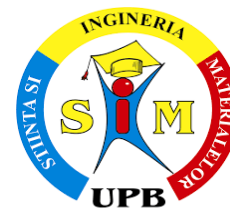




UNIVERSITATEA NAȚIONALĂ DE ȘTIINȚĂ ȘI
TEHNOLOGIE POLITEHNICA BUCUREȘTI
ȘCOALA DOCTORALĂ ȘTIINȚA ȘI INGINERIA
MATERIALELOR



REZUMATUL TEZEI DE DOCTORAT

UTILIZAREA UNOR METODE COMPARATIVE PENTRU ESTIMAREA CANTITĂȚII DE AUSTENITĂ REZIDUALĂ DIN OȚELURILE DE RULMENȚI TIP ASTM A534B29 ȘI ASTM A485-2

Doctorand: Ing. Georgiana - Laura IONESCU

Conducător de doctorat: Prof. habil. dr. ing. Brândușa GHIBAN

COMISIE DE DOCTORAT

Președinte	Prof.habil.dr.ing. Valeriu Gabriel GHICA	de la	Universitatea Națională de Știință și Tehnologie Politehnica din București
Conducător de doctorat	Prof.habil.dr.ing. Brândușa GHIBAN	de la	Universitatea Națională de Știință și Tehnologie Politehnica din București
Membru	Prof.dr.ing. Cătălin Ovidiu POPA	de la	Universitatea Tehnica din Cluj Napoca
Membru	Prof.habil.dr.ing. Liana Sanda BALTEȘ	de la	Universitatea Transilvania din Brașov
Membru	Conf.dr.ing. Sorin CIUCĂ	de la	Universitatea Națională de Știință și Tehnologie Politehnica din București

București 2023

CUPRINS

MULȚUMIRI	3
ABSTRACT.....	4
LISTA DE FIGURI.....	6
LISTA TABELE	11
CAPITOLUL 1.	15
INTRODUCERE.....	15
CAPITOLUL 2.	19
STADIUL ACTUAL AL CERCETĂRILOR ÎN DOMENIU.....	19
2.1 Oțeluri pentru rulmenți	19
2.2 Influența elementelor de aliere	21
2.3 Călibilitatea oțelurilor	26
2.4 Austenita reziduală. Influența asupra proprietăților	27
2.5 Tratamente termice superficiale aplicate oțelurilor.....	28
2.5.1 Carburarea oțelurilor.....	29
2.5.2 Călire prin inducție	31
CAPITOLUL 3.	35
MATERIALE ȘI METODICA DE CERCETARE	35
3.1 Materiale tip rulmenți obținuți prin carburare	35
3.2 Materiale tip rulmenți obținuți prin inducție.....	40
3.3 Estimarea conținutului de Austenită Reziduală în oțelurile pentru rulmenți.....	47
Analiza de difracție cu raze-X	48
Analiza metalografică optică cantitativă și calitativă	50
Microscopie electronică cu baleiaj (SEM)	51
Spectrometrie cu dispersie după energii (EDAX)	52
Metoda Magneto - Inductivă – Control Nedistructiv	52
3.4 Pregătirea metalografică a probelor.....	56
3.5 Programul experimental utilizat în cadrul investigațiilor prezentei lucrări	60
CAPITOLUL 4.	61
STUDII ȘI CERCETĂRI EXPERIMENTALE PRIVIND ESTIMAREA AUSTENITEI REZIDUALE ÎN OȚELURILE DE RULMENȚI OBȚINUȚI PRIN CARBURARE	61
4.1 Rezultate privind analiza de difracție cu raze X	61
4.2 Rezultate privind analiza metalografică cantitativă și calitativă pentru estimarea austenitei reziduale	63
4.3 Rezultate privind estimarea conținutului de austenită reziduală prin analiza magneto- inductivă.....	68
CAPITOLUL 5	78
STUDII ȘI CERCETĂRI EXPERIMENTALE PRIVIND ESTIMAREA AUSTENITEI REZIDUALE ÎN OȚELURILE DE RULMENȚI OBȚINUȚI PRIN INDUCȚIE	78
5.1 Rezultate privind analiza de difracție cu raze X	78

5.2 Rezultate privind analiza metalografică cantitativă și calitativă pentru estimarea conținutului de austenită reziduală	81
5.3 Rezultate privind estimarea conținutului de austenită reziduală prin analiza magneto-inductivă	108
5.4 Rezultate privind analiza la microscopul electronic cu baleaj (SEM).....	116
5.5 Utilizarea curentă a metodei magneto-inductivă Feritscope®	125
CONCLUZII	133
CONTRIBUȚII ORIGINALE	133
PERSPECTIVE ALE CERCETĂRILOR VIITOARE	133
BIBLIOGRAFIE	141
LISTA PUBLICATIILOR PENTRU DISEMINAREA REZULTATELOR	150

MULȚUMIRI

Aș dori să profit de aceasta ocazie pentru a mulțumi conducătorului de doctorat, Doamnei Prof. Habil. Dr. Ing. **Ghiban Brândușa**, pentru sfaturile sale excelente, sprijinul continuu, discuțiile constructive și valoroase pe parcursul perioadei de cercetare și pentru finalizarea cu succes a întregii teze de doctorat.

Mulțumiri speciale întregului colectiv din Departamentul de Știința Materialelor Metalice, Metalurgie Fizică din cadrul Facultății Știința și Ingineria Materialelor- UPB, în special domnului Prof. Habil. Dr. Ing. Florin Miculescu și Conf. Dr. Ing. Dan Gheorghe.

Acest proiect nu s-ar fi realizat fără un sprijin imens și încurajare din partea colegilor și conducerii Timken. Aș dori să profit de această ocazie pentru a le mulțumi Dr. Ing. Rothleutner, Lee M, Dr. Ing. Bedekar, Vikram M. și Dr. Ing. Pantawane, Mangesh Vyankat de la Centrul de tehnologie Timken U.S.A. cât și colegilor mei Ing. Tănase Constantin și Dr. Ing. Nițescu Dan de la Timken Romania pentru sprijinul acordat în acest demers.

Aș dori să mulțumesc tuturor referenților pentru acceptarea acestei cercetări și pentru evaluarea înaltă a tezei mele de doctorat.

Mulțumesc pentru oportunitatea de a finaliza o parte a lucrărilor de cercetare științifică în cadrul bursei cofinanțată din Programul Capital Uman 2014-2020, “Training of PhD students and postdoctoral researchers in order to acquire applied research skills—SMART”, contract no. 13530/16.06.2022—SMIS code: 153734.

Aș dori să le mulțumesc prietenilor și familiei pentru sprijinul și încurajarea lor nesfârșită, în special mamei mele, Luminița, tatălui meu, Laurențiu, fratelui meu, Andrei, și logodnicului meu, Radu.

REZUMAT

Rulmenții utilizați în anumite aplicații, cum ar fi căile ferate și turbinele eoliene, necesită o stabilitate dimensională strictă în timpul funcționării. Austenita reziduală este un factor care influențează stabilitatea dimensională a componentelor rulmenților, de aceea trebuie controlată și menținută în anumite limite în microstructura oțelului de rulmenți. Această lucrare prezintă câteva rezultate experimentale privind evaluarea conținutului de austenită reziduală pe probe provenite din componentele rulmenților. Au fost utilizate probe facute din doua marci de otel, atat din marca de otel pentru carburare ASTM A534B29, cât și marca A485-2 pentru călire superficială prin inducție, pentru a verifica evoluția conținutului de austenită reziduală evaluat la diferite adâncimi. Pentru a atinge obiectivul aceste lucrări s-au efectuat analize distructive în vederea estimării volumului de austenită reziduală prin intermediul următoarelor metode de analiză: microscopie optică, microscopie electronică cu baleaj și difracție de raze X, și pe de altă parte s-au verificat și compoziția chimică prin analiza chimică la spectrometrul cu emisie optică dar și profilele de duritate pe probelor durificate în suprafață.

Lucrarea de față studiază metoda magneto-inductivă de evaluare a diferitelor conținuturi de austenită reziduală în oțelul de rulmenți ASTM A534B29 și oțelul A485-2, comparând în același timp evaluările corespunzătoare prin difractometrie cu raze X și analiza la microscopul metalografic optic. Conținutul de austenită reziduală în oțelul carburat ASTM A534B29 a fost modificat printr-un tratament de revenire suplimentară pentru a obține probe cu intervale distincte de austenită reziduală în regiunea carburată a oțelului. Austenita reziduală la diferite adâncimi în aceste probe a fost estimată prin metoda magneto-inductivă, și au fost comparate rezultatele cu cele obținute prin celelalte două metode. A fost demonstrat că metoda magneto-inductivă furnizează rezultate precise (cu o abatere medie de 0,5%) cu o sensibilitate suficientă la diferite niveluri (inclusiv sub 5% vol.) de austenită reziduală. Conținutul de austenită reziduală în oțelul de rulmenți pentru călire superficială A485-2 a fost modificat doar prin schimbarea temperaturii de călire prin inducție restul parametrilor de proces fiind similari. Datorită conținutului elementelor de aliere semnificativ de Cr și Mn, s-au format carburi de natură paramagnetică ce au influențat conținutul de austenită reziduală evaluat cu ajutorul Feritscope®. Astfel se poate spune că această metodă este una fezabilă pentru oțelurile slab aliate, în timp ce pentru oțelurile aliate ce formează carburi paramagnetice metodă necesită o perfecționare.

Cuvinte cheie: austenită reziduală, oțeluri pentru rulmenți, microstructură; testare nedistructivă; DRX; metoda magneto-inductivă;

Rezumatul de față cuprinde într-o formă concisă conținutul capitolelor 1-5, a concluziilor și a contribuțiilor originale. Numerotarea capitolelor, subcapitolelor, a figurilor și a tabelelor corespunde cu cea din teză. Sunt prezentate referințele bibliografice selective folosite în lucrare.

CAPITOLUL 1. INTRODUCERE

Capitolul 1, intitulat "*Introducere*" este destinat prezentării principalelor aspecte legate de oțelurile pentru rulmenți, aplicații ale rulmenților, austenita reziduală în oțelurile carburate și călite prin inducție și metode destructive și nedestructive utilizate pentru estimarea conținutului de austenită reziduală. Piesele de inginerie mecanică utilizate în aplicații solicitante trebuie să fie cât mai tolerante la deteriorări. Rulmenții sunt printre cele mai importante componente din oțel din mașinile moderne, găsindu-și aplicabilitatea într-o gamă largă de domenii, cum ar fi vehiculele, turbinele eoliene și aerospațiale [1]. Stabilitatea dimensională a rulmenților a devenit o problemă majoră cu multe decenii în urmă, când s-a constatat că rulmenții care conțin austenită reziduală s-au modificat dimensional în timpul depozitării înainte de a fi puși în funcțiune [4]. Măsurarea conținutului de austenită reziduală folosind difracția cu raze X (DRX) are o importanță în controlul și asigurarea calității. Rolul austenitei reziduale în aceste microstructuri este complex, deoarece poate avea efecte atât pozitive, cât și negative asupra proprietăților și performanței acestor oțeluri, în ceea ce privește performanța componentelor și durata de viață [24]–[27]. În general, un conținut ridicat de austenită reziduală poate afecta proprietățile mecanice și în cazul nostru cantitatea de austenită reziduală poate juca un rol semnificativ în afectarea unor proprietăți ale oțelurilor pentru rulmenți, cum ar fi: performanța, stabilitatea dimensională și longevitatea unei componente din oțel [28], [29]. Partea de cercetare a constatat într-un studiu asupra unui număr definit de probe carburate și călite prin inducție, pentru a stabili o metodă de control nedestructiv pentru estimarea conținutului de AR care să confere cea mai bună rapiditate și ușurință în execuție.

CAPITOLUL 2. STADIUL ACTUAL AL CERCETĂRILOR ÎN DOMENIU

Capitolul 2, intitulat "*Stadiul actual al cercetărilor în domeniul*" este alcătuit din 5 subcapitole în care sunt prezentate aspectele generale ale oțelurilor de rulmenți, influența elementelor de aliere asupra proprietăților, austenita reziduală și influența acesteia asupra proprietăților rulmenților și nu în ultimul rând sunt prezentate tratamentele de îmbunătățire în suprafață aplicate probelor care fac subiectul acestei lucrări.

CAPITOLUL 3. MATERIALE ȘI METODICA DE CERCETARE

În cadrul experimentelor din prezenta lucrare au fost utilizate două tipuri de material de rulmenți, pentru fiecare utilizându-se aceleași metode de analiză pentru estimarea cantității de austenită reziduală.

3.1 Materiale tip rulmenți obținuți prin carburare

În vederea estimării conținutului de austenită reziduală din probe carburate s-a utilizat un oțel ASTM A534B29 furnizat de compania Timken. Pentru investigații au fost utilizate trei role cilindrice cu lungimea de 85 mm și respectiv diametrul 48 mm.

Fluxul general al ciclului de cementare utilizat pentru rolele folosite ca probe de test este prezentat în Figura 3.2a. S-a presupus că toate probele de aceleași dimensiuni și compoziție chimică care trec prin aceeași termocinetică a ciclului de carburare au un conținut similar de austenită reziduală (AR) (Figura 3.2a). În plus față de ciclul de carburare, câteva probe au fost expuse câte două ore de revenire secundară la 260 °C și 290 °C pentru a reduce conținutul de AR (Figura 3.2b). Aceste temperaturi de revenire au fost selectate pe baza studiilor care raportează

efectul temperaturilor de revenire asupra conținutului de AR [65]–[67]. Variația conținutului de austenită reziduală în oțelurile tratate termic este studiată print tehnica de difracție cu raze X, microscopie optică dar și prin metoda neconventională magneto-inductivă. Se constată că nivelul de austenită reziduală în probele de oțel studiate crește odată cu temperatura de austenitizare și scade lent odată cu temperatura de revenire până la 180 °C. Peste această temperatură scade foarte rapid până când la temperatura de revenire de 290 °C rămâne un conținut redus sub 1% (AR). De asemenea, sunt demonstrate efectele pregătirii suprafeței asupra rezultatelor măsurărilor de difracție de raze X [68]. În esență, au fost luate în considerare trei probe din role distincte pentru evaluare, cu temperaturi specifice de revenire, așa cum este prezentat în Tabelul 3.1. Trebuie menționat că revenirea primară este o etapă finală a ciclului de cementare utilizat pentru toate probele (Figura 3.2a).

