

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**

Escola de Engenharia

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

Dircilene do Carmo

**PROCESSAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA E PARTIÇÃO (T&P) NA  
OBTENÇÃO DE LIGAS METÁLICAS FUNDIDAS DE ALTA RESISTÊNCIA  
MECÂNICA**

Belo Horizonte

2022

Dircilene do Carmo

**PROCESSAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA E PARTIÇÃO (T&P) NA  
OBTENÇÃO DE LIGAS METÁLICAS FUNDIDAS DE ALTA RESISTÊNCIA  
MECÂNICA**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título de Doutora em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Área de Concentração: Metalurgia Física

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Augusta Cerceau  
Isaac Neta

Coorientador: Prof. Dr. Denilson José do  
Carmo

Belo Horizonte  
2022

Carmo, Dircilene do.

C287p

Processamento térmico de têmpera e partição (T&P) na obtenção de ligas metálicas fundidas de alta resistência mecânica [recurso eletrônico] / Dircilene do Carmo. – 2022.

1 recurso online (93 f.: il., color.): pdf.

Orientadora: Augusta Cerceau Isaac Neta.

Coorientador: Denilson José do Carmo.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Minas Gerais,  
Escola de Engenharia.

Bibliografia: f. 85-93.

Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.

1. Engenharia Metalúrgica - Teses. 2. Aço fundido – Teses.  
3. Austenita – Teses. 4. Ferro fundido nodular – Teses. I. Isaac Neta,  
Augusta Cerceau. II. Carmo, Denilson José do. III. Universidade Federal  
de Minas Gerais. Escola de Engenharia. IV. Título.

CDU: 669(043)

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Letícia Alves Vieira - CRB-6/2337

Biblioteca Prof. Mário Werneck - Escola de Engenharia da UFMG



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**  
**ESCOLA DE ENGENHARIA**



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

A tese intitulada "**Processamento Térmico de Têmpera e Partição (T&P) Na Obtenção de Ligas Metálicas Fundidas de Alta Resistência Mecânica**", área de concentração: Metalurgia Física, apresentada pela candidata **Dircilene do Carmo**, para obtenção do grau de Doutora em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas, foi aprovada pela comissão examinadora constituída pelos seguintes membros:

Documento assinado digitalmente  
gov.br AUGUSTA CERCEAU ISAAC NETA  
Data: 29/11/2022 10:14:45-0300  
Verifique em <https://verificador.iti.br>

Dra. Augusta Cerceau Isaac  
Neta Orientadora (UFMG)

Dr. Denilson José do Carmo  
Coorientador (SENAI Itaúna  
CETEF)

Dr. Dagoberto Brandão  
Santos (UFMG)

  
DEMEC/EE-UFMG

Dr. Paulo César de Matos  
Rodrigues (UFMG)

Dr. Ana Paula Silva

Dr.  
Clênio  
Silva  
(SENAI-  
MG)

---

Coordenador do Programa de Pós-  
Graduação em Engenharia Metalúrgica,  
Materiais e de Minas/UFMG

À minha família

## **Agradecimento**

Agradeço a Deus.

Agradeço a minha orientadora Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Augusta Cerceau Isaac Neta pela oportunidade dada, pela orientação e o conhecimento transmitido.

Agradeço ao meu irmão e coorientador, Denilson, que sempre esteve do meu lado, pelo incentivo e pelos ensinamentos constantes do dia a dia tanto profissional, quanto pessoal. A minha mãe Margarida pelo amor, por todo apoio e segurança. Ao meu pai Baltazar por todo carinho, amor que mesmo não estando mais aqui presencialmente, tenho certeza de que olha por nós.

As minhas irmãs Denise e Dirlane pelo incentivo, pela paciência, pelo apoio. Aos meus sobrinhos Douglas, Rafael, Ana, Pedro, Henrique e Luan, enfim toda a família que sempre esteve unida.

Agradeço a Anderson Caires pelas análises e valiosas contribuições.

Agradeço ao professor Dagoberto Santos pelo aprendizado e permissão da utilização dos equipamentos dos Laboratórios.

Agradeço aos funcionários do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG, em atenção em especial atenção à Cida e Patrícia.

