

Studio dell'evoluzione microstrutturale e delle caratteristiche meccaniche di acciai ad alto silicio austemperati

M. Franceschi, L. Pezzato, C. Gennari, K. Brunelli, M. Dabalà

Da alcuni anni a questa parte uno dei principali obiettivi delle ricerche nel campo della metallurgia, in particolare per quanto riguarda le leghe ferrose, è quello di sviluppare materiali con elevate caratteristiche resistenziali, garantendo pesi e costi ridotti per le strutture con essi realizzati. Attualmente risultano di grande interesse acciai (AHSS e TRIP) che combinano più costituenti microstrutturali, in particolare bainite, martensite ed austenite residua, che durante la deformazione si trasforma in martensite. La trasformazione martensitica indotta da deformazione causa aumento di duttilità e resistenza meccanica, ritardando la rottura e permettendo di ridurre lo spessore, peso e costi dei componenti. L'obiettivo di questo studio è quello di studiare una nuova composizione di acciaio ad alto silicio nell'ottica dell'impiego per nuove applicazioni strutturali. A seguito dei trattamenti i campioni sono stati caratterizzati mediante indagine microstrutturale al microscopio ottico ed elettronico e mediante diffrazione a raggi X. Sono state eseguite poi prove di durezza e di trazione per la valutazione delle caratteristiche meccaniche. Il materiale presenta una resistenza meccanica di 1720 MPa con un allungamento del 22% ed effetto TRIP.

PAROLE CHIAVE: ACCIAIO AD ALTO SILICIO, AUSTEMPERING, TRIP EFFECT, AUSTENITE RESIDUA

INTRODUZIONE

Negli ultimi anni sono stati numerosi gli studi dedicati agli acciai avanzati ad alta resistenza e, in particolare molti di questi riguardano acciai TRIP e quelli ad alto silicio (AHS). Queste tipologie di acciai sono caratterizzate da una microstruttura multifase e un contenuto di elementi in lega tali da offrire elevate proprietà meccaniche, in particolare dal punto di vista della resistenza a rottura, carico di snervamento, duttilità e tenacità [1-3]. Le interessanti proprietà meccaniche, date dalla combinazione dei costituenti microstrutturali di questi acciai, permettono loro di competere con acciai alto contenuto di costosi elementi alliganti e con altre leghe metalliche. La microstruttura è generalmente composta da ferrite, bainite con una ridotta quantità di carburi, austenite residua e una piccola frazione volumetrica di martensite. Questi acciai sono caratterizzati inoltre da un particolare comportamento meccanico che prende il nome di TRansformation Induced Plasticity (TRIP) che è stato scoperto per la prima volta negli anni Sessanta [1-4-5]. Questo fenomeno riguarda la trasformazione dell'austenite residua in martensite durante la deformazione (Strain induced martensite, SIM), tutto ciò determina un aumento notevole del grado di incrudimento, un ritardo nella formazione

Mattia Franceschi, Luca Pezzato,
Claudio Gennari, Katya Brunelli,
Manuele Dabalà

Department of Industrial Engineering,
University of Padova, Italy

del collo di strizione, dal momento che le deformazioni localizzate sono sfavorite dalla trasformazione stessa. La trasformazione che porta ad avere martensite con un elevato contenuto di carbonio favorisce un aumento della resistenza e della durezza nelle zone in cui precedentemente era localizzata la fase γ . L'aumento di volume dovuto al passaggio da martensite ad austenite causa che la formazione di zone ad alto contenuto di dislocazioni nell'intorno delle zone martensitiche [1,4].

PARTE SPERIMENTALE

Il materiale che è stato utilizzato nella seguente ricerca è stato un acciaio ad Alto Silicio (0.4C-3Si-2.7Mn), prodotto nei laboratori della università NMSTU di Magnitogorsk (Russia).