În Tabelul 3.1 este prezentată identificarea speciimenelor și temperaturile de revenire la care au fost expuse acestea.

Tabel 3. 1 Temperaturile de revenire la care au fost expuse probele experimentale

Proba #	Temperatura de revenire
1	Revenire primară: 182 °C ± 5 °C
2	Revenire primară: 182 ± 5 °C + Revenire Secundară: 260 ± 5 °C
3	Revenire primară: 182 ± 5 °C + Revenire Secundară: 290 ± 5 °C

Toate probele au fost evaluate folosind spectrometria de emisie optică (OES) pentru verificarea compoziției chimice a probelor conform standardului BS EN ISO 683-17. Pentru a verifica compoziția chimică s-a folosit un spectrometru model Bruker Q4 TASMANN. În plus, a fost verificata adâncimea stratului carburat obținut, realizându-se un profil de duritate utilizând echipamentul de microduritate Vickers EMCO-TEST cu o sarcină de 1 kgf pentru a măsura adâncimea stratului carburat al probelor.

Tabel 3. 2 Compoziția chimică (în % greutate) a oțelului ASTM A534B29 măsurată prin spectrometrie de emisie optică, conform standardului

Element	Compoziția chimică, %wt					
	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo
Măsurat	0.22 ± 0.015	0.69 ± 0.006	0.25 ± 0.010	0.64 ± 0.010	1.61 ± 0.015	0.25 ± 0.012
Standard	0.17–0.23	0.4–0.7	0.15–0.35	0.35–0.65	1.6–2.0	0.2–0.3

Profilul de microduritate al tuturor probelor este prezentat în Figura 3.3. Adâncimea efectivă a stratului carburat este în general măsurată începând cu adâncimea imediat de sub suprafață până când duritatea Vickers scade la 550 HV. Profilul de microduritate a fost efectuat de la suprafață până la o adâncime de 4,5 mm. Măsurările stratului carburat efectiv obținute din profilul de duritate sunt prezentate în Tabelul 3.3. În timp ce toate probele au fost supuse aceluiși tratament de cementare, efectul revenirii secundare asupra statului efectiv carburat al celor două probe #2 și #3 este vizibil. Acest lucru, la rândul său, indică, de asemenea, variația austenitei reziduale în funcție de temperatura de revenire secundară la care au fost expuse probele #2 și #3.

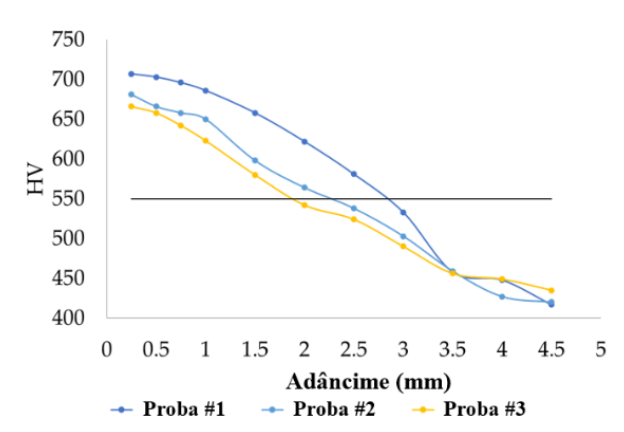


Figura 3. 1 Reprezentarea grafică a profilelor de microduritate realizate pe probele investigate, pentru a evidenția stratul efectiv carburat

Măsurările de duritate au fost efectuate în linie dreaptă perpendicular pe suprafața probei înglobată transversal, la intervale regulate de 0.25 mm până la 1 mm, după care s-a continuat cu un pas de 0.5 mm, până la adâncime de 4.5 mm adâncime pe fiecare probă, menținând întotdeauna o distanță minimă de trei lățimi de indentare.

Tabel 3. 3 Adâncimea efectivă a straturilor carburate măsurate prin realizarea profilului de duritate

Proba #	Adâncime strat [mm]
Proba #1	2.8
Proba #2	2.3
Proba #3	1.9

3.2 Material tip rulmenți obținuți prin inducție

În vederea estimării cantității de austenită reziduală din probe călite prin inducție au fost utilizate oțeluri de rulmenți tip A485-2 sub formă de bare liniare, furnizate de compania Timken.

Tabel 3. 4 Parametrii de proces folosiți pentru procesul de călire prin inducție

Proba #	Temperatură Călire prin inducție	Temperatură Tratament sub "0"	Temperatură Revenire
1	810 °C ± 5 °C	-20 °C	182 °C
2	880 °C ± 5 °C	-20 °C	182 °C
3	980 °C ± 5 °C	-20 °C	182 °C

Compoziția chimică a barelor a fost verificată folosind spectrometria de emisie optică, așa cum este prezentată în Tabelul 3.6. S-a confirmat că proba a fost realizată din A485-2 conform standardului A485-17 [71].

Tabel 3. 5 Compoziția chimică (în gr%) a A485-2 măsurată prin spectrometrie de emisie optică și conform standardului A485-17

Element	Compoziția chimică, %wt					
	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo
Măsurat	0.89 ± 0.012	1.57 ± 0.021	0.74 ± 0.015	1.58 ± 0.032	0.2 ± 0.015	0.06 ± 0.006
Standard	0.85-1.00	1.40-1.70	0.5-0.8	1.40-1.80	<0.25	<0.10

Profilul de microduritate al tuturor probelor este prezentat în Figura 3.8. Adâncimea efectivă a stratului călit prin inducție este în general măsurată începând cu adâncimea imediat de sub suprafață până când duritatea scade la o valoare aproximativă de 400 HV. Profilul de microduritate (HV1) a fost realizat de la 0.5 mm până la o adâncime de 16 mm.

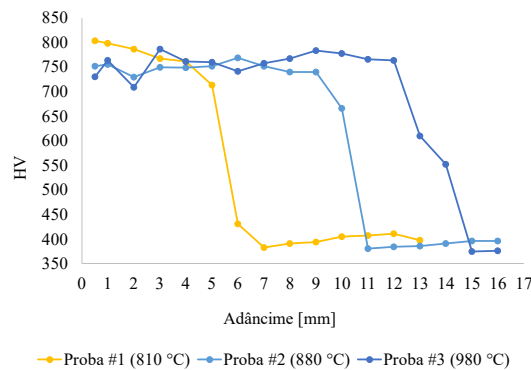


Figura 3. 2 Reprezentarea grafică a profilelor de microduritate realizate pe fiecare dintre cele 3 probe, pentru a măsura stratul efectiv călit prin inducție

Tabel 3. 6 Adâncimea efectivă a straturilor călite prin inducție măsurate cu ajutorul profilului de duritate

Proba #	Strat călit efectiv [mm]
Proba #1	5.1
Proba #2	10
Proba #3	12.7

3.3 Estimarea conținutului de Austenită Reziduală în oțelurile pentru rulmenți

Au fost propuse diferite metode pentru a evalua austenita reziduală într-un material. Pentru determinarea prezenței austenitei reziduale în oțel există trei metode principale: microscopia optică atât calitativă sau cantitativă (MO); Difrakția cu raze X (DRX) și Metode magneto-inductive. Totodată se urmărește determinarea unui conținut de austenită reziduală (AR) mai mic de 5%, micșorarea incertitudinii și adecvarea metodei de încercare conform practicii Uniunii Europene [31], [33]–[35].

Partea de cercetare a constat într-un studiu asupra unui număr definit de probe carburate și călite prin inducție, pentru a stabili o metodă de evaluare a austenitei reziduale (AR) prin Difrakție cu raze X (DRX) care să confere cea mai bună rapiditate și ușurință în execuție. Pentru studiu au

fost pregătite mai multe seturi de probe prelevate din mărci de oțel diferite având un conținut diferit de carbon.

Austenita reziduală evaluată la diferite adâncimi în aceste probe folosind metoda magneto-inductivă a avut un rezultat echivalent cu alte metode descrise în lucrările de specialitate. Discuțiile ulterioare bazate pe date sugerează că metoda magneto-inducției furnizează rezultate precise (cu o abatere medie de 0,5%) cu o sensibilitate suficientă la diferite niveluri (inclusiv sub 5% vol.) de austenită reziduală.

3.5. Programul experimental utilizat în cadrul investigațiilor prezentei lucrări

Pe cele două tipuri de material utilizat la fabricarea rulmenților (fie tratați în suprafață prin carburare, fie tratați prin inducție) au fost utilizate metodele comparative: difracție cu raze X, analiza metalografică optică cantitativă și calitativă, analiza prin metodă magneto-inductivă și analiza prin microscopie electronică cu baleiaj. Programul experimental este redat în figura 3.14.

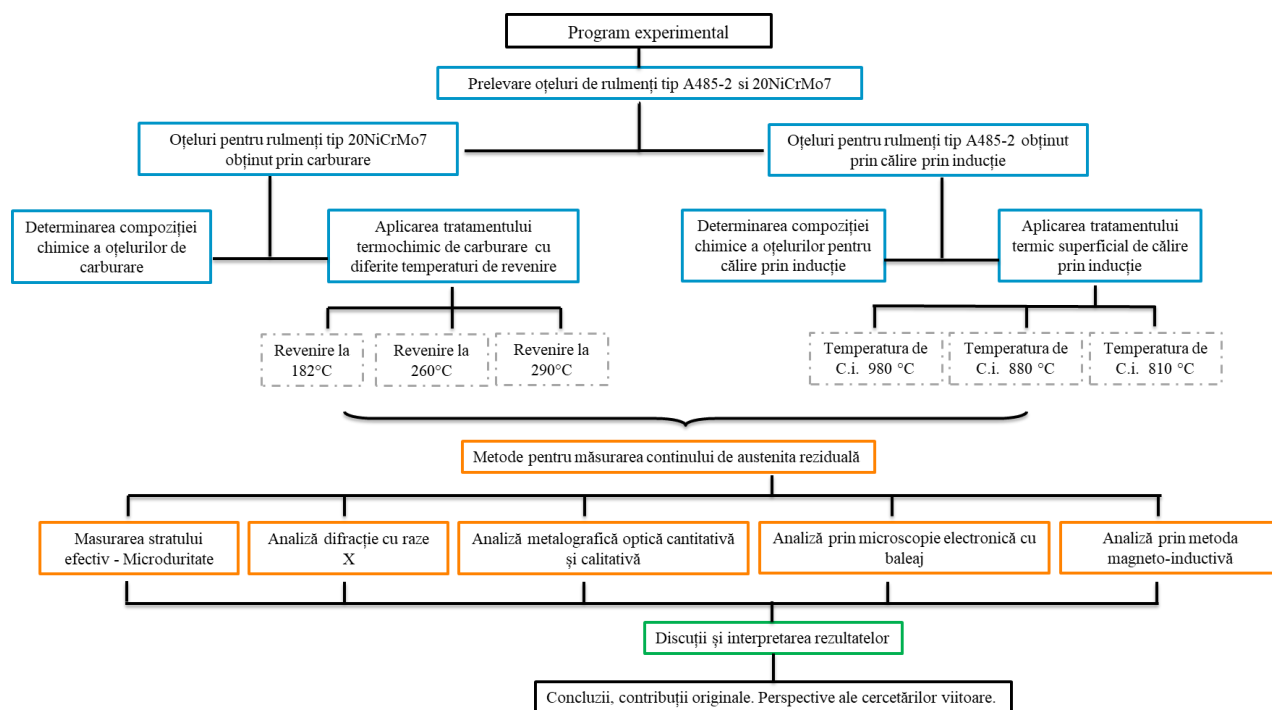


Figura 3. 3 Programul experimental realizat în cadrul prezentei lucrări

CAPITOLUL 4. STUDII ȘI CERCETĂRI EXPERIMENTALE PRIVIND ESTIMAREA CONȚINUTULUI DE AUSTENITĂ REZIDUALĂ ÎN OȚELURILE DE RULMENȚI OBTINUȚI PRIN CARBURARE

4.1 Rezultate privind analiza de difracție cu raze X

Rezultatele privind estimarea conținutului austenitei reziduale prin difracției de raze X sunt redat în figura 4.1 și tabelul 4.1.

Figura 4.1 prezintă difractograma DRX cu vârfuri reprezentative ale martensitei și austenitei reziduale obținute pentru fiecare probă. Trebuie remarcat faptul că scanarea prin difracție cu raze X (DRX) a fost efectuată în intervale discrete doar pentru a acoperi vârfurile corespunzătoare martensitei și austenitei. Toate cele patru vârfuri au fost determinate folosind tub de Cr: martensită (211), poziția $2\Theta = 156,3^\circ$; martensită (200), poziția $2\Theta = 106^\circ$; Austenită (220), poziția $2\Theta = 128^\circ$, austenită (200), poziția $2\Theta = 79^\circ$ [86]. Conținutul de austenită reziduală (AR) în vol. % a fost măsurat pe baza intensităților de vârf relative ale martensitei și austenitei la diferite adâncimi ale fiecărei probe. Aceste rezultate sunt prezentate în Tabelul 4. 1. Trebuie remarcat faptul că incertitudinea conținutului de austenită reziduală măsurată este asociată cu standardul ASTM E975-13 [20].