Agradeço aos colegas da pós-graduação por terem tornado essa jornada mais descontraída: Guilherme, Priscila, Athos. Especialmente a Luana e Denise, amigas especiais que me ensinaram a ter coragem e alegraram minha caminhada.

Agradeço a todos que de alguma forma deram suporte necessário e foram diretamente ou indiretamente colaboradores para realização deste projeto e que, por algum acaso eu não tenha citado aqui.

A Capes, CNPq e Fapemig pelo fomento. E ao SENAI-CETEF Itaúna pelo fornecimento das amostras e ensaios realizados.

## RESUMO

Melhorias nos processos e procedimentos da indústria de fundição buscam maximizar as propriedades mecânicas tendo em vista a concorrência entre materiais como aços forjados, ferros fundidos nodulares e ligas de alumínio. Uma linha de pesquisa, desenvolvimento e inovação (PDI) para aços fundidos, também denominada de aços nanoestruturados, é a aplicação de austêmpera em aços projetados para o tratamento isotérmico em baixa temperatura em torno de 200°C. Para tanto, os aços além de alguns elementos de liga têm carbono em torno de 0,8% em massa. Desta forma, para obter resistência mecânica acima de 1500 MPa, os tratamentos térmicos são muito longos podendo ser necessárias centenas de horas. O processo de têmpera e partição (T&P) tem sido utilizado para aprimoramento de aços de alta resistência, enquadrados na terceira geração, que resulta na combinação de alta resistência sem deterioração significativa da ductilidade. Nesta tese foram desenvolvidas ligas fundidas e tratadas termicamente por T&P para avaliar a influência do tratamento na microestrutura e resistência mecânica. Para tanto foi produzido um aço fundido 0,28%C-1,25%Mn-2.20%Si e um ferro fundido nodular 3,27%C, 2,47%Si, 0,20%Mn ambos com baixos teores de elementos de liga. O aço com baixo carbono visa tratamentos isotérmicos com menores tempos de tratamento. As linhas de pesquisa de aplicação de T&P em aços fundidos e ferro fundido nodular são pouco exploradas. Portanto, buscou-se analisar a aplicação deste tratamento em ferro fundido nodular como alternativa para melhores propriedades mecânicas. Os resultados mostram que a microestrutura do aço tratado com T&P consiste em martensita, bainita e austenita retida. O que resultou em uma melhor combinação de resistência à tração (1647 MPa) e tenacidade ao impacto (27J/cm<sup>2</sup>). Em comparação com o aço tratado com T&P, o mesmo aço fundido na condição de austemperado, apresentou propriedades mecânicas inferiores: resistência à tração final de 1329 MPa, resistência ao escoamento de 1311 MPa e tenacidade de 7 J/cm<sup>2</sup>. O tratamento térmico de T&P do ferro fundido nodular foi realizado de duas formas: uma convencional apresentada na literatura, utilizando um forno de resfriamento para etapa de têmpera e outro forno para a etapa de partição. A segunda forma inovadora, utilizando um único forno a banho de sais para o resfriamento e tratamento isotérmico, respectivamente. Esta forma foi denominada como tratamento T&P em rampa. O ferro fundido nodular obtido pelo processamento de T&P apresentou

resultados promissores com cerca de 102 nódulos de grafita por mm<sup>2</sup>. A microestrutura do ferro fundido nodular após o tratamento de T&P consiste em martensita, bainita ferrítica e austenita retida. No processamento de T&P por rampa, obteve-se para as condições de partição a 300 e 375°C, limites de resistência de 1659 e 1757 MPa e limites de escoamento de 1641 e 1722 MPa, respectivamente. No processamento tradicional por dois fornos, foram obtidos para as condições de partição a 300 e 375°C, limites de resistência de 1743 e 1584 MPa, respectivamente. Os valores obtidos são o dobro do especificado em norma para o ferro fundido nodular de maior resistência, porém com alongamento um pouco inferior a 2%. O aumento do limite de resistência em relação ao ADI foi em torno de 10% com superior resistência ao impacto. Os resultados são promissores, mostrando que o processo de T&P é uma alternativa viável na obtenção de nodulares de alta resistência com potencial competitivo em comparação ao ADI.

