of martensite and bainite in multiphase steels." *International Journal Of Iron And Steel Society Of Iran*, Vol. 6, p. 14–18.
- Zhao, J., Lv, B., Zhang, F., Yang, Z., Qian, L., Chen, C. E Long, X., 2019. "Effects of austempering temperature on bainitic microstructure and mechanical properties of a high-C high-Si steel." *Materials Science And Engineering A*, Vol. 742, p. 179–189.
- Zhao, P., Liu, Z., Du, F., Misra, R.D.K., Ren, W. E Yan, E., 2018. "Multiphase bainite - martensite steels: the significant impact of niobium microalloying on structure and mechanical behavior." *Materials Science and Engineering A*, Vol. 703, p. 9–15.
- Zhou, Q., Qian, L., Tan, J., Meng, J. e Zhang, F., 2013. "Inconsistent effects of mechanical stability of retained austenite on ductility and toughness of transformation-induced plasticity steels." *Materials Science and Engineering A*, Vol. 578, p. 370–376.

## 7. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.

## MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF A MULTIPHASE AUSTEMPERED LOW ALLOY SPRING STEEL

### Mayara Brenda de Moraes Correa

Institute of Education, Science and Technology of São Paulo - IFSP, Estrada Municipal Paulo Eduardo de Almeida Prado, s/n. São Carlos, SP, Brazil, 13.565-820  
mayab.correa@gmail.com

### João Fiore Parreira Lovo

Department of Mechanical Engineering, Engineering School of São Carlos, University of São Paulo, Av. Trab. Saocarlene, 400, São Carlos, SP, Brazil, 13.565-090  
joao.lovo@usp.br

### Lauralice de Campos Franceschini Canale

Department of Materials Engineering, Engineering School of São Carlos, University of São Paulo, Av. João Dagnone, 1100, São Carlos - SP, 13563-120

lfcanale@sc.usp.br

**José Benedito Marcomini**

Department of Materials Engineering, Engineering School of São Carlos, University of São Paulo, Av. João Dagnone, 1100, São Carlos - SP, 13563-120  
jmarcomini@usp.br

**Roberto Ramon Mendonça**

Institute of Education, Science and Technology of São Paulo - IFSP. Estrada Municipal Paulo Eduardo de Almeida Prado, s/n. São Carlos, SP, Brazil, 13.565-820  
rr.mendonca@ifsp.edu.br

**Abstract.** *Multiphase steels have been the subject of extensive research and development in recent years due to their excellent mechanical properties. However, its characterization is complex, requiring new approaches in preparation and analysis. The objective of this research was to obtain, via austempering, a multiphase microstructure in a commercial low alloy spring steel and characterize it microstructurally, understanding and comparing differences between conventional and unusual etchants. Different samples were austempered at 400°C for 6, 13 and 20 minutes, etched by two different reagents (Nital 2% and Sodium Metabisulfite 10% - SMB 10%), then analyzed using optical microscopy (OM). Results show a reduction in white areas related to the martensite/austenite constituent (MA) and austenite with the increase in austempering time, leading to the conclusion that there was carbide precipitation even with high silicon content, which is a cementite suppressor. Also, as expected, bainite could be observed in all samples, as well as retained austenite. The SMB 10% etchant was more efficient in identifying the multiphase steel obtained in this work than the usual Nital 2%.*

**Keywords:** *Multiphase Steel, Austemper, Color etchant, Bainite, Retained austenite*

**RESPONSIBILITY NOTICE**

The authors are the only responsible for the printed material included in this paper.