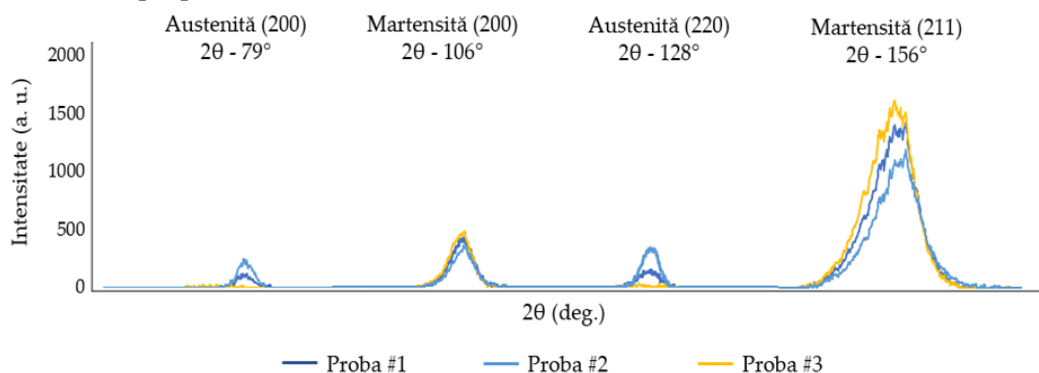


Figura 4. 1 Diffractograma DRX cu vârfurile corespunzătoare austenitei și martensitei pentru probele #1, #2 și #3

Tabel 4. 1 Cantitatea de AR (în vol. %) măsurată prin difracție cu raze X (DRX) la diferite adâncimi

Proba #	Adâncime				
	0 mm	0.2 mm	0.5 mm	1 mm	1.5 mm
Proba #1	25.9 ± 1.9	30.7 ± 2.8	30.9 ± 2.7	21.7 ± 1.6	17.9 ± 1.1
Proba #2	11.4 ± 1.1	10.1 ± 1.0	8.9 ± 0.9	5.1 ± 0.9	3.8 ± 0.3
Proba #3	1.1 ± 0.1	2.1 ± 0.3	2.7 ± 0.4	1.1 ± 0.1	<1.0

Pot fi observate diferite tendințe de evoluție în procentul de austenită reziduală în funcție de temperatura de revenire și adâncimea stratului carburat (Tabelul 4.1).

În proba #1, conținutul mediu de austenită reziduală a crescut de la 25,9% la 30,9% până la 0,5 mm și a scăzut constant la 17,9% la o adâncime de 1,5 mm. Pe de altă parte, în probele revenite la temperaturi mai ridicate (probele #2 și #3), procentul de austenită reziduală a scăzut în comparație cu proba #1. Pentru proba #2 (revenită la 260 °C), conținutul mediu de austenită reziduală părea să scadă constant de la 11,41% la suprafață la 3,8% la 1,5 mm, cu o scădere procentuală de 66,6%. Pentru proba nr. 3 (revenită la 290 °C), nu a fost observată nicio tendință în procentul de austenită reziduală. Valorile austenitei par să fluctueze de la suprafață la 1,5 mm într-un interval de la 1,08% la 2,7%. Cu toate acestea, poate fi observată o scădere ușoară a valorilor medii de austenită reziduală de la adâncimea de 0,5 mm la 1,5 mm în proba #3.

4.2 Rezultate privind analiza metalografică cantitativă și calitativă pentru estimarea conținutului de austenită reziduală

Locațiile analizate prin difracție cu raze X au fost investigate în paralel folosind microscopie optică. Figurile 4.2 (a), (c) și (e), care arată microstructura reprezentativă a tuturor probelor, au confirmat prezența martensitei împreună cu austenită reziduală și a unui procent de carburi nesemnificativ în fiecare probă. În plus, imaginile reprezentative în tonuri de gri folosite pentru a putea realiza analiza cantitativă de faze ale fiecărei probe folosind microscopul optic sunt prezentate în figurile 4.2 (b), (d) și (f). Apariția martensitei omogene (întunecate) și a austenitei reziduale (alb) permite evaluarea mai ușoară a fracției individuale de fază. Estimarea prin microscopie optică a conținutului de austenită reziduală la diferite adâncimi a avut o tendință similară cu cea măsurată prin difracție cu raze X (DRX). Cu toate acestea, cu această metodă, este dificil de cuantificat cu precizie un conținut de austenită reziduală scăzut < 5%.

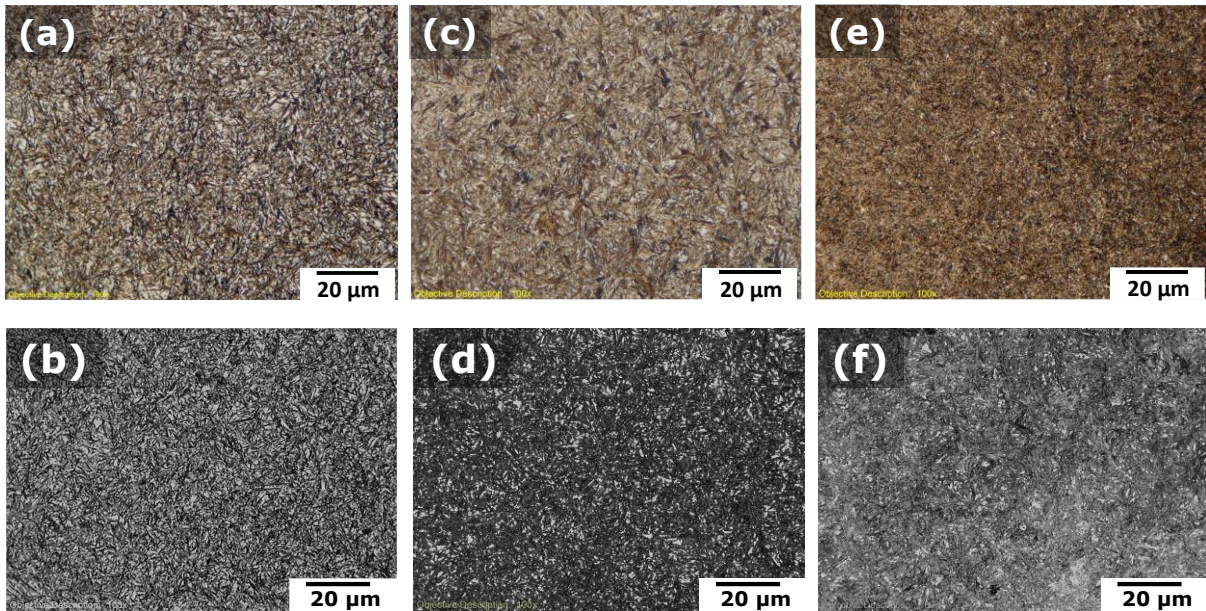


Figura 4. 2 Micrografii optice reprezentative care arată prezența martensitei și a austenitei reziduale (AR) la 1000X în proba #1 (a), proba #2 (c) și proba #3 (e); și (b), (d) și (f) imagini prelucrate pentru a cunatifica austenita reziduală în tonuri de gri #1, #2 și, respectiv, #3

Tabelul 4.2 prezintă rezultatele de austenită reziduală cunatificate prin microscopia optică utilizând software-ul Olympus obținute pe fiecare probă din suprafața până la adâncimea de 1.5mm.

Tabel 4. 2. Valorile cantității de austenită reziduală (în vol. %) măsurate la diferite adâncimi prin analiza metalografică optică (MO)

Adâncime Proba #	0 mm	0.2 mm	0.5 mm	1 mm	1.5 mm
Proba #1	27 ± 1.5	28.9 ± 1.1	28.4 ± 1.2	20.8 ± 1.1	12.7 ± 1.5

Proba #2	11.6 ± 0.95	11 ± 1.0	9.4 ± 0.95	<5	<5
Proba #3	<5	<5	<5	<5	<5

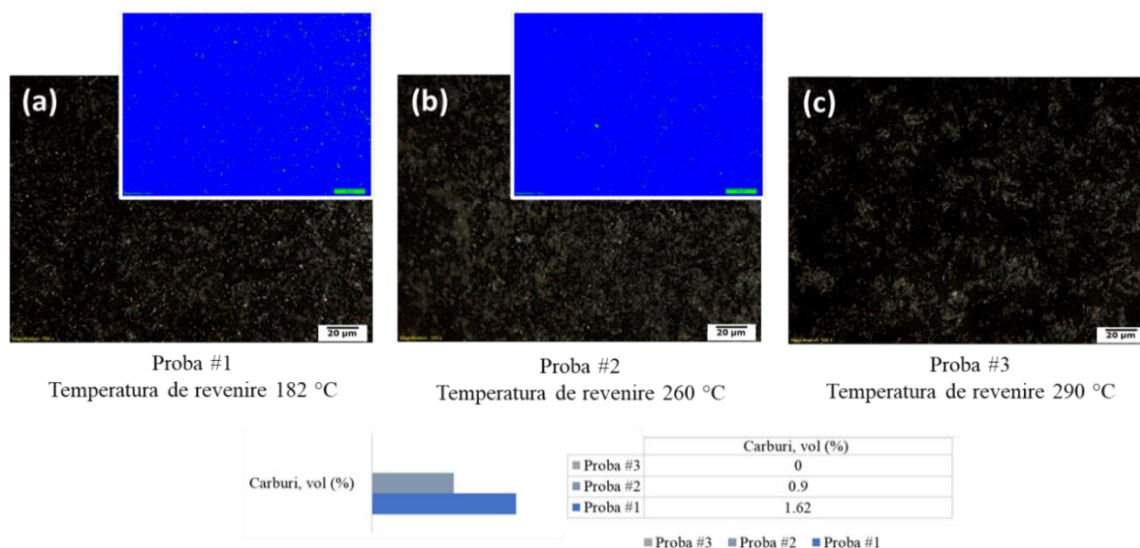


Figura 4. 3. Microstructuri reprezentative pentru oțel ASTM A534B29 carburat care arată prezența unei cantități nesemnificative de carburi în probele #1 (a), proba #2 (b) și proba #3 (c) la 1000X

Cu toate că micrografiile optice nu au evidențiat prezența unei fracții considerabile de carburi care să afecteze măsurarea fracției de austenită reziduală, probele au fost atacate pentru a obține un contrast suficient de bun ce favorizează evidențierea carburilor. Pentru a putea estima fracția volumică de carburi, imaginile au fost prelucrate cu ajutorul software-ului ImageJ. Rezultatele prezentate pe graficul din figura 4.5, confirmă faptul că procentul de carburi prezent în microstructuri, este unul nesemnificativ, lucru care a făcut favorabilă estimarea conținutului de austenită reziduală cu ajutorul metodei magneto-inductive.

Cu toate acestea, conținutul scăzut de Cr (0,64 %) și Mo (0,25 %) în marca de oțel ASTM A534B29 nu poate să formeze o cantitate semnificativă de carburi pentru a afecta rezultatul estimărilor prin metoda magneto-inductivă. Astfel, fracția de carbură de fier este de așteptat să fie mai mare decât restul carburilor. În limitele sensibilității vizuale ale microscopiei optice, nu a fost detectată nicio fracție de carburi la o anumită adâncime. Totuși, există posibilitatea unei fracții volumice minime (sub 2%) de carburi paramagnetice.

4.3 Rezultate privind estimarea conținutului de austenită reziduală prin analiza magneto-inductivă

Figura 4.6 prezintă comparația dintre AR măsurată (RA_m) și cea reală /adevărată (RA_T) AR (în vol. %) la suprafața probelor luate în considerare în lucrarea de față. După cum s-a menționat în Secțiunea 3.3, diferența dintre RA_m și RA_T apare din cauza carburilor convexe a rolei, care duc la distanțarea neuniformă între sondă și suprafața probei. Valoarea medie reală/ adevărată de asuteniă reziduală pare să fie mai mică decât valoarea AR estimată în limitele de sensibilitate ale Feritscope®.

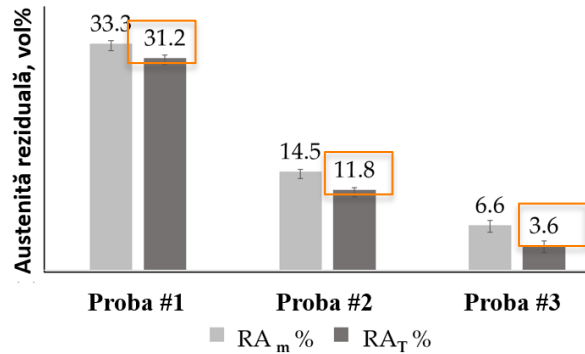


Figura 4. 4 Conținutul estimat și cel real de austenită reziduală, AR, (în volum %) prin metoda magneto-inductivă

Valorile totale ale austenitei reziduale (AR_T) estimate prin metoda magneto-inductivă la suprafață sunt apropiate de valorile obținute prin difracția de raze X și analiza imaginii (Figura 4.2). După cum s-a menționat, factorul de corecție nu a fost luat în considerare la o altă adâncime ci decât la suprafață, deoarece efectul de curbură este nesemnificativ după electropolizare. Astfel, valorile estimate ale conținutului de AR la diferite adâncimi pentru toate probele sunt prezentate în Tabelul 4.3. Se poate observa că valorile de austenită reziduală măsurate la diferite adâncimi sunt comparabile cu cele obținute prin difracție cu raze X (DRX) și microscopie optică (MO). În plus, abaterea nesemnificativă a valorilor măsurate cu Feritscope® de austenită reziduală indică o măsurare precisă a austenitei reziduale în comparație cu cea măsurată prin DRX. Se pare că Feritscope® este suficient de sensibil pentru a detecta austenita reziduală (AR) sub 5% cu valori în comparație cu cele obținute prin DRX.

Tabel 4. 3 Cantitatea de austenită reziduală (în %vol.) estimată la diferite adâncimi prin metoda magneto-inductivă

Proba #	Adâncime				
	0 mm	0.2 mm	0.5 mm	1 mm	1.5 mm
Proba #1	31.2 ± 0.4	29.8 ± 0.5	29.1 ± 0.7	23.9 ± 0.4	21.5 ± 0.4
Proba #2	11.8 ± 0.4	11.5 ± 0.5	10.1 ± 0.5	9.7 ± 0.5	6.2 ± 0.5
Proba #3	3.6 ± 0.8	3.4 ± 0.6	4.4 ± 0.7	2.9 ± 0.5	1.5 ± 0.4

Analiza comparativă a rezultatelor

Pentru a compara rezultatele estimate prin intermediul fiecărei metode, valorile conținutului de austenită reziduală sunt rezumate pentru o comparație vizuală mai ușoară în Figura 4.7. Trebuie remarcat că pentru probele #2 și #3, valorile AR extrem de scăzute (sub 1%) estimate prin analiza metalografică și difracție cu raze X (DRX) nu au fost incluse pe reprezentarea grafică. Acest lucru sugerează sensibilitatea inadecvată a acestor metode pentru conținutul scăzut de AR. Pe de altă parte, estimarea prin metoda magneto-inductivă este posibilă la diferite niveluri de AR. În plus, Feritscope® este un instrument ușor și rapid de măsurare pentru a obține rezultate consistente care sunt în acord cu cele obținute prin difracție cu raze X (DRX) și analiza

metalografică a imaginii. Următoarea discuție se concentrează pe compararea rezultatelor estimate prin intermediul fiecărei metode în detaliu.