Trattamenti termici

I trattamenti termici sono stati effettuati con un forno elet-

trico tubolare (Carbolite) ed una muffola (Nabetherm 3000), il primo è stato utilizzato per la fase di austenitizzazione dei campioni mentre il secondo la fase isoterma di austempering. Si è utilizzato un sistema di raffreddamento con aria forzata per portare il campione dalla temperatura di austenitizzazione alla temperatura di austempering. Il raffreddamento finale è stato eseguito infine in acqua. Nel corso del trattamento termico i campioni sono stati collegati ad una termocoppia di tipo K, al fine di controllare in modo preciso la temperatura nelle fasi di riscaldamento e di raffreddamento. Mediante l'utilizzo del software JMatPro si è ricostruito il diagramma di fase della lega e delle curve TTT e CCT per progettare il trattamento termico. In particolare, sono state calcolate le temperature critiche di trasformazione del materiale, le velocità di riscaldamento e raffreddamento necessarie per consentire la formazione dei costituenti microstrutturali obiettivo del trattamento termico.

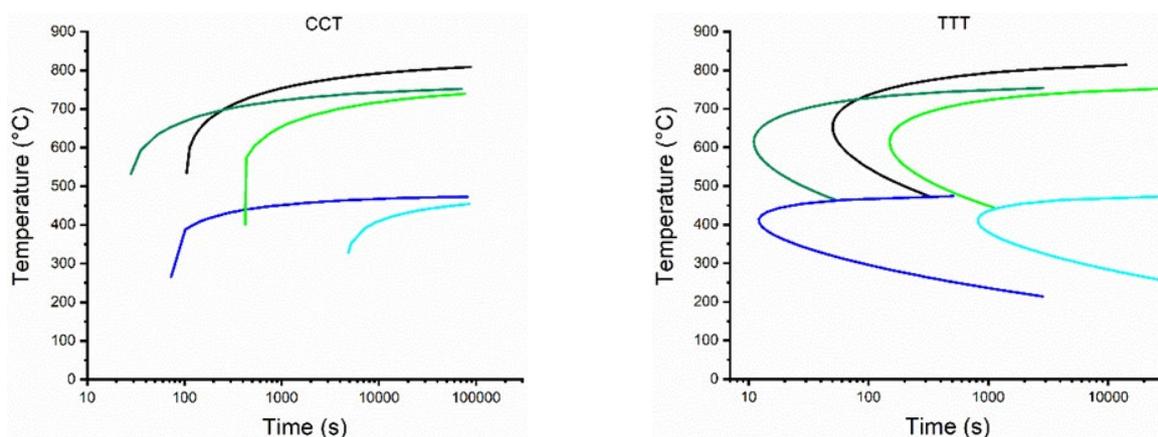


Fig.1 - Curve TTT e CCT per la lega oggetto di studio / TTT and CCT curves of the investigated alloy

Prima del trattamento di austempering il materiale è stato sottoposto a normalizzazione. L'austenitizzazione è avvenuta a 900°C per 30 minuti e successivamente il materiale è stato raffreddato in aria calma fino a temperatura ambiente, con una velocità di 10°C/s. Il trattamento di austempering eseguito è il seguente, riportato in **Tabella 1**:

Tab.1 - Schedule trattamenti termici / Heat treatment schedule

Temperatura di austenitizzazione (°C)	Tempo di austenitizzazione (min)	Temperatura di austempering (°C)	Tempo di austempering (min)
900	30	350	60

La microstruttura dei campioni è stata studiata prima e dopo i vari trattamenti termici sulla sezione dei fili. Lo studio è stato effettuato attraverso un microscopio ottico LEICA DMRE,

un microscopio elettronico a scansione (SEM) LEICA™ Cambridge Stereoscan 440. La preparazione dei campioni è stata eseguita seguendo le tecniche standard di prepara-