Palavras-chave: aços fundidos, ferro fundido nodular, têmpera e partição, T&P, austenita retida, ferro fundido austemperado, ADI.



## ABSTRACT

The process in the casting industry is constantly looking for improvements to maximize mechanical properties in view of competition between materials such as forged steels, ductile cast irons, and aluminum alloys. One line of research, development, and innovation (RDI) for cast steels, also called nanostructured steels, is the application of austempering in steels designed for isothermal treatment at low temperatures around 200°C. For this, the steels, besides some alloying elements, have carbon around 0.8% in mass. Thus, to obtain mechanical strength above 1500 MPa, the heat treatments are very long and may take several hours. The process of quenching and partitioning (Q&P) has been used for the improvement of high strength steels, belonging to the third generation, which results in the combination of high strength without significant deterioration of ductility. In this thesis, cast materials and heat treated by Q&P were developed to evaluate the influence of the treatment on microstructure and mechanical strength. For this purpose, a cast steel of 0.28%C-1.25%Mn-2.20%Si and a ductile cast iron of 3.27%C, 2.47%Si, 0.20%Mn were produced both with low alloying element contents. The low carbon steel aims isothermal treatments with shorter treatment times. The research lines of application of Q&P in cast steels and nodular cast iron are poorly explored. Therefore, we thought to analyze the application of this treatment in ductile cast iron as an alternative for better mechanical properties. The results show that the microstructure of the Q&P treated steel consists of martensite, bainite and retained austenite. This resulted in a better combination of tensile strength (1647 MPa) and impact toughness (27J/cm<sup>2</sup>). Compared to the Q&P treated steel, the same steel cast in the austempered condition, showed inferior mechanical properties: ultimate tensile strength of 1329 MPa, yield strength of 1311 MPa and toughness of 7 J/cm<sup>2</sup>. The Q&P heat treatment of the nodular cast iron was performed in two ways: a conventional one presented in the literature, using one cooling furnace for the quenching step and another furnace for the partitioning step. The second innovative way, using a single salt bath furnace for cooling and isothermal treatment, respectively. This form has been termed as ramp T&P treatment. The ductile cast iron obtained by Q&P processing showed promising results with about 102 graphite nodules per mm<sup>2</sup>. The microstructure of nodular cast iron after Q&P treatment consists of martensite, ferritic bainite, and retained austenite. In ramp Q&P processing, yield strength of 1659

and 1757 MPa and yield strength 1641 and 1722MPa were obtained for the partition conditions at 300 and 375°C, respectively. In the traditional two oven processing, yield strength of 1743 and 1584 MPa and tensile strength 1679 and 1486 MPa were obtained for the partition conditions at 300 and 375°C respectively. The values obtained are twice the values specified in the standard for higher strength nodular cast iron, but with elongation a little less than 2%. The increase in the strength limit in relation to ADI was around 10% with superior impact strength. The results are promising, showing that the Q&P process is a viable alternative in obtaining high strength ductile cast iron with competitive potential compared to ADI.

Keywords: cast steels, ductile cast iron, quenching and partitioning, Q&P, retained austenite, bainitic ferrite, austempered cast iron, ADI