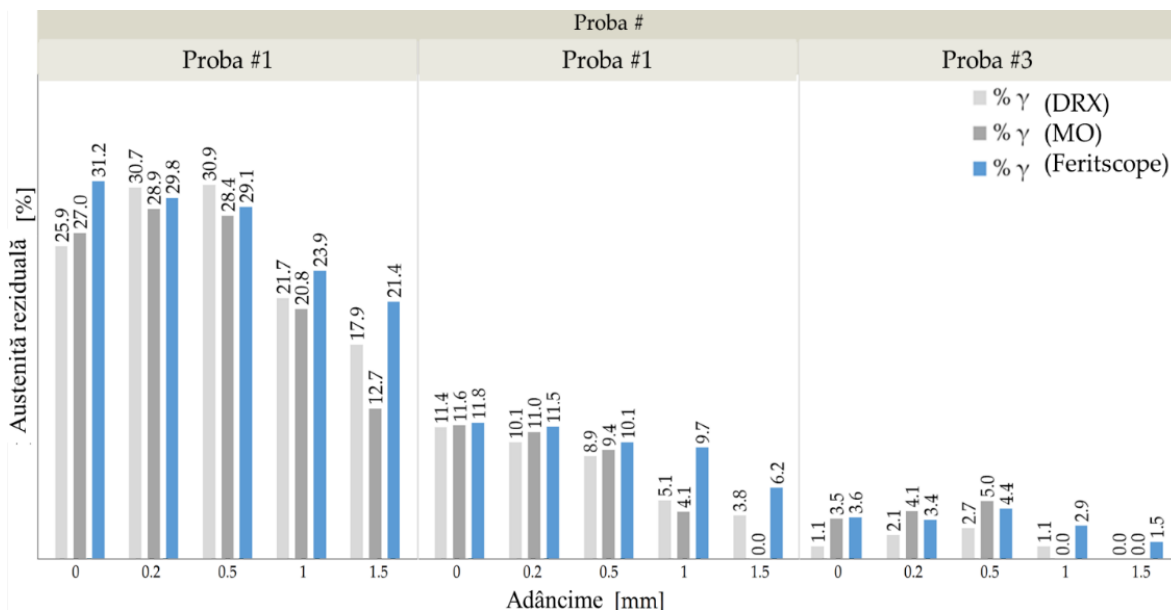


Figura 4. 7 Comparația fracției volumice de austenită reziduală prin metode de difracție cu raze X (DRX), analiza metalografică (MO) și inducție magnetică (Feritscope®) în probele carburate

Tabel 4. 4 Rezultatele conținutului de austenită reziduală estimat prin metodele: difracție cu raze X (DRX), analiză cantitativă a imaginii folosind micrograful optice și Feritscope®

Metoda	Adâncime					
	Proba #	0 mm	0.2 mm	0.5 mm	1 mm	1.5 mm
DRX	Proba #1	25.9 ± 1.9	30.7 ± 2.8	30.9 ± 2.7	21.7 ± 1.6	17.9 ± 1.1
	Proba #2	11.4 ± 1.1	10.1 ± 1.0	8.9 ± 0.9	5.1 ± 0.9	3.8 ± 0.3
	Proba #3	1.1 ± 0.1	2.1 ± 0.3	2.7 ± 0.4	1.1 ± 0.1	<1.0
MO	Proba #1	27 ± 1.5	28.9 ± 1.1	28.4 ± 1.2	20.8 ± 1.1	12.7 ± 1.7
	Proba #2	11.6 ± 0.9	11 ± 1.0	9.4 ± 1.5	<5	<5
	Proba #3	<5	<5	<5	<5	<5
Feritscope®	Proba #1	31.2 ± 0.4	29.8 ± 0.5	29.1 ± 0.7	23.9 ± 0.4	21.5 ± 0.4
	Proba #2	11.8 ± 0.4	11.5 ± 0.5	10.1 ± 0.5	9.7 ± 0.5	6.2 ± 0.5
	Proba #3	3.6 ± 0.8	3.4 ± 0.6	4.4 ± 0.7	2.9 ± 0.5	1.5 ± 0.4

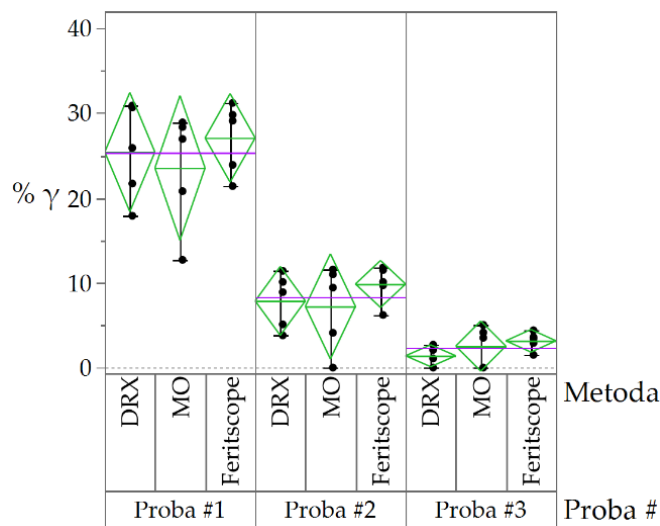


Figura 4. 9 Analiză statistică a estimării conținutului de austenită reziduală utilizând metode distructive (DRX și MO) și metodă magneto-inductivă (Feritscope®)

Tabel 4. 4 Media valorilor și deviațiile standard calculate pentru a facilita compararea rezultatelor de austenită reziduală estimate prin metodele DRX, MO și Feritscope®

Proba	Metoda	Nr.	Medie	Deviația Standard
#1	Feritscope®	5	27.08	4.21
	MO	5	23.54	6.87
	DRX	5	25.41	5.66
#2	Feritscope®	5	9.86	2.23
	MO	5	7.22	5
	DRX	5	7.86	3.27
#3	Feritscope®	5	3.16	1.07
	MO	5	2.54	2.38
	DRX	5	1.39	1.04

După cum putem vedea, tehnica oferă rezultate foarte promițătoare de a estima conținutul de austenită reziduală (AR%) în probele carburate produse din această marcă de oțel. Analiza varianței (ANOVA), este o metodă statistică care a fost utilizată pentru compararea mediilor între rezultatele furnizate de Feritscope® în comparație cu DRX și MO. Putem concluziona că fiecare echipament a estimat valori similare ale conținutului de austenită reziduală. Media finală a valorilor este reprezentată de media celor 5 evaluări obținute la diferite adâncimi la care s-au efectuat determinările, și anume: în suprafață, 0.2 mm, 0.5mm, 1 mm și 1.5 mm. Cea mai mare valoare a deviației standard s-a constatat ca este dată de rezultatele estimate prin analiza metalografică.

În plus, abaterea valorilor conținutului de austenită reziduală (AR) estimat de Feritscope® indică măsurarea precisă a austenitei reziduale care este comparată cu rezultatele obținute prin DRX. Se pare că Feritscope® este sensibil la estimarea conținutului de AR sub 5%.

CAPITOLUL 5. STUDII ȘI CERCETĂRI EXPERIMENTALE PRIVIND ESTIMAREA CONȚINUTULUI DE AUSTENITĂ REZIDUALĂ ÎN OȚELURILE DE RULMENȚI OBȚINUȚI PRIN INDUCȚIE

5.1 Rezultate privind analiza de difracție cu raze X

Rezultatele privind estimarea conținutului de austenită reziduală din oțelurile de rulmenți tratate prin inducție prin difracție de raze X sunt redată în figura 5.1 și tabelul 5.1.

Figura 5.1 reprezintă vârfurile reprezentative obținute prin difracție cu raze X (DRX) ale martensitei și austenitei obținute pentru fiecare probă. Trebuie remarcat faptul că scanarea la difractometrul cu raze X (DRX) a fost efectuată în intervale discrete doar pentru a acoperi vârfurile corespunzătoare martensitei și austenitei. În aceleași condiții de funcționare, modificarea relativă a intensităților de vârf ale martensitei și austenitei poate fi observată între diferite probe.

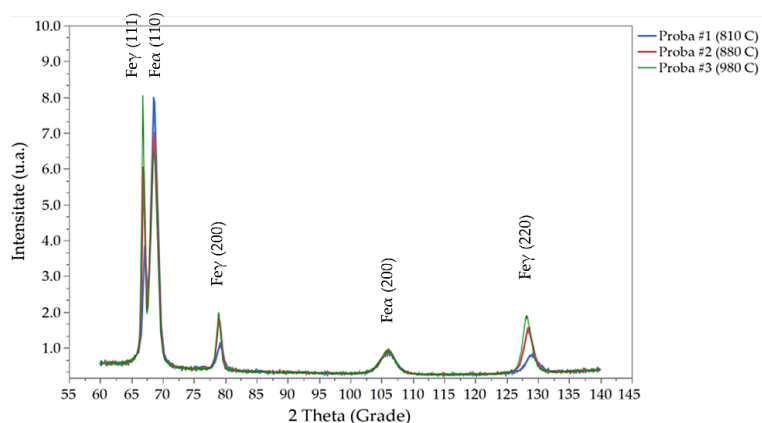


Figura 5. 1 Difractograma DRX corespunzătoare austenitei reziduale și ale martensitei pentru probele experimentale călitate prin inducție la 810 °C, 880 °C și 980 °C

Tabel 5. 1 Cantitatea de austenită reziduală (în vol. %) măsurată prin analiză de difracție cu raze-X, la diferite adâncimi în probele călitate prin inducție

Proba # Adâncime [mm]	Proba #1 (Călită la 810°C)	Proba #2 (Călită la 880°C)	Proba #3 (Călită la 980°C)
0.05	23.3 ± 1.4	33.1 ± 1.4	34.4 ± 3.1
0.2	21.7 ± 1.5	33.9 ± 1.2	39.4 ± 1.2
0.5	20.0 ± 0.8	35.6 ± 1.1	35.2 ± 2.5
1	17.9 ± 0.9	33.4 ± 1.9	31.4 ± 1.7
1.5	16.6 ± 1.6	32.1 ± 1.2	33.0 ± 2.0

2	16.5 ± 0.8	30.2 ± 1.5	33.2 ± 0.5
---	----------------	----------------	----------------

Din analiza valorilor prezentate în tabelul 5.1 pot fi observate diferite tendințe de evoluție a procentului de austenită reziduală în funcție de temperatura la care au fost călite prin inducție probele experimentale. În proba #1, conținutul mediu de AR a scăzut de la 23,3% la 20,0% până la 0,5 mm, cu tendință de scădere constantă la valoarea de 16,5% la o adâncime de 2 mm. Pe de altă parte, în probele care au fost tratate la o temperatură mai mare (probele #2 și #3), proporția de AR generală a scăzut într-un procent mai mic în comparație cu proba #1.

5.2 Rezultate privind analiza metalografică cantitativă și calitativă pentru estimarea conținutului de austenită reziduală

Rezultatele privind estimarea austenitei reziduale din oțelurile de rulmenți tratate prin inducție sunt redată în figurile 5.3- 5.20 unde putem observa microstructurile caracteristice ficărei probe dar și imaginile prelucrate în nuanțe de gri pentru a putea cuantifica conținutul de austenită reziduală și procentele obținute cu ajutorul softwareului sunt redată detaliat în tabelul 5.2.

Locațiile evaluate prin difracție cu raze X (DRX) au fost investigate în paralel cu ajutorul analizei de metalografie optică, cantitativă și calitativă. Figura 5.2 (a–c) prezintă aspectul vizual al microstructurii reprezentative a ficărei probe la o mărire de 200x, care a confirmat prezența unei microstructuri martensitice neomogenă împreună cu austenită reziduală și carburi. La putere de mărire mai mare au putut fi evidențiate în funcție de temperaturile la care au fost supuse procesului, fie segregării de carburi în cazul probei călite superficial la 810 °C, fie segregării de austenită reziduală în cazul celorlalte două probe #2 și #3. Microstructurile au fost realizate la o mărire de 200x, respectiv 1000x.