zione metallografica: taglio utilizzando dischi in carburo di silicio (SiC) lubrificati con acqua e olio, inglobati in resina fenolica, lappati per via meccanica con carte di SiC a diversa granulometria (320,500,800,1200 grit), lucidati con panni e sospensioni diamantate policristalline con dimensione 6, 3, 1 μm . Per mettere in evidenza la microstruttura dei campioni, questi sono stati sottoposti ad attacco metallografico Nital 2. L'identificazione delle fasi e la loro quantificazione (mediante analisi Rietveld) è stata effettuata attraverso la tecnica di diffrazione a raggi X (XRD), utilizzando un diffrattometro Siemens D500, dotato di monocromatore sul detector e una lampada al rame ($\text{Cu K}\alpha$). Il range angolare investigato è pari a $2\theta=40^\circ-105^\circ$, step scan= 0.025° and counting time di 6s. I pattern di diffrazione ottenuti sono stati poi analizzati mediante il software Maud (Lutterotti). È stata utilizzata anche la tecnica di microscopia elettronica a trasmissione (TEM), una volta eseguito il trattamento termico, per caratterizzare in maniera completa la microstruttura e in particolare l'austenite residua. Lo strumento utilizzato è JEOL JEM 200CX operante a 160 kV, la preparazione dei campioni (thin foils) è stata eseguita attraverso lappatura meccanica fino ad ottenere lamine di spessore pari a 70 μm da cui, sono stati ricavati dei dischi di diametro 3mm attraverso pressatura meccanica, sottoposti infine ad ulteriore lappatura. La parte finale della lucidatura è stata eseguita per via elettrochimica, con il twin-jet polisher STRUERS TENUJOL-3, usando come elettrolita una soluzione 95% acido acetico (CH_3COOH) e 5% acido perclorico (HClO_4), lavorando a temperatura ambiente e tensione 45 V. L'evoluzione delle caratteristiche

meccaniche del materiale è stata studiata attraverso misure di microdurezza Vickers, con un microdurometro Leitz TM DURIMET, eseguendo cinque indentazioni su ogni campione con un peso da 300g. Sono stati ricavati anche dei campioni di trazione per valutare le caratteristiche meccaniche e l'effetto del trattamento termico, nonché l'evoluzione microstrutturale. Forma e dimensioni dei campioni sono state fissate usando come riferimento la normativa ASTM A370 $\epsilon 19'1$; i test sono stati eseguiti con una macchina trazione Galbadini da 600 ton e imponendo una velocità di deformazione di $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. La forza è stata misurata attraverso la cella di carico, mentre lo spostamento attraverso il movimento della traversa della macchina stessa.

RISULTATI E DISCUSSIONE

Il trattamento di austempering permette di ottenere una microstruttura caratterizzata dalla presenza di free-carbide bainite (B), martensite (M) e austenite residua (M), come riportato in **Fig.2**. È possibile distinguere isole di martensite, derivante dalla trasformazione dell'austenite durante il raffreddamento finale, presenti tra le regioni bainitiche, formatesi nel corso del trattamento di austempering. Inoltre, si osserva presenza di austenite residua sottoforma di blocchi sempre presenti a bordo delle regioni bainitiche. È presente dell'austenite anche all'interno delle regioni bainitiche sottoforma di film tra le lamelle di ferrite bainitica, in accordo con numerosi valori presenti in letteratura.

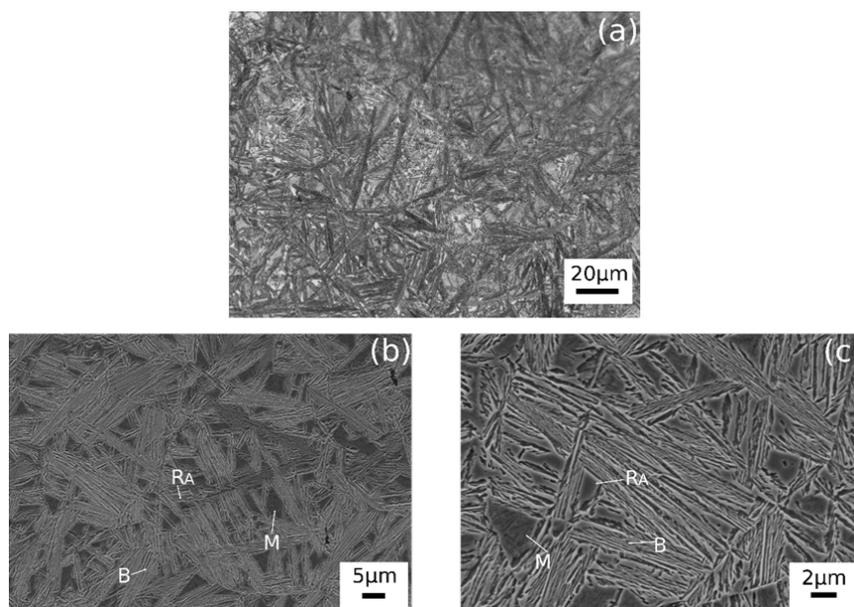


Fig.2 - Micrografia ottica (a), (b) SEM materiale soggetto a trattamento con austenitizzazione a 900°C (30 min) e austempering a 350°C (60 min) / optical and SEM micrograph of the material subjected to austenitization at 900°C (30 min) and austempering at 350°C (60 min)