## Lista de Figuras

Figura 3.1: Diagrama de fases Fe-C. Adaptado da referência Smithells Metals Reference Book, pag.157 (EQUILIBRIUM DIAGRAMS, 2004).....	25
Figura 3.2: Esquema do processamento T&P. TT é a temperatura de têmpera e TP a de partição. Ac3 é a temperatura mínima para a formação da matriz austenítica. Mi e Mf são as temperaturas de início e final de transformação da martensita. C <sub>i</sub> , C <sub>γ</sub> e C <sub>M</sub> são indicadores das porcentagens de carbono no aço inicial, na austenita e na martensita, respectivamente. Adaptado da referência Matlock <i>et al</i> (MATLOCK; BRÄUTIGAM; SPEER, 2003).....	27
Figura 3.3: Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) do aço austemperado a 200°C por 240 h em a) ampliação 3000 vezes e b) ampliação 10000 vezes. Adaptado da referência CARMO (2011). ....	29
Figura 3.4: Imagens obtidas por microscopia eletrônica de transmissão mostrando os feixes de martensita e austenita em imagens de campo claro: a) aço 0,29%C, 1,22%Mn, 1,65%Si, 1,62%Al; b) aço 0,26%C, 1,57%Mn, 1,06%Si, 0,98%Al; c) aço 0,22%C, 1,85%Mn, 0,41%Si, 1,46%Al. Adaptado da referência Maheswari <i>et al</i> (MAHESWARI et al., 2014).....	31
Figura 3.5: Imagem de microscopia eletrônica de ferro fundido nodular processado por T&P, destacando a martensita de alto carbono (região mais escura) entre as células eutécticas após tratamento de T&P em ferro fundido nodular. Adaptado da referência (SILVA, 2013). ....	34
Figura 4.1: Diagrama esquemático das transformações isotérmicas utilizado o software MAP_STEEL_MUCG83. A linha tracejada de azul representa o resfriamento do aço fundido produzido nesta tese. ....	42
Figura 4.2: Rota de processamento dos tratamentos térmicos por T&P (têmpera e partição) e IBT (tratamento isotérmico bainítico).....	44
Figura 4.3: Comparação das curvas dilatométricas dos aços fundidos pelos tratamentos de IBT e T&P. ....	45
Figura 4.4: Análise microestrutural detalhada do aço 0,28C-2,20Si-1,91Cr-1,25Mn (% em peso) tratado pela rota térmica T&P. (a e b) têmpera e partição e (c e d) transformação bainítica isotérmica. Onde B1: bainita formada durante a etapa de têmpera, B2: bainita	

formada durante a etapa de partição, M: martensita, M/A: ilha de martensita/austenita, RA: austenita retida. ....	52
Figura 4.5: Imagens de microscopia eletrônica de transmissão tratada pelo processo térmico de T&P. (a e b) Imagens TEM de campo claro mostrando grãos de austenita semelhantes a filmes com largura de ~ 75 nm e ripas B2 com largura de ~ 250 nm. (c) Imagem de campo claro e as imagens de campo escuro correspondentes para (d) B2 (110) e (e) RA (431).....	53
Figura 4.6: Análise microestrutural detalhada do aço estudado tratado pela rota térmica de transformação isotérmica bainítica (IBT). (a) A imagem de microscopia eletrônica de transmissão de campo claro (TEM) da amostra. (b) Padrão SAED mostrando manchas de carboneto. (c) Imagem de campo claro e (d) imagem de campo escuro correspondente para RA (222). (e-f) As imagens TEM de campo claro mostrando a formação de carbonetos. (g) Imagem de campo claro e a (h) imagem de campo escuro correspondente de um espaçamento interplanar selecionado de 4,73 Å correspondente a carboneto (inserção do padrão de difração de elétrons).....	55
Figura 4.7: Difratomogramas para o aço tratado por têmpera e partição (T&P) e transformação bainítica isotérmica (IBT).....	57
Figura 4.8: Fractografias do aço fundido: a e c) processo de T&P; b e d) processo de IBT. ....	59
Figura 5.1: Dimensões do bloco Y com base de 25 mm. Adaptado da referência da Norma A536-84. ....	63
Figura 5.2: Curva de dilatação em função da temperatura de tratamento térmico do ferro fundido nodular. ....	64
Figura 5.3: Detalhe da curva de dilatação em função da temperatura para o ferro fundido nodular, destacando a região de transformação austenítica. A linha azul corresponde à derivada numérica (dl/Lo) da curva. ....	66
Figura 5.4: Determinação da taxa de aquecimento do forno SDE 50120. ....	67
Figura 5.5: Esquemas de ciclos térmicos: a) T&P convencional; b) T&P em rampa e austêmpera. ....	70
Figura 5.6: : Sequência das etapas de T&P convencional. (a) Retirada do forno de austenitização (880°C). (b) Transferência para um forno a banho de sais para a têmpera	