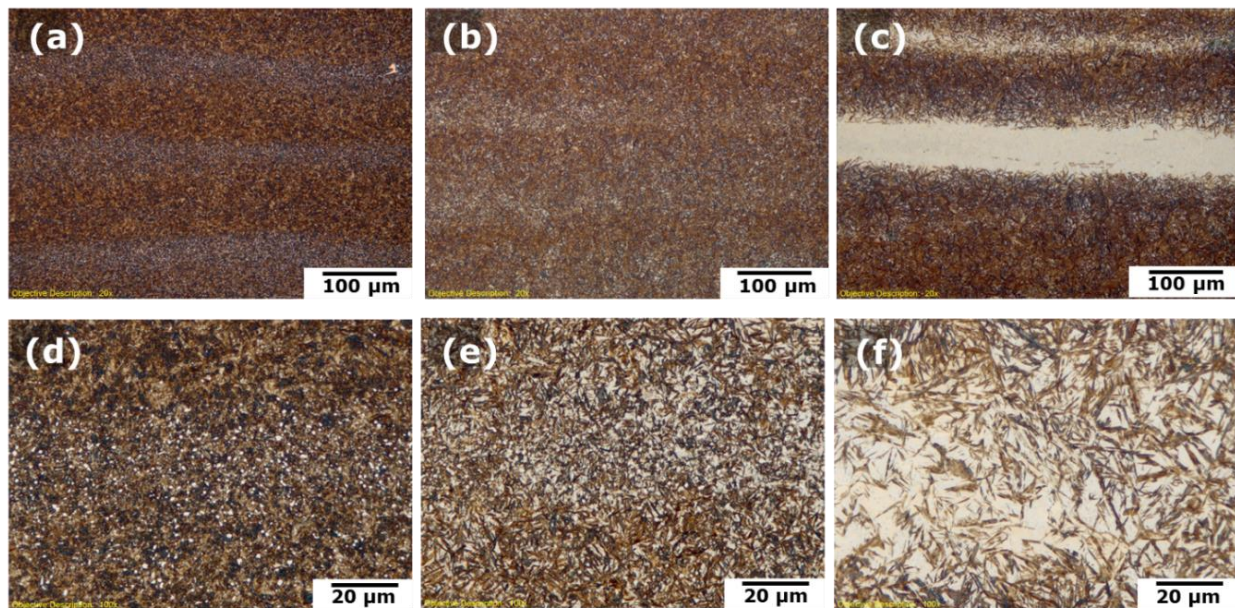


Figura 5. 2 Micrografii optice reprezentative ale oțelului de rulmenți A485-2, în care sunt puse în evidență martensita, segregările de austenită reziduală și segregatiile de carburi la 200x pe proba #1(a), proba #2(b) și proba #3(c); cu indicarea unei structuri mai fine în imaginile (d), (e) și (f)

Tabel 5. 2 Estimarea prin analiză metalografică optică a cantității de austenită reziduală (in vol. %) la diferite adancimi pe probele călite prin inducție

Proba# Adâncime [mm]	Proba #1 (Călită la 810 °C)			Proba #2 (Călită la 880 °C)			Proba #3 (Călită la 980 °C)		
0.05	<5	<5	<5	20.4	20.6	17.2	29.2	26.2	33.6
0.2	9.5	5.6	8.4	24.5	20.3	19.3	26.1	37.1	78.4
0.5	<5	<5	<5	20.1	21.6	22.9	66.8	24.4	34.3
1	<5	<5	<5	21.4	18.7	19.0	32.0	17.1	72.3
1.5	<5	<5	<5	18.6	18.7	18.8	34.3	22.6	43.7
2	<5	<5	<5	14.7	16.8	17.0	24.3	43.7	30.2

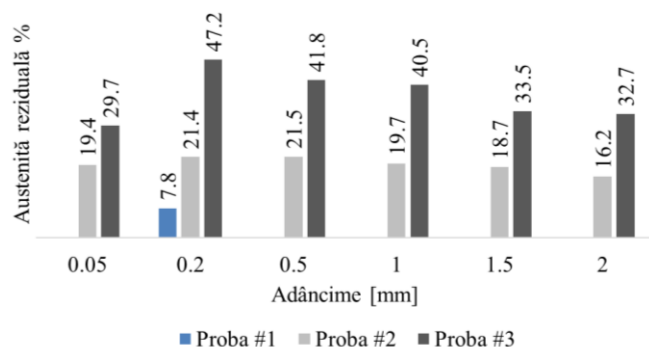


Figura 5. 3 Reprezentare grafică a mediei rezultatelor obținute prin analiză metalografică optică a conținutului de austenită reziduală în probele călite prin inducție (în vol. %) la diferite adâncimi

Probele prezintă o microstructură neomogenă care este descrisă prin fundalul martensitic caracteristic călirii martensitice în oțeluri și segregatii de carburi sau de austenită reziduală, fie mixt de segregatii de austenită care conțin și carburi. Din cauza neomogenității microstructurale a fost greu să se facă analiză cantitativă a austenitei reziduale deoarece a fost necesar să se verifice la fiecare adâncime minim 3 câmpuri pentru a putea obține un rezultat reprezentativ ce constă în media celor trei valori. Astfel că în tabelul 5.3 sunt prezentate valorile estimate pe fiecare probă și mediile rezultatelor obținute la fiecare adâncime. De menționat este faptul că pe proba tratată termic prin inducție la 810 °C se observă doar segregatiile de carburi la majoritatea adâncimilor la care s-au făcut evaluările, mai puțin la adâncimea de 0.2mm unde s-a putut cuantifica un mic procent de austenită reziduală.

După estimarea conținutului de austenită reziduală prin analiză de microscopie calitativă și cantitativă pe fiecare probă s-a evaluat prezența carburilor în microstructurile probelor deoarece în literatură este menționat că anumite carburi sunt paramagnetice lucru care ar putea influența rezultatele estimate prin metoda magneto-inductivă cu Feritscope®. Pentru a evidenția carburile pe fiecare probă, acestea au fost atacate cu Nital 10% timp de 3 minute pentru a obține un contrast

suficient de bun, în așa fel încât imaginile au putut fi prelucrate cu ajutorul software-ului ImageJ. Procentul de carburi estimat pe fiecare probă este prezentat în figura 5.24.

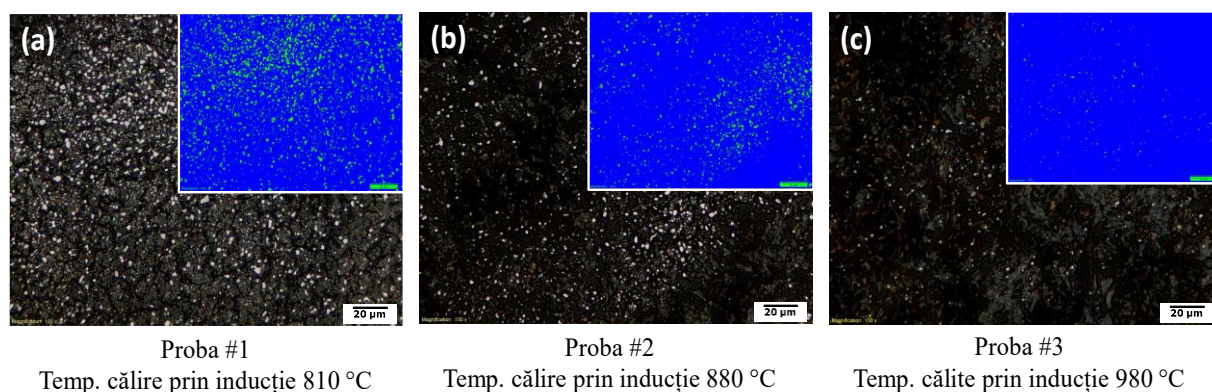


Figura 5. 4 Detectarea carburilor și cuantificarea acestora cu ajutorul softwareului ImageJ în piesele calite prin inducție la următoarele temperaturi: 810 °C - proba #1 (a); 880 °C - proba #2 (b) și 980 °C - proba #3 (c)

Tabel 5. 3 Estimarea conținutului de carburi (vol.%) prin difractometrie (DRX) și microscopie optică (MO)

Carburi (vol.%) (Fe, Cr) ₃ C	MO	DRX
Proba #1	14	4.8
Proba #2	8.5	0.98
Proba #3	3	0.78

În tabelul 5.3 sunt prezentate rezultatele comparative pentru estimarea procentului de carburi, prin analiză de difractometrie de raze X și prin analiză metalografică. Prin difracție cu raze X au fost măsurate doar carburi ortorombice de tipul Fe₃C. În cazul oțelului ASTM A485-2 în care există elementele de aliere ca și Fe, Mo, Cr, Mn care toate formează carburi, nu se poate obține niciodată carbura pură (Fe₃C). Astfel aceste carburi au fost numite carburi îmbogățite în crom, rezultat confirmat prin imaginile cu distribuția elementelor de aliere și microcompoziția chimică locală prin EDS.

5.3 Rezultate privind analiza metodei magneto-inductive pentru estimarea conținutului de austenită reziduală

În cazul probelor călite prin inducție evaluările efectuate la suprafață probei cu Feritscope® s-au realizat fără a utiliza factorul de corecție recomandat de către producătorul echipamentului și asta datorită faptului că suprafața barelor rectangulare utilizate este plană. Pregătirea suprafeței a constat în șlefuire cu hârtie abrazivă fină după care a fost șters cu alcool etilic pentru a rămâne o suprafață curată și cu o rugozitate cât mai fină. În această situație luăm în considerare că valoarea estimată (AR_m) de austenită reziduală este aceeași cu valoarea totală (AR_T).

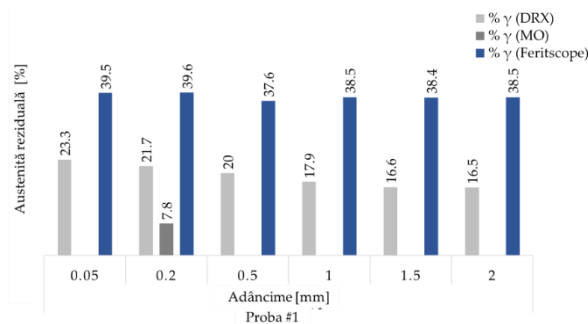
Tabel 5. 4 Conținutul de austenită reziduală (în vol. %) estimată la diferite adâncimi prin metodă magneto-inductivă pe probele călite prin inducție

Adâncime [mm]	Proba #1	Proba #2	Proba #3
0.05	39.5 ± 0.3	38.5 ± 1.4	34.7 ± 0.3
0.2	39.6 ± 0.2	37.9 ± 0.7	34.7 ± 0.9
0.5	37.6 ± 0.9	36.3 ± 1.1	32.9 ± 0.9
1	38.5 ± 0.3	36.2 ± 0.8	33.1 ± 0.4
1.5	38.4 ± 0.2	36.1 ± 0.7	32.8 ± 0.8
2	38.5 ± 0.2	34.6 ± 0.4	32.6 ± 0.4

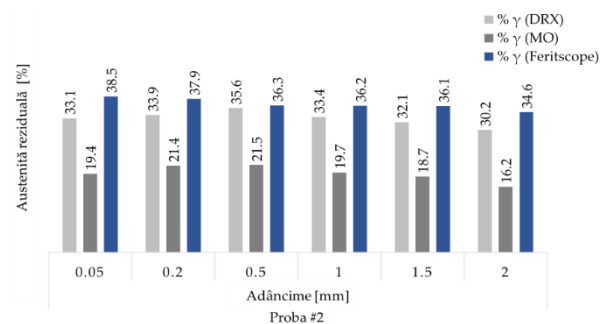
Astfel, procentajele estimate de austenită reziduală (AR) la diferite adâncimi pentru toate probele sunt prezentate în Tabelul 5.4. Se poate observa că valorile AR estimate la diferite adâncimi sunt comparabile cu cele obținute prin difractometri de raze X (DRX) și microscopie optică în cazul probei #3 pentru probele #1 și #2 rezultatele fiind mult mai mari decât cele măsurate prin metodele distructive. Valorile totale ale austenitei reziduale (AR_T) estimate prin metoda magneto-inductivă la suprafață sunt reprezentate grafic alături de valorile obținute prin difracția de raze X și analiza imaginii (Figura 5.25 (a), (b) și (c)).

Analiza comparativă a rezultatelor

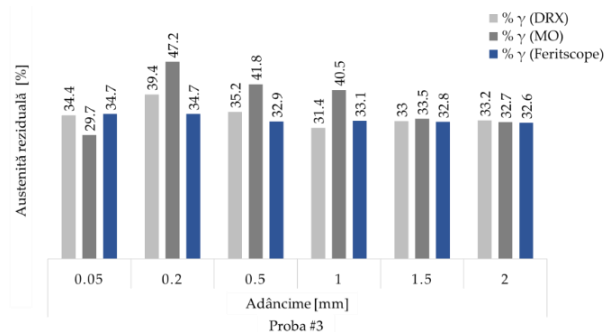
Pentru a compara rezultatele obținute prin intermediul fiecărei metode de analiză, valorile de austenită reziduală măsurate sunt reprezentate grafic în Figura 5.25 (a), (b) și (c) pentru o comparație vizuală mai facilă.



(a)



(b)



(c)

Figura 5. 25 Comparația valorilor AR estimate prin toate cele trei metode: Feritscope®, difracție cu raze X (DRX) și analiză cantitativă a imaginii folosind micrograful optic pe proba #1 (a), Proba #2 (b) și proba #3 (c)

Trebuie remarcat că pentru proba #1, conținutul de austenită reziduală (estimat pe imaginile prelucrate la microscopul optic) a fost scăzut și de aceea a fost notată doar valoarea de la adâncimea de 0.2 mm în reprezentarea grafică, la celelalte adâncimi la care s-au realizat investigațiile nu s-a putut evalua pe microstructură. Acest lucru ne indică o sensibilitate inadecvată a metodei în estimarea unui conținut mai mic de 5% AR. Feritscope® este un instrument ușor și rapid de estimare a conținutului feromagnetic dintr-o piesă din oțel. Pentru a obține rezultate consistente care să fie comparabile cu cele obținute prin DRX și analiza metalografică a imaginii, măsurările s-au efectuat în aceeași zonă care probele au fost analizate și cu celelalte două tehnici de analiză, DRX și MO.

Următoarea discuție se concentrează pe compararea tehnicilor în detaliu. Valorile experimentale obținute sunt prezentate în tabelul 5.5, iar media acestora și deviația standard sunt prezentate în Tabelul 5.6.