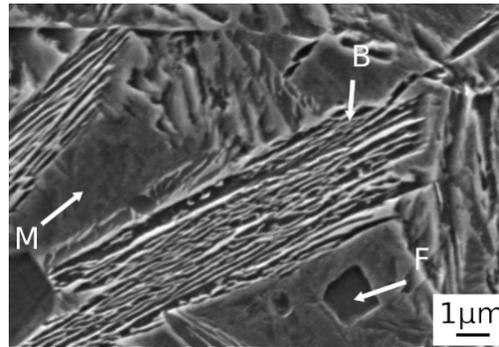


Fig.3 - Dettaglio della bainite al SEM / Bainite detale at SEM

Microstruttura post prova di trazione

Di seguito si riportano le micrografie OM e SEM dei campioni dopo la prova di trazione Fig. 4 - Micrografie OM e SEM dei campioni dopo prova di trazione. In particolare, si è osservata la microstruttura in corrispondenza della frattura. È

possibile osservare la assenza di isole martensitiche, non osservabili precedentemente alla prova di trazione, indice del fatto che c'è stata trasformazione martensitica dovuta alla sollecitazione meccanica (effetto TRIP).

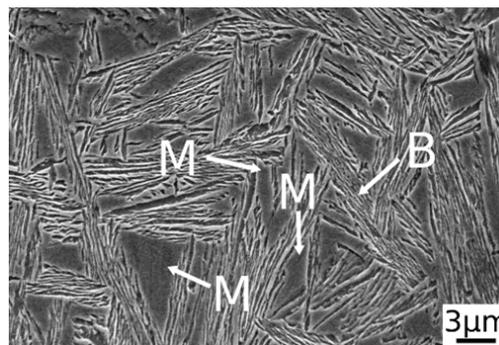


Fig.4 - Micrografie OM e SEM dei campioni dopo prova di trazione /
OM and SEM micrograph of the material after tensile test

Diffrazione a Raggi X

Uno dei principali obiettivi di questa tipologia di trattamenti termici è quella di ottenere degli acciai multifasici e, in particolare si intende partizionare il carbonio nell'austenite al fine stabilizzarla e favorirne la presenza a temperatura ambiente. L'indagine per individuare le fasi e dei costituenti microstrutturali presenti al termine del trattamento termico è pertanto di primaria importanza in questa ricerca. Dalla **Fig. 5 (a)** si notano i picchi relativi alla presenza di fase gamma, indici della presenza di austenite residua, trattenuta a temperatura ambiente grazie al processo di partizionamen-

to del carbonio nel corso della trasformazione bainitica durante l'austempering. Dall'analisi Rietveld, il cui risultato è indicato in **Tab. 2**, risulta essere presente una frazione volumetrica di austenite pari al 12%.

In seguito ai test meccanici, il materiale è stato sottoposto ad analisi XRD in corrispondenza della frattura. Ciò che è possibile osservare è che nel pattern (**Fig. 5 (b)**) non sono più visibili i picchi relativi all'austenite residua. Questo risultato permette di confermare quanto osservato durante l'osservazione al microscopio ottico ed elettronico.