(170°C). (c e d) Corpos de prova transferidos para um cadinho contendo sais fundidos na temperatura de partição. ....	71
Figura 5.7: Corpos de prova pré-usinados posicionados em dispositivos inseridos no forno de austenitização. (a) corpos de prova pré-usinados. (b) corpos de prova inseridos em dispositivos para manuseio e inseridos no forno para austenitização .....	73
Figura 5.8: Imagem obtida por microscopia óptica do ferro fundido nodular no estado bruto de fundição: a) Estrutura típica representante das amostras na condição de sem ataque metalográfico; b) Estrutura na condição de ataque com Nital 4% para a ilustração da matriz metálica. ....	74
Figura 5.9: Imagens MEV das amostras submetidas a austêmpera a 300°C (ADI 300), onde M é martensita e MA é martensita/austenita e o círculo amarelo destaca uma das regiões da ferrita bainítica (FB). ....	75
Figura 5.10: Imagens MEV das amostras submetidas a T&P-C 300, onde M é martensita, $\theta$ são carbonetos e o círculo destaca uma das regiões da ferrita bainítica.....	76
Figura 5.11: Imagens de MEV do ferro fundido nodular tratado por T&P: a) temperatura de têmpera de 140°C e a de partição 300°C por 15 min.; b) temperatura de têmpera de 140°C e a de partição 375°C por 15 minutos. Adaptada da tese de Melado (2018) (MELADO, 2018). ....	77
Figura 5.12: Imagens obtidas por MEV em aços tratados por T&P: a) temperatura de têmpera de 260°C e a de partição 400°C por 5 min. ; b) temperatura de têmpera de 125°C e a de partição 350°C por 10 segundos. Adaptada de (HAJYAKBARY <i>et al.</i> , 2016; SANTOFIMIA; ZHAO; SIETSMA, 2009). ....	78
Figura 5.13: Imagens obtidas pela análise de EDS: a) Amostra T&P-R 300; b) Amostra T&P-R 375. ....	80
Figura 5.14: Imagens obtidas pela análise de EDS: a) Amostra T&P-C 300; b) Amostra T&P-C 375. ....	81
Figura 5.15: Imagens obtidas pela análise de EDS da amostra austemperada ADI 300. ....	81
Figura 5.16: Imagens MEV das amostras submetidas a T&P-C 375, onde M é martensita, $\theta$ são carbonetos e o círculo destaca uma das regiões da ferrita bainítica.....	82

Figura 5.17: Imagens MEV das amostras submetidas a T&P-R 300, onde M é martensita, $\theta$ são carbonetos, MA é martensita/austenita e o círculo destaca uma das regiões da ferrita bainítica. ....	83
Figura 5.18: Imagens MEV das amostras submetidas a T&P-R 375, onde M é martensita, $\theta$ são carbonetos, MA é martensita/austenita e o círculo destaca uma das regiões da ferrita bainítica. ....	83
Figura 5.19: Imagens da microestrutura obtidas por MEV: a) ADI 300; b) T&P-C 300; c) T&P-R 375. ....	84
Figura 5.20: Imagens da microestrutura obtidas por MEV: a) T&P-C 375; c) T&P-R 375. ....	85
Figura 5.21: Difratogramas dos ferros fundidos nodulares obtidos por DRX. ....	85
Figura 5.22: Curva tensão de engenharia x deformação ferro fundido nodular processado por austêmpera (ADI 300). ....	89
Figura 5.23: Curva tensão de engenharia x deformação ferro fundido nodular processado por T&P convencional. ....	90
Figura 5.24: Curva tensão de engenharia x deformação ferro fundido nodular processado por T&P por rampa. ....	90
Figura 5.25: Comparação das propriedades mecânicas: T&P em rampa e convencional; austêmpera com os resultados obtidos por Melado. MT&P300 e MT&P375 são valores extraídos da tese de Melado para o tratamento de T&P e MADI300 para o de austêmpera. ....	92
Figura 5.26: Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura dos corpos de prova de tração do ferro fundido nodular: a) T&P-C 300 ; b) T&P-C 375; c) T&P-R 300; d) T&P-R 375. ....	95
Figura 5.27: Valores médios e desvios de dureza HV1. ....	96