Tabel 5. 5 Rezultatele conținutului de austenită reziduală estimate prin metodele: difracție cu raze X (DRX), analiza cantitativă a imaginii folosind micrograful optic și Feritscope®

Metoda	Adâncime [mm]	Călit la 810°C (Proba #1)	Călit la 880°C (Proba #2)	Călit la 980°C (Proba #3)
DRX	0.05	23.3 ± 1.4	33.1 ± 1.4	34.4 ± 3.1
	0.2	21.7 ± 1.5	33.9 ± 1.2	39.4 ± 1.2
	0.5	20.0 ± 0.8	35.6 ± 1.1	35.2 ± 2.5
	1	17.9 ± 0.9	33.4 ± 1.9	31.4 ± 1.7
	1.5	16.6 ± 1.6	32.1 ± 1.2	33.0 ± 2.0
	2	16.5 ± 0.8	30.2 ± 1.5	33.2 ± 0.5
MO	0.05	<5	19.4 ± 1.9	29.7 ± 3.7
	0.2	7.8 ± 2.0	21.4 ± 2.7	47.2 ± 27.6

MO	0.5	<5	21.5 ± 1.4	41.8 ± 22.2
	1	<5	19.7 ± 1.5	40.5 ± 28.5
	1.5	<5	18.7 ± 0.1	33.5 ± 10.6
	2	<5	16.2 ± 1.3	32.7 ± 10.0
Feritscope®	0.05	39.5 ± 0.3	38.5 ± 1.4	34.7 ± 0.3
	0.2	39.6 ± 0.2	37.9 ± 0.7	34.7 ± 0.9
	0.5	37.6 ± 0.9	36.3 ± 1.1	32.9 ± 0.9
	1	38.5 ± 0.3	36.2 ± 0.8	33.1 ± 0.4
	1.5	38.4 ± 0.2	36.1 ± 0.7	32.8 ± 0.8
	2	38.5 ± 0.2	34.6 ± 0.4	32.6 ± 0.4

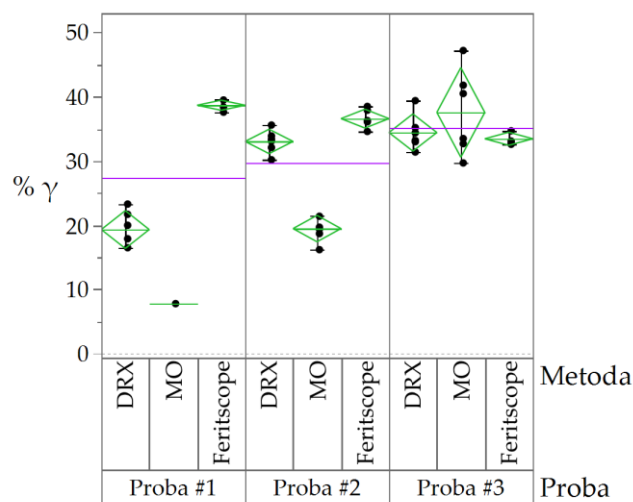


Figura 5. 27 Compararea continutului de austenită reziduală extimat cu fiecare dintre metodele analiză urmatoare: Feritscope®, microscopie optică (MO) și difracție cu raze X (DRX)

Tabel 5. 6 Media valorilor și deviațiile standard calculate pentru a facilita compararea rezultatelor de austenită reziduală estimate prin metodele DRX, MO si Feritscope®

Proba	Metoda	Nr.	Medie	Deviația Standard
#1	Feritscope®	6	38.68	0.75
	MO	1	7.8	-
	DRX	6	19.33	2.80
#2	Feritscope®	6	36.60	1.40
	MO	6	19.48	1.96
	DRX	6	33.05	1.81

#3	Feritscope®	6	33.46	0.97
	MO	6	37.57	6.65
	DRX	6	34.43	2.76

Analiză varianței (ANOVA), este o metodă statistică care a fost utilizată pentru compararea mediei valorilor de austenită reziduală în oțelul A485-2 estimate de Feritscope® în comparație cu difracția de raze X (DRX) și microscopie optică (MO). În funcție de procentul fazelor din microstructura probelor, cele trei metode de analiză au oferit rezultate reprezentative pentru caracteristicile fiecărei probe. Media finală a valorilor constă în media celor 6 evaluări obținute la diferite adâncimi la care s-au realizat determinările, și anume: suprafață, 0.2 mm, 0.5mm, 1 mm, 1.5 mm și 2mm.

Zona de testare atât pentru difracție cu raze X (DRX), cât și pentru MO poate fi considerată aproape aceeași. Acest lucru se datorează faptului că rezultatele analizei metalografice se evaluează în suprafața probei, iar razele X penetrează câțiva micrometri, metodele fiind astfel limitate la zona de subsuprafață. Valorile prezentate în Tabelul 5.6 au fost calculate ca diferențe procentuale în conținutul de AR între diferitele metode utilizate pentru studiul curent. Factorul de diferență procentuală a fost utilizat în special pentru a furniza un factor de comparație, altul decât diferența dintre valorile absolute ale conținutului de austenită reziduală.

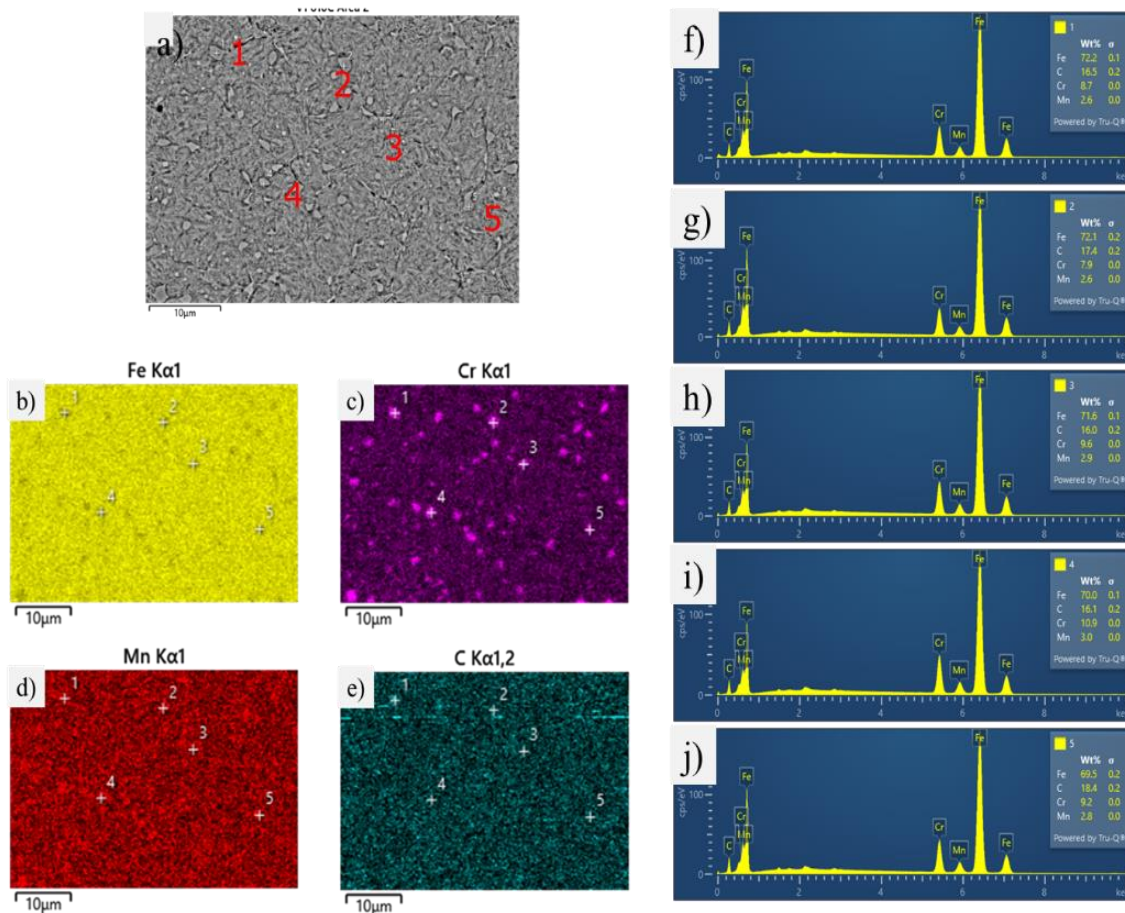
5.4 Rezultate privind analiza la microscopul electronic cu baleaj

Analiza la microscopul electronic cu baleaj a probelor călite superficial, redată în Fig. 5.29- Fig. 5.32, vine să completeze informațiile asupra morfologiei suprafețelor.

Analiza la microscopul electronic cu baleaj a probelor experimentale oferă informații asupra naturii carburilor precipitate în material, precum și a distribuției elementelor de aliere.

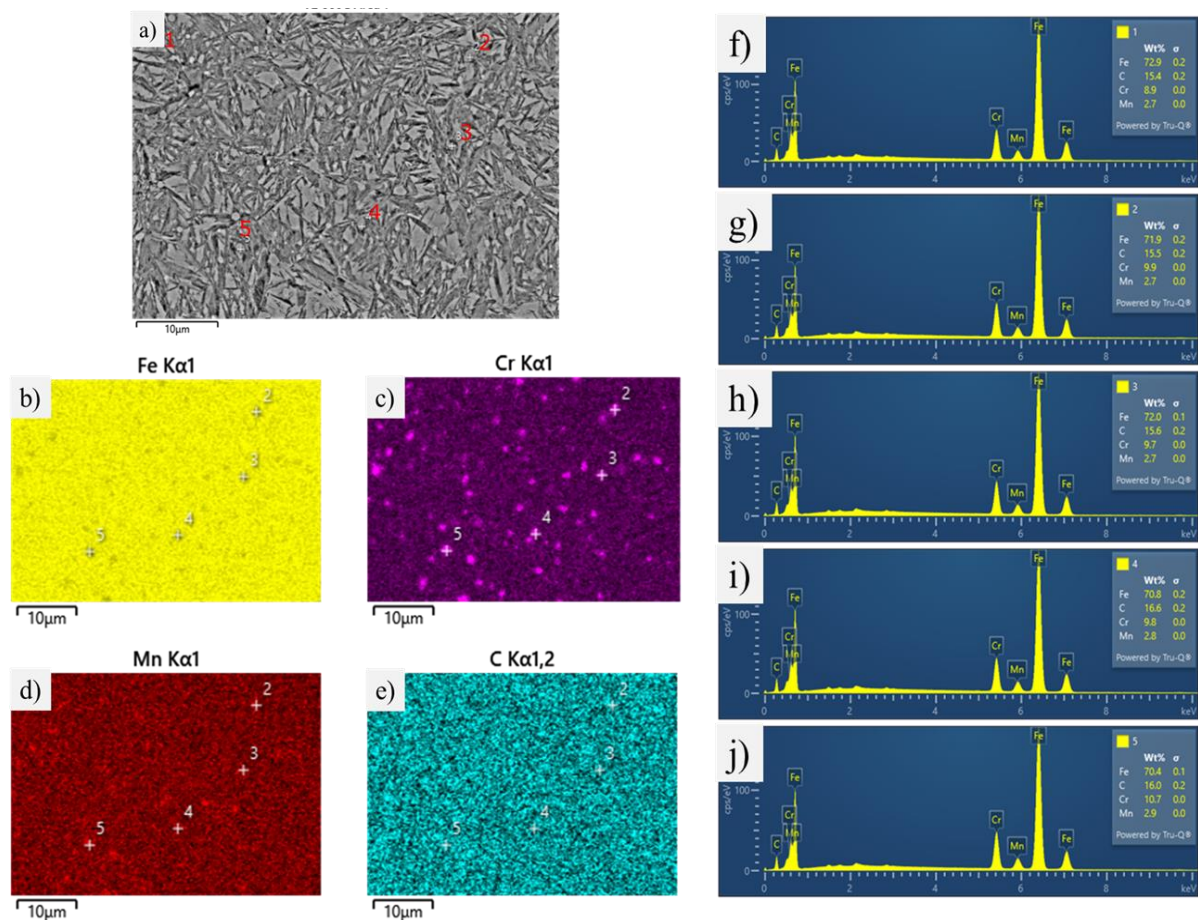
În urma analizelor realizate la microscopul optic și cel electronic, s-a remarcat faptul că în probele călite prin inducție, conținutul volumic de carburi este suficient de semnificativ pentru a influența rezultatele obținute utilizând Feritscope®, prin urmare acestea pot afecta conținutul estimat de austenită reziduală. Într-adevăr, deși carbura de fier (cementită) care este feromagnetică se găsește în procent destul de mare pe microstructura probelor călite prin inducție, restul carburilor formate în oțel ar putea fi de natură paramagnetică, cum ar fi carbura de crom și în funcție de procentul în care se găsesc pot denatura rezultatul final al metodei magneto-inductive [99], [100]. Calitatea oțelului luată în considerare în prezentul studiu prezintă un conținut suficient de Cr și Mn pentru a forma o cantitate semnificativă de carburi ce afectează rezultatul evaluărilor efectuate prin metoda magneto-inductivă, iar fracția de carburi de Cr sau Mn este de așteptat să fie mai mare decât a celorlalte tipuri de carburi. Deoarece fracția majoritară de carburi din marca de oțel A485-2 este cea a carburilor de Crom, este probabil să se unească cu răspunsul paramagnetic al austenitei reziduale furnizat de Feritscope®. Ca urmare, procentul de austenită reziduală indicat de Feritscope® este de așteptat să fie mai mare decât conținutul real [7], [99], [101].

În concluzie, estimările prin metoda magneto-inductivă utilizând un Feritscope® supraestimează cantitatea de austenită reziduală în comparație cu metodele de difracție cu raze X (DRX) și prin prelucrarea imaginilor captate cu microscopul optic (MO).