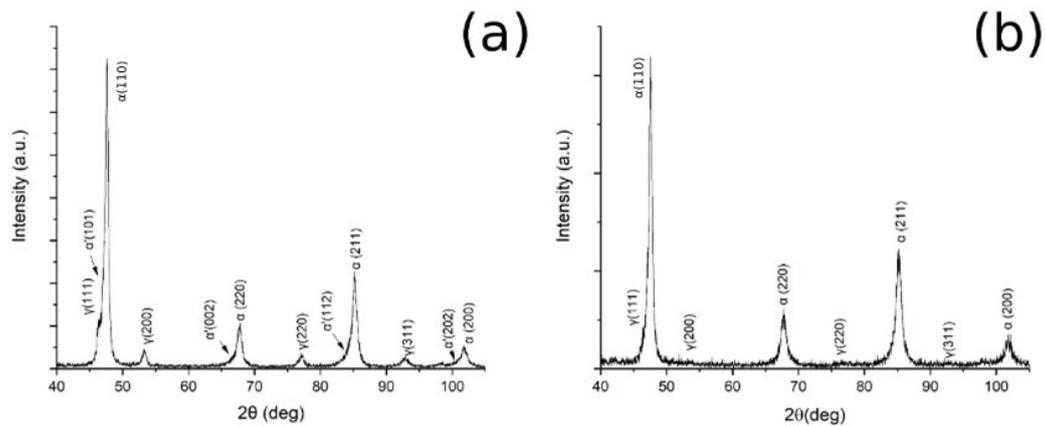


Fig.5 - Pattern XRD campione 1 sottoposto ad austenitizzazione a 900°C e austempering a 350°C prima (a) e dopo prova di trazione (b) / Xrd pattern pf the material subjected to austenitization a 900°C and austempering at 350°C before (a) and after tensile test (b)

Tab.2 - Quantificazione dei costituenti microstrutturali / Microstructural constituent quantification

Retained austenite (%) post-trattamento termico	Retained austenite (%) post-prova di trazione
12	2

Microscopia elettronica a trasmissione

In **Fig. 6** è riportata la micrografia ottenuta mediante microscopio elettronico a trasmissione. È possibile osservare la presenza di Free-Carbide Bainite (B) e di film di austenite residua (RA), stabilizzata a temperatura ambiente grazie al fenomeno di partizionamento del carbonio, avvenuto nel corso del trattamento termico [1]. Tutto ciò conferma le precedenti considerazioni riguardanti le micrografie ottiche e ottenute mediante il microscopio elettronico a

scansione. Tale morfologia di austenite conferma che il trattamento termico consente di stabilizzare la fase gamma, grazie al fenomeno di partizionamento del carbonio e formazione di bainite priva di carburi. Come si riporta più volte in letteratura, l'austenite sottoforma di film presenti tra le lamelle bainitiche, è caratterizzata da elevata stabilità e darà trasformazione martensiticaca solo ad alti valori di deformazione.

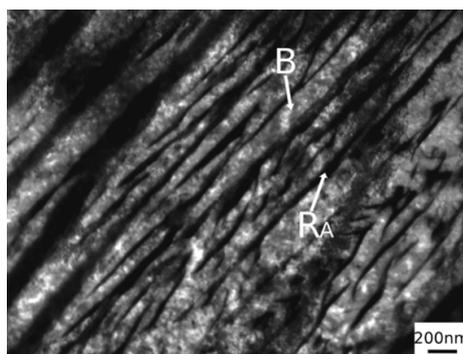


Fig.6 - Immagine TEM materiale soggetto a trattamento con austenitizzazione a 900°C (30 minuti) e austempering a 350°C (60 min)

Microdurezza

Dai valori di durezza riportati in **Tab3** si osserva che il materiale a seguito delle prove meccaniche, nella zona nell'intorno della frattura, si ha un incremento della durezza che può essere attribuito all'incrudimento del materiale e della crescita della densità di dislocazioni.

Tab.3 - Valori di microdurezza / Vickers microhardness values

Trattamento	Valore Medio	Deviazione Standard
Austempering	467	23
Austempering post trazione	686	28

Prove di trazione

Il materiale presenta elevato allungamento e UTS (1720 Mpa) e una significativa deformazione plastica: la deformazione a rottura a rottura è infatti del 22%, confrontabile con quella del materiale ricotto. Il comportamento meccanico trova giustificazione nel fatto che durante l'appli-

cazione della sollecitazione e la deformazione del materiale si ha una evoluzione microstrutturale, osservabile al microscopio e con la diffrazione. In particolare, quanto avviene è la trasformazione dell'austenite residua in martensite dovuta a deformazione (effetto TRIP) c.