## Lista de Tabelas

Tabela IV 1: Composição química do aço fundido (% em peso). .....	42
Tabela IV 2: Tabela com o comparativo de propriedades mecânicas do aço fundido em função dos tratamentos térmicos de T&P e IBT, sendo : Alongamento total (Al.); Limite de escoamento (L.E.); limite de resistência (L.R.); Tenacidade à fratura. ....	58
Tabela V.1: Composições químicas dos ferros fundidos (% em massa). ....	63
Tabela V. 2: Temperaturas obtidas por dilatométrica .....	65
Tabela V.3: Fração volumétrica da austenita e porcentagem de carbono da austenita retida obtida por difração de raios-X. ....	86
Tabela V.4: Resultados de caracterização mecânica do ferro fundido nodular sendo : Alongamento total (Al.); Limite de escoamento (L.E.); limite de resistência (L.R.); Tenacidade à fratura. ....	88
Tabela V.5 Resultados de caracterização mecânica do ferro fundido nodular retiradas do trabalho de Melado (2018), sendo : Alongamento total (Al.); Limite de escoamento (L.E.); limite de resistência (L.R.); Tenacidade à fratura.....	93
Tabela V.6: Comparação dos resultados obtidos com outros trabalhos com ferro fundido nodular com tratamento térmico de T&P. Nota: ND não determinado. ....	98

## Lista de abreviações e siglas

ADI	<i>Austempered Ductile Iron</i> (Ferro Fundido Nodular Austemperado)
Al	Alongamento total
AR	Austenita retida
ASTM	<i>American Society For Testing and Materials</i> (Sociedade Americana para Testes de Materiais)
AHSS	<i>Advanced High Strength Steels</i> (Aços Avançados de Alta Resistência)
Bi	Início de transformação da bainita
BQ&T	Têmpera e Partição com formação Bainítica
C <sub>i</sub>	Porcentagens de carbono no aço inicial
C <sub>γ</sub>	Porcentagens de carbono no aço inicial na austenita
C <sub>M</sub>	Porcentagens de carbono no aço inicial na martensita
CNPq	Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico
DRX	Difração de raios-X
EDS	Espectroscopia de raios-X dispersiva de energia
FB	Ferrita bainítica
IBT	Tratamento isotérmico bainítico
ICSD	<i>Inorganic Crystal Structure Database</i> (Banco de dados de estruturas cristalinas inorgânicas)
LE	Limite de escoamento
LR	Limite de resistência
M	Martensita
MA	Regiões de martensita associada à austenita
MN	Martensita nova
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
M <sub>i</sub>	Temperatura de transformação martensítica inicial
M <sub>f</sub>	Temperatura de transformação martensítica final
MO	Microscopia Óptica
SENAI-CETEF	Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial - Centro Tecnológico de Fundação Marcelino Corradi



PDI Pesquisa, Desenvolvimento e inovação

Q&P *Quenching and Partitioning* (Têmpera e Partição)

QP&T *Quenching and Partitioning and Tempering* (Têmpera com Partição e Revenimento)

SAED Selected Area Electron Diffraction (Difração de elétrons em área selecionada)

T&P Têmpera e Partição

TRIP *Transformation induced plasticity* (Transformação Induzida por Plasticidade)

TT Temperatura de têmpera

TTT Tempo-Temperatura-Transformação

TP Temperatura de partição

UFMG Universidade Federal de Minas Gerais

## Lista de símbolos

Al	Alumínio
B1	Bainita formada durante têmpera
B2	bainita formada durante a partição
$\beta$	Coefficiente de ajuste
$d_{h,k,l}$	espaçamento entre planos
C	Carbono
Ca	Cálcio
Cr	Cromo
$A_{hkl}$	Área integral sob os picos
$R_{hkl}$	Cálculo da intensidade teórica dos picos de difração
Mn	Manganês
Mo	Molibdênio
Ni	Níquel
Nb	Nióbio
P	Fósforo
S	Enxofre
Si	Silício
V	Vanádio
min.	Minuto
mm <sup>2</sup>	Milímetro quadrado
MPa	Megapascal
h	Hora
$C_\gamma$	Teor de carbono na austenita
$C_0$	Teor inicial de carbono
$C_\alpha$	Teor de carbono na ferrita
$a_0$	Parâmetro de rede
$a_\gamma$	Parâmetro de rede da austenita retida
$f_\gamma$	Fração de austenita retida
$f_\alpha$	Fração de ferrita retida
$T_T$	Temperatura de Têmpera
$T_P$	Temperatura de partição