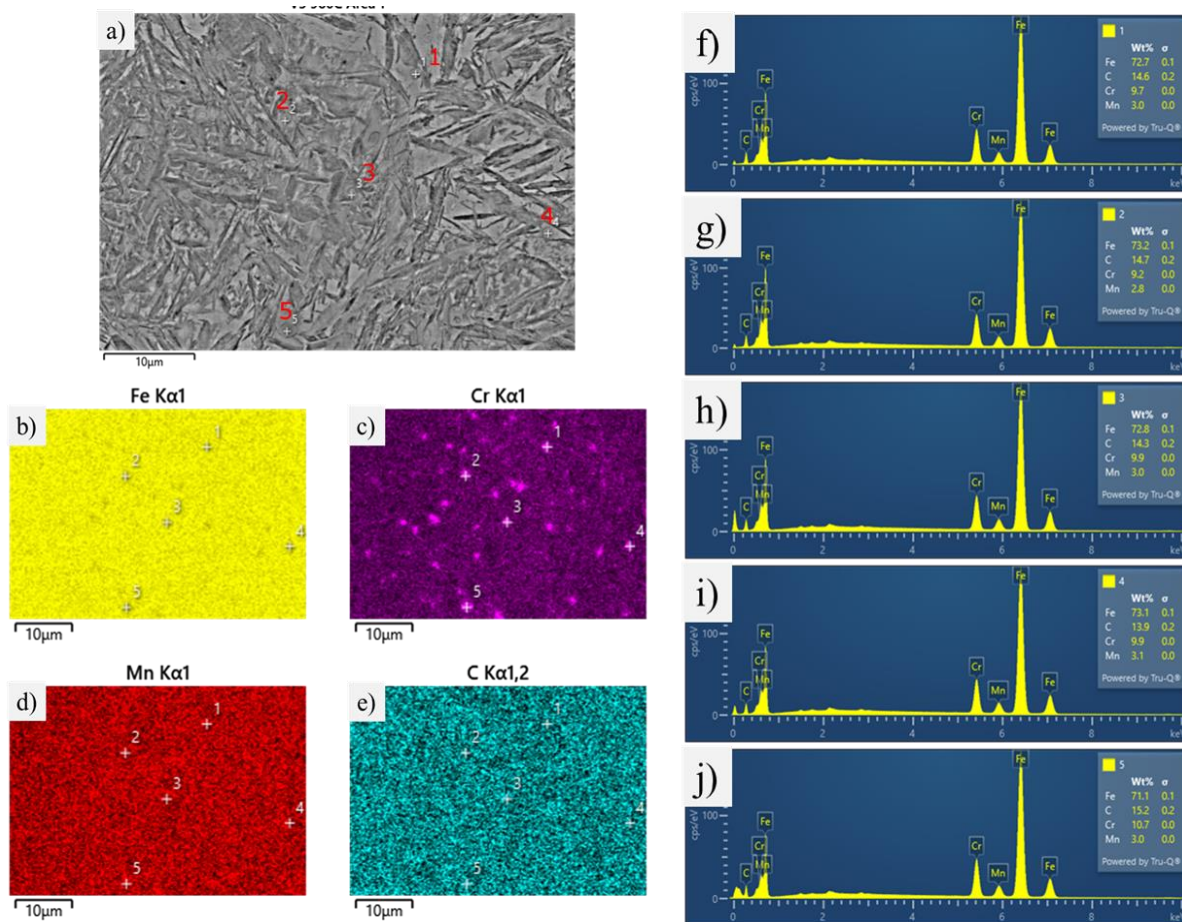
Element	Micro-compoziția locală, wt[%]			
	C	Cr	Mn	Fe
1	16.74	8.66	2.64	72.23
2	17.45	7.89	2.55	72.12
3	15.98	9.55	2.88	71.58
4	16.08	10.95	3.02	69.96
5	18.43	9.24	2.8	69.53

Figura 5. 5 Analiza la microscopul electronic cu baleiaj a probei călită superficial la 810 °C: (a) - imagine SEM, (b), (c), (d), (e) - Imagini de electroni secundari cu distribuția elementelor de aliere; (f) – (j) - EDS pe câmpurile indicate în imaginea (a); microcompoziție locală



Element	Micro-compoziția locală, wt[%]			
	C	Cr	Mn	Fe
1	15.45	8.95	2.68	72.93
2	15.46	9.95	2.70	71.90
3	15.59	9.66	2.71	72.05
4	16.64	9.78	2.76	70.82
5	16.02	10.68	2.89	70.42

Figura 5. 6 Analiza la microscopul electronic cu baleiaj a probei călită superficial la 880 °C: (a) - imagine SEM, (b), (c), (d), (e)- Imagini de electroni secundari cu distribuția elementelor de aliere; (f) - (j) - EDS pe câmpurile indicate în imaginea (a); microcompoziție locală



Element	Micro-compoziția locală, wt[%]			
	C	Cr	Mn	Fe
1	14.58	9.68	3.01	72.72
2	14.73	9.25	2.81	73.21
3	14.30	9.92	3.01	72.77
4	13.92	9.93	3.05	73.09
5	15.20	10.71	3.01	71.08

Figura 5. 7 Analiza la microscopul electronic cu baleiaj a probei călită superficial la 980 °C: (a) - imagine SEM, (b), (c), (d), (e)- Imagini de electroni secundari cu distribuția elementelor de aliere; (f) - (j) - EDS pe câmpurile indicate în imaginea (a); microcompoziție locală

CONCLUZII. CONTRIBUȚII ORIGINALE. PERSPECTIVE ALE CERCETĂRILOR VIITOARE

Cercetările experimentale efectuate în cadrul prezentei teze de doctorat au fost îndreptate în direcția îndeplinirii obiectivului inițial propus. Obiectivul lucrării constă în studierea metodei magneto-inductivă utilizată pentru a evalua diferite niveluri de conținut de austenită reziduală în probe pregătite din oțelul de cementare marca A534B29, cât și din oțelul călit în strat superficial marca A485-2, comparând în același timp măsurările corespunzătoare prin difractometrie cu raze

X și analiza metalografică calitativă și cantitativă a microstructurilor obținute la microscopul optic. Față de microstructură originală, conținutul de austenită reziduală în oțelul de cementare A534B29 a fost transformat printr-un tratament suplimentar de revenire obținându-se astfel trei probe cu intervale distincte de conținut de austenită reziduală în stratul carburat al piesei de oțel. În cazul oțelului pentru rulmenți tip A485-2 probele au fost călite prin inducție la diferite temperaturi, ulterior efectuându-se tratamentul criogenic și revenirea la aceleași temperaturi în cazul fiecărei probe călite.

Concluzii desprinse din cercetările documentare

Pentru evaluarea conținutului de austenită reziduală din diferite oțeluri au fost studiate ca metode de referință analiza metalografică optică cantitativă și calitativă (MO), analiza cu metoda magneto-inductivă (Feritscope®), analiza prin difracții cu raze X (DRX), completând cu analiza la microscopul electronic cu baleiaj. În timp ce MO și DRX au fost considerate metode de referințe pentru validarea rezultatului Feritscope®, este demn de remarcat factorii care ar putea afecta acuratețea și eficiența acestor tehnici. MO cu tehnici de numărare a contrastului imaginii poate produce rezultate fiabile ale conținutului de fază. Cu toate acestea, necesitatea pregătirii distructive a mai multor probe înglobate în timp ce urmează un proces metalografic îndelungat și cuantificarea mai multor regiuni face ca această tehnică să fie extrem de inefficientă în timp. Cuantificarea fazelor de austenită reziduală și martensită cu această tehnică este adesea dificilă din cauza dimensiunilor foarte mici ale carburilor din microstructură. Deși fracția de carbură este considerabil mai mică, se adaugă la fracția reală de austenită reziduală (AR), deoarece carburile apar și ele strălucitoare în microstructură (folosind nital), afectând astfel valoarea conținutului de AR estimat de MO. În plus, deoarece evaluarea este limitată la fracția de suprafață prin MO, grăunții crescuți anizotrop ar putea oferi rezultate deviate de la conținutul real.

Tehnicile cantitative de difracție cu raze X (DRX) sunt considerate tehnici mai precise decât analiza de metalografie cantitativă și calitativă pentru cuantificarea austenitei reziduale. Rezultatele sunt mai fiabile cu DRX, deoarece poate depăși dificultățile de rezoluție ale microscopiei optice. Tehnicile standard DRX (cum ar fi standardul intern și suprafața ariei vârfului) au limitări pentru materialele multifazice complexe. Deși se poate face corecția de carburi, este foarte dificil să se măsoare fracțiile de carburi cu alte tehnici. Probleme suplimentare care afectează precizia includ orientarea preferențială și vârfulurile reprezentative pentru carburi suprapuse. Tehnica difracției cu raze X (DRX) poate fi considerată cvasi-distructivă atunci când este necesară pregătirea probei pentru profilarea în profunzime a austenitei reziduale și în timpul evaluării componentelor de formă complexă. În plus, atât difracția cu raze-X cât și microscopia optică necesită personal instruit pentru a le opera.

Feritscope® este relativ ușor de operat cu eficiență rapidă și poate fi testată orice componentă de oțel cu formă complexă cu o suprafață finisată. Sunt necesare considerații atente în timpul testării componentei, cum ar fi menținerea distanței necesare între sondă și probă și luarea în considerare a factorului de corecție pentru suprafețele curbe pentru a obține rezultate mai aproape de conținutul real. În timp ce în cazul în care fracția de carbură este considerată suficient

de nesemnificativă aceasta nu afectează rezultatele, există și cazul în care poate afecta totuși rezultatele atunci când fracția sa este comparabilă cu cea a austenitei reziduale. Interesant este că mai multe studii au raportat că unele carburi de fier sunt feromagnetice. Deoarece fracția majoritară de carburi din oțel este carbura de fier, este probabil să se unească cu răspunsul feromagnetic al martensitei furnizat de Feritscope®. Ca urmare, conținutul de AR estimat utilizând Feritscope® este probabil să fie mai aproape de conținutul real, evitând interferența cu carburile. Cu toate acestea, este de remarcat faptul că alte carburi decât carburile de fier, cum ar fi carburile de crom, ar putea fi paramagnetice și pot împiedica rezultatul final al metodei magneto-inductive. Totuși, calitatea oțelului luată în considerare în studiul prezent prezintă un conținut suficient de scăzut de Cr și Mo pentru a nu forma o cantitate semnificativă de carbură care ar putea afecta rezultatul obținut cu metoda magneto-inductivă, iar fracția de carbură de fier este de așteptat să fie mai mare decât restul proporției de carburi.

B. Concluzii desprinse din cercetările experimentale proprii

Concluzii referitoare la estimarea cantității de austenită reziduală din oțelurile de rulmenți tratate termic prin carburare:

Rezultatele privind estimarea conținutului de austenită reziduală (AR) evaluat la diferite adâncimi sunt comparabile, atât la metoda prin difracției cu raze X (DRX), cât și la metoda metalografică optică. Totodată, abaterea nesemnificativă a valorilor conținuturilor de AR estimate de Feritscope® indică o măsurare precisă a austenitei reziduale în comparație cu DRX. Se poate concluziona că metoda de măsurare cu Feritscope® este suficient de sensibilă pentru a detecta AR sub 5% cu valori ce pot fi comparate cu cele obținute prin difracție cu raze X (DRX).

Rezultatele privind estimarea conținutului de austenită reziduală din oțelurile de rulmenți carburate evaluate prin metoda magneto-inductivă, sunt comparabile cu rezultatele obținute prin DRX și MO și au condus la obținerea următoarelor concluzii:

- Rezultatele estimărilor Feritscope® pe suprafețele probei au relevat o directă corelare cu ambele metode distructive, cum ar fi DRX și MO;
- Diferența procentuală medie a rezultatelor estimate cu metodele de analiză de Feritscope®, DRX și MO % pentru probele cu conținut scăzut și mediu de austenită reziduală (AR) a fost în intervalul 5-31%;
- Diferența procentuală medie a austenitei reziduale (AR) estimată de Feritscope® în comparație cu DRX și MO a crescut odată cu reducerea conținutului real de austenită reziduală (AR), în timp ce diferența absolută dintre valorile de AR estimată a rămas consistentă;
- Feritscope® a detectat un conținut de austenită reziduală (AR) sub 5%, iar rezultatele furnizate au fost comparabile cu valorile măsurate prin DRX și MO;
- Evaluarea comparativă a Feritscope® cu tehnicile DRX și MO utilizate pe scară largă, așa a fost observat că Feritscope®, cu o detectare mai rapidă și cu un consum mai mic de timp, oferă rezultate comparabile în cazul a diferitelor niveluri de AR suficient de satisfăcătoare pentru scopuri industriale.

Concluzii referitoare la estimarea cantității de austenită reziduală din oțelurile de rulmenți tratate termic prin călire prin inducție:

Rezultatele privind estimarea proporției de austenită reziduală din oțelurile de rulmenți obținute prin inducție prin intermediul difracției de raze X au evidențiat faptul că proporția de austenită reziduală este dependentă de temperatura la care au fost călite prin inducție probele experimentale. Astfel:

- Conținutul mediu de AR al probei călită prin inducție la 810°C a scăzut de la 23,3% la 20,0% până la 0,5 mm, cu tendință de scădere constantă la valoarea de 16,5% la o adâncime de 2 mm. Pe de altă parte, în probele care au fost tratate la o temperatură mai mare (probele #2 și #3), proporția de AR generală a scăzut într-un procent mai mic în comparație cu proba #1.
- Conținutul mediu de AR al probei călită prin inducție la 880°C, scade constant de la 33,1% la suprafață la 30,2% la 2 mm, cu o valoare procentuală de 9%.
- Conținutul mediu de AR al probei călită prin inducție la 980°C nu are nicio tendință în ceea ce privește proporția de AR. Valorile AR par să fluctueze de la suprafață până la 2 mm într-un interval de la 39,4% la 31,4% și asta se datorează faptului că sunt prezente segregatii de austenită reziduală. Cu toate acestea, o scădere ușoară a valorilor medii de austenită reziduală din suprafața până la adâncimea de 2 mm poate fi observată pe fiecare probă.

Rezultatele privind estimarea proporției de austenită reziduale din oțelurile de rulmenți obținute prin inducție cu ajutorul metodei metalografice optice au evidențiat următoarele concluzii:

- La analiza de suprafață a probelor experimentale la temperatura de 810 °C se identifică doar segregatii de carburi, odată cu creșterea temperaturii de călire superficială prin inducție la 880 °C alături de carburi apar și segregatiile de austenită reziduală, pentru ca la temperatura de 980 °C sa apară numai benzi de austenită reziduală;
- La o adâncime de 0.2mm, după călire superficială la 810°C, apar de asemenea numai segregatii de carburi și o cantitate redusă de austenită reziduală. La călirea la 880 °C apar segregatii de austenită reziduală amestecată cu carburi, pentru ca la 980°C să se distinga doar segregatii de austenită reziduală;
- La o adâncime de 0.5 mm, după călire superficială la 810 °C, apar de asemenea numai segregatii de carburi. În cazul probei tratate la 880°C apar numai segregatii de austenită reziduală și o cantitate redusă de carburi, iar la 980°C se disting de asemenea numai segregatii de austenită reziduală;
- La o adâncime de 1 mm, proporția de carburi începe sa scadă în toate situațiile, respectiv, la călire superficială la 810°C segregatiile de carburi se reduc substanțial, apar sporadic la o călire superficială la 880 °C, iar la 980 °C se disting numai segregatii de austenită reziduală;
- La creșterea adâncimii de 1.5 mm și 2 mm aspectele sunt similare în cazul probei tratate la temperatură joasă segregatiile de carburi sunt reduse, microstructura devenind mai omogenă, iar în cazul probelor #2 și #3 înregistrându-se sporadic segregatii de austenită reziduală și carburi;

- Prin utilizarea unui software de analiză de imagine s-a putut cuantifica și conținutul procentual volumic de carburi prezent pe microstructura probelor călite prin inducție, observându-se o scădere a acestuia pe măsura creșterii temperaturii de călire superficială prin inducție. Astfel proporția de carburi scade de la valoare de 14% la o temperatură de călire de 810°C, la valoarea de 8,5% la o temperatură de călire de 880°C, ajungând la 3% carburi la o temperatură de 980°C.