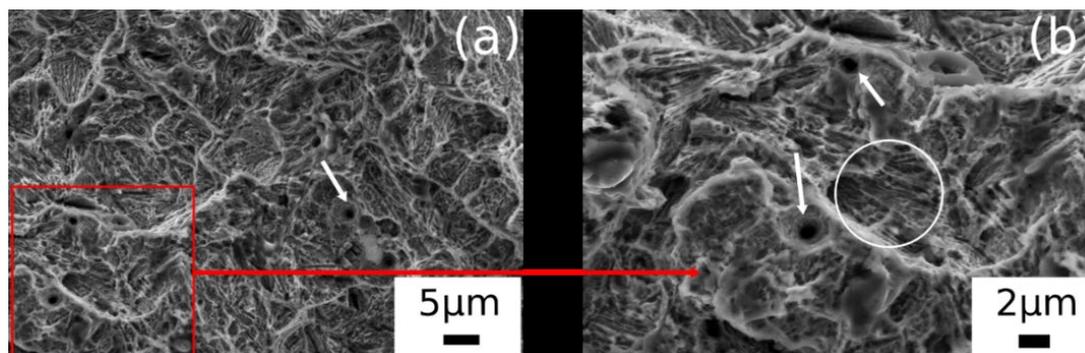
Tab.4 - Risultati della prova di trazione

Trattamento	Carico di snervamento (MPa)	Carico di rottura (MPa)	Deformazione ϵ (%)
1	1400	1720	22

Frattografie

L'analisi delle superfici di frattura dei campioni riflette il comportamento meccanico del materiale osservato nel corso delle prove di trazione effettuate sui campioni. Il materiale infatti, quando sottoposto al trattamento termico, presenta un chiaro comportamento duttile. La super-

ficie di frattura, riportata in **Fig**, è caratterizzata dalle tipiche features di una frattura duttile con numerosi dimples, indicati nelle immagini dalle frecce di colore bianco. Nel cerchio bianco, **Fig** (b), si può vedere in maggiore dettaglio anche l'aspetto della frattura dei grani bainitici che costituiscono la microstruttura del materiale.

**Fig.7** - Frattografia SEM / SEM fractographs

CONCLUSIONI

Nel presente lavoro sono state studiate le caratteristiche microstrutturali e le proprietà meccaniche di un acciaio ad alto silicio sottoposto a trattamento di austempering. Si è dimostrato che il trattamento porta alla formazione di una microstruttura multifasica costituita da martensite, free-carbide bainite e austenite residua. Si è osservato inoltre una evoluzione della microstruttura a seguito della sollecitazione del materiale, dovuta alla trasformazione martensitica indotta da deformazione.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Fonstein, N. Advanced high strength sheet steels: Physical metallurgy, design, processing, and properties. *Adv. High Strength Sheet Steels Phys. Metall. Des. Process. Prop.* 2015, 1–396, doi:10.1007/978-3-319-19165-2.
- [2] Timokhina, I.B.; Hodgson, P.D.; Pereloma, E. V Effect of Microstructure on the Stability of Retained Austenite in Transformation-Induced-Plasticity Steels;
- [3] Bleck, W.; Papaefthymiou, S.; Frehn, A. Microstructure and tensile properties in dual phase and trip steels. *Steel Res. Int.* 2004, 75, 704–710, doi:10.1002/srin.200405831.
- [4] Diószegi, A.; Diaconu, V.L.; Fourlakidis, V. Prediction of volume fraction of primary austenite at solidification of lamellar graphite cast iron using thermal analyses. *J. Therm. Anal. Calorim.* 2016, 124, 215–225, doi:10.1007/s10973-015-5158-z.

Study of evolution of microstructure and mechanical properties of high silicon austempered steel

Since some years now, one of the main objectives of the metallurgical researches, in particular regarding ferrous alloys, has been the development of materials with high resistance characteristics, guaranteeing reduced weights and costs for the structures made with them. Currently steels as, AHS and TRIP, are very interesting. They combine several microstructural constituents, bainite, martensite and residual austenite, which during deformation transforms into martensite. Martensitic transformation induced by strains increases ductility and mechanical strength, delaying fracture and allowing thickness reductions and therefore components weight and costs. The aim of this study is to study a new high silicon steel composition with the possibility of its use for new structural applications. After the treatments, the samples were characterized by microstructural investigation with an optical and electron microscope and by diffraction X-ray. Hardness and tensile tests were performed to evaluate the mechanical characteristics. The material has a mechanical strength of 1720 MPa with an elongation of 22% and TRIP effect.

KEYWORDS: HIGH SILICON STEEL, AUSTEMPERING, TRIP EFFECT, RETAINED AUSTENITE