Rezultatele privind estimarea proporției de austenită reziduală din oțelurile de rulmenți obținute prin analiza magneto-inductivă (Feritscope®) au evidențiat următoarele concluzii:

- Valorile conținutului de austenită reziduală (AR) estimat la diferite adâncimi sunt comparabile cu cele obținute prin difracția cu raze X (DRX) și microscopie optică pentru cazul probei călite prin inducție la 980°C;
- Valorile proporției de austenită reziduală pentru probele călite superficial la 810° și 880°C sunt mai mari în comparație cu rezultatele obținute prin celelalte metode distructive;
- Prin utilizarea metodei statistice ANOVA au putut fi comparate rezultatele privind conținutul de austenită reziduală estimat prin intermediul fiecărei metode, respectiv Feritscope® în comparație cu difracția cu raze X (DRX) și MO. În funcție de procentul fazelor din microstructura fiecărei probe, cele trei metode de analiză au oferit rezultate reprezentative pentru caracteristicile fiecărei probe. Media finală a valorilor constă de media celor 6 evaluări obținute la diferitele adâncimi de analiză, și anume: suprafață, 0.2 mm, 0.5mm, 1 mm, 1.5 mm și 2mm. Cea mai mare valoare a deviației standard s-a constatat ca este dată de rezultatele estimate prin analiza metalografică.

Rezultatele privind estimarea proporției de austenită reziduală din oțelurile de rulmenți obținute prin analiza la microscopul electronic cu baleiaj au condus la următoarele concluzii:

- În proba călită superficial la 810°C, în cele cinci câmpuri de pe suprafața probei au putut fi identificate carburi complexe de crom și mangan, cu distribuție relativ omogenă a elementelor de aliere. Conținutul de crom este situat în domeniul 7,89%-10,95%, iar cel de mangan în domeniul 2,55%-3,02%. De remarcat este structura fină a acelor de martensită;
- La proba călită superficial la 880°C, de asemenea, în cele cinci câmpuri de pe suprafața probei au putut fi identificate carburi complexe de crom și mangan, cu distribuție relativ omogenă a elementelor de aliere, iar conținutul de crom este situat în domeniul 8,95%-10,68%, iar cel de mangan în domeniul 2,68%-2,89%. În această situație martensita este aciculară, cu dimensiunea acelor mai mare decât în cazul probei călită la 810°C;
- La proba călită superficial la 980°C, de asemenea, în cele cinci câmpuri de pe suprafața probei au putut fi identificate carburi complexe de crom și mangan, cu distribuție relativ omogenă a elementelor de aliere, iar conținutul de crom este situat în domeniul 9,25%-11,22%, iar cel de mangan în domeniul 2,81%-3,74%. Pe microstructura acestei probe martensita prezintă cea mai mare dimensiune a acelor martensitice. Se poate aprecia că prin creșterea temperaturii de călire superficială prin inducție crește conținutul mediu al carburilor

complexe de crom de la 9,258%Cr la proba călită la 810°C, la 9,804%Cr la proba călită la 880°C , până la 10.205%Cr la proba călită la 980°C. Conținutul mediu de mangan al carburilor complexe variază într 2,778% (proba la 810°C), la 2,748% (la proba călită la 880°C) și, respectiv 3.270%Mn (la proba călită la 980°C).

- Calitatea oțelului luată în considerare în prezentul studiu prezintă un conținut suficient de Cr și Mo pentru a forma o cantitate semnificativă de carburi pentru a afecta rezultatul măsurărilor obținute prin metoda magneto-inductivă, iar fracția de carburi de Cr, Mo sau Mn este de așteptat să fie mai mare decât a celorlalte tipuri de carburi. Deoarece fracția majoră de carburi din marca de oțel A485-2 este carbura de Crom, este probabil să se unească răspunsul paramagnetic al austenitei reziduale cu bobina secundară a Feritscope®. Ca urmare, conținutul de AR estimat de Feritscope® este de așteptat să fie mai mare decât conținutul real.

CONTRIBUȚII ORIGINALE

Prin realizarea cercetărilor experimentale din cadrul prezentei teze de doctorat au putut fi aduse următoarele contribuții originale:

- Considerarea comparativă a două categorii de oțeluri de rulmenți pentru identificarea conținutului de austenită reziduală și aplicarea tratamentelor termice specifice acestora, fie de carburare, fie de călire superficială prin inducție, contribuție cu mare aplicabilitate industrială;
- Utilizarea comparativă a diferitelor metode convenționale sau neconvenționale pentru determinarea conținutului de austenită reziduală, fie prin metode distructive (analiza de difracție cu raze X, analiza la microscopul metalografic, sau analiza la microscopul electronic cu baleiaj), fie metode nedistructive (analiza magneto-inductivă);
- Utilizarea metodei statistice ANOVA pentru compararea rezultatelor privind conținutul de austenită reziduală fie prin metode nedistructive, fie prin metode distructive, respectiv metoda prin utilizarea Feritscope® , metoda de difracție cu raze X, metoda de analiză metalografică optică cantitativă și calitativă, metoda magneto- inductivă și metoda de analiză la microscopul electronic cu baleiaj.

PERSPECTIVE ALE CERCETĂRILOR VIITOARE

Posibilitățile de estimare a cantității de austenită reziduală prin metode neconvenționale din oțelurile de rulmenți continuă să suscite un interes major în industrie, de aceea se pot dezvolta numeroase direcții de continuare a cercetărilor experimentale.

- Extinderea domeniului de utilizare a Feritscope®, nu numai pentru estimarea cantității de ferită delta din oțelurile inoxidabile, dar și în domeniul materialelor metalice cu constituenți structurali cu proprietăți paramagnetice, cum ar fi oțelurile de rulmenți;
- Utilizarea metodei de estimare a proporției de austenită reziduală cu ajutorul metodei magneto-inductivă Feritscope® la oțeluri de rulmenți supuse tratamentului termic de călire prin inducție cu conținut redus de Cr și Mn, pentru a verifica dacă există apropierea estimării conținutul real de austenită reziduală;

- Utilizarea diferitelor metode comparative pentru determinarea proporției de austenită reziduală pentru alte game de oțeluri de rulmenți, altele decât cele studiate în prezenta lucrare de doctorat;
- Aplicarea tratamentului termic de călire prin inducție superficială la alte temperaturi decât cele considerate în prezenta lucrare de doctorat, de exemplu 715°C, 725°C și 800°C, la care pot să precipite alte categorii de carburi în matricea martensitică, cu diferite proporții de austenită reziduală.

BIBLIOGRAFIE SELECTIVĂ

- [1] H. Fu and P. E. J. Rivera-Díaz-del-Castillo, “A unified theory for microstructural alterations in bearing steels under rolling contact fatigue,” *Acta Mater*, vol. 155, pp. 43–55, Aug. 2018, doi: 10.1016/j.actamat.2018.05.056.
- [4] A. Warhadpande, F. Sadeghi, and R. D. Evans, “Microstructural alterations in bearing steels under rolling contact fatigue part 1-Historical overview,” *Tribology Transactions*, vol. 56, no. 3, pp. 349–358, 2013, doi: 10.1080/10402004.2012.754073.
- [7] S. Talebi, M. Jahazi, and H. Melkonyan, “Retained Austenite Decomposition and Carbide Precipitation during Isothermal Tempering of a Medium-Carbon Low-Alloy Bainitic Steel,” *Materials*, vol. 11, no. 8, p. 1441, Aug. 2018, doi: 10.3390/ma11081441.
- [20] “Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation 1,” *ASTM International*, 2019, doi: 10.1520/E0975-13.
- [24] C. F. Jaczak, “Retained Austenite and Its Measurement by X-Ray Diffraction,” Feb. 1980. doi: 10.4271/800426.
- [25] J Taptich, M Brauss, M Belassel, G Grodzicki, T Simmons, J Nantais “Characterization of Residual Stresses and Retained Austenite on 416 Stainless Steel via X-Ray Diffraction Techniques,” Oct. 2018, pp. 159–164. doi: 10.21741/9781945291890-25.
- [26] V. Lejay, C. Sidoroff, C. Le Bourlot, M. Perez, and P. Dierickx, “Ageing of 100Cr6 steel: synchrotron X-ray diffraction and dimensional analysis investigation,” *Materials Science and Technology*, vol. 32, no. 11, pp. 1106–1110, Jul. 2016, doi: 10.1080/02670836.2015.1136102.
- [27] E. Jimenez-Melero, R. Blondé, M. Y. Sherif, V. Honkimäki, and N. H. van Dijk, “Time-dependent synchrotron X-ray diffraction on the austenite decomposition kinetics in SAE 52100 bearing steel at elevated temperatures under tensile stress,” *Acta Mater*, vol. 61, no. 4, pp. 1154–1166, Feb. 2013, doi: 10.1016/j.actamat.2012.10.025.
- [28] George Krauss, “Carburizing: Processing and Performance: Proceedings of an International Conference,” George Krauss, Ed., ASM International, 1989, Jul. 1989.
- [29] G. Krauss, *Steels: Heat Treatment and Processing Principles*, Second Edition. ASM International.
- [31] S. H. Magner, R. J. De Angelis, W. N. Weins, and J. D. Makinson, “A HISTORICAL REVIEW OF RETAINED AUSTENITE AND ITS MEASUREMENT BY X-RAY DIFFRACTION.”
- [33] L. G. Ionescu, M. V. Pantawane, C. Tănase, R. V. Sichim, C. A. Dascălu, and B. Ghiban, “Evaluation of Retained Austenite in Carburized Bearing Steel Using Magneto-Inductive Method,” *Crystals (Basel)*, vol. 13, no. 8, p. 1173, Jul. 2023, doi: 10.3390/cryst13081173.
- [34] R. Kshirsagar, S. Jones, J. Lawrence, and J. Tabor, “Measurement of ferrite content of stainless steel sheet welds using a new Ferrite Density Number scale,” *J Mater Process Technol*, vol. 274, Dec. 2019, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2019.116278.

- [35] J. Arnold and T. Gnäupel-Herold, “A comparison of different measurement methods to evaluate strain-induced martensite formation in a metastable austenitic stainless steel,” 2014. [Online]. Available: <https://www.researchgate.net/publication/289576653>
- [65] G. F. Vander Voort, “Image Analysis,” in *Materials Characterization*, ASM International, 1986, pp. 309–322. doi: 10.31399/asm.hb.v10.a0001755.
- [66] S. Su *et al.*, “A Fe-Cr-C steel based on gradient scale precipitation hardening: Hardening and toughening mechanism of multistage heat treatment,” *J Alloys Compd*, vol. 946, p. 169355, Jun. 2023, doi: 10.1016/j.jallcom.2023.169355.
- [67] A. D. Anoop, A. S. Sekhar, M. Kamaraj, and K. Gopinath, “Numerical evaluation of subsurface stress field under elastohydrodynamic line contact for AISI 52100 bearing steel with retained austenite,” *Wear*, vol. 330–331, pp. 636–642, May 2015, doi: 10.1016/j.wear.2015.01.021.
- [68] R. L. Banerjee, “X-ray determination of retained austenite,” *Journal of Heat Treating*, vol. 2, no. 2, pp. 147–150, Dec. 1981, doi: 10.1007/BF02833231.
- [71] *Standard Specification for High Hardenability Antifriction Bearing Steel*. USA: ASTM International, 2022. doi: 10.1520/A0485-17R22.
- [90] E. Claesson, H. Magnusson, J. Kohlbrecher, M. Thuvander, and P. Hedström, “Evolution of iron carbides during tempering of low-alloy tool steel studied with polarized small angle neutron scattering, electron microscopy and atom probe,” *Mater Charact*, vol. 194, Dec. 2022, doi: 10.1016/j.matchar.2022.112464.
- [100] J. Suwalski, Z. Kucharski, M. Łukasiak, and W. Luty, “Determination of retained austenite in bearing steel,” *Hyperfine Interact*, vol. 29, no. 1–4, pp. 1491–1494, Feb. 1986, doi: 10.1007/BF02399517.
- [101] D. W. Hetzner and W. Van Geertruyden, “Crystallography and metallography of carbides in high alloy steels,” *Mater Charact*, vol. 59, no. 7, pp. 825–841, Jul. 2008, doi: 10.1016/j.matchar.2007.07.005

LISTA PUBLICATIILOR PENTRU DISEMINAREA REZULTATELOR

Articole publicate în reviste cotate ISI&Web of Science

1. L. G. Ionescu, C. Tanase, M. Vasilescu, R. Zamfir, and B. Ghiban, “Research related to retained austenite on rail and windmill bearings” *Bull.*, Series B, vol. 83, no. 2, p. 2021.
2. L. G. Ionescu, M. V. Pantawane, C. Tănase, R. V. Sichim, C. A. Dascălu, and B. Ghiban, “Evaluation of Retained Austenite in Carburized Bearing Steel Using Magneto-Inductive Method” *Crystals (Basel)*, vol. 13, no. 8, p. 1173, Jul. 2023, doi: 10.3390/cryst13081173

Articole prezentate la conferințe internaționale

Laura G. IONESCU, Brândușa GHIBAN- Nondestructive techniques for retained austenite measurement, 9 th International Conference on Materials Science and Technologies – RoMAT 2022 November 24-25, 2022, Bucharest, Romania www.romat2022.ro