## SUMÁRIO

1	Introdução .....	20
2	Objetivos.....	23
2.1	Objetivos específicos .....	23
3	Revisão Bibliográfica .....	24
3.1	Diagrama de equilíbrio ferro-carbono .....	24
3.1.1	Ferro fundido nodular.....	25
3.1.2	Aços.....	26
3.2	Tratamento de Têmpera e Partição (T&P) em aço.....	26
3.3	Têmpera e partição em ferro fundido nodular.....	32
4	Material e Métodos : aço fundido e tratado termicamente por têmpera e partição (T&P) .....	41
4.1	Produção do aço fundido .....	41
4.2	Diagrama de transformação isotérmica.....	42
4.3	Tratamento térmico .....	43
4.4	Caracterização Microestrutural.....	45
4.4.1	Caracterização por difração de raios-X .....	46
4.4.2	Caracterização Microestrutural por microscopia .....	48
4.5	Ensaio Mecânicos .....	49
4.6	Resultados e Discussão .....	50
4.6.1	Informações preliminares sobre transformação de fases e cinética.....	50
4.6.2	Análise microestrutural.....	51
4.6.3	Análise do comportamento mecânico .....	57
4.7	Conclusões da produção de aço fundido .....	60
5	Material e Método: ferro fundido nodular tratado termicamente por têmpera e partição (T&P).....	62
5.1	Produção do ferro fundido nodular .....	62
5.2	Tratamento térmico ferro fundido nodular .....	64
5.3	Caracterização microestrutural .....	71
5.3.1	Caracterização por difração de raios-X .....	71
5.3.2	Caracterização metalográfica.....	72
5.4	Ensaio mecânicos.....	72
5.5	Resultados e discussão .....	73
5.5.1	Análise microestrutural.....	74
5.5.2	Análise do comportamento mecânico .....	88
5.5.3	Comparação com outros ferros fundido nodulares de alta performance ..	96

5.6	Conclusões .....	99
6	Conclusões gerais.....	100
7	Sugestões para trabalhos futuros.....	103
8	Referências.....	104

## 1 Introdução

Os projetos de engenharia são baseados em uma grande variedade de materiais e processos. A otimização de um produto dependerá da combinação de atributos do material e do processo com os requisitos do projeto. No desenvolvimento de novos materiais o desafio muitas vezes consiste em conciliar propriedades divergentes, como por exemplo, o alongamento e o limite de resistência mecânica.

As indústrias de fundição buscam por melhorias nos processos de produção; visando maximizar as propriedades mecânicas de seus materiais, considerando a ampla concorrência entre aços conformados, aços fundidos, ferros fundidos nodulares e ligas de alumínio. A adição de elementos de ligas, a aplicação e o controle de parâmetros de processo de fundição (adição de refinadores de grãos, temperaturas de sobreaquecimento das ligas no vazamento, materiais dos moldes, dentre outros), os diferentes tipos de tratamentos térmicos, são artifícios que podem ser trabalhados para elevar a resistência mecânica.

Os avanços de Pesquisa, Desenvolvimento e inovação (PDI) na área dos aços conformados mecanicamente, a exemplo dos aplicados na indústria automobilística, servem de referência para pesquisadores ligados ao tema de fundição. A crescente demanda por componentes estruturais leves e de baixo custo para aplicações automotivas, tem impulsionado o desenvolvimento contínuo de aços avançados de alta resistência (*Advanced High Strength Steels – AHSS*), que combinam alta resistência e boa ductilidade. Recentemente, destaca-se a produção de aços de alta resistência (AHSS) com uma microestrutura multifásica (por exemplo, martensita, ferrita bainítica e ferrita) contendo austenita retida (AR). A austenita retida pode exibir um efeito de TRIP (Transformação Induzida por Plasticidade) ao se transformar em martensita durante a deformação mecânica no processo de produção do aço (KICKINGER et al., 2021; TISZA, 2021; XIA et al., 2022).

A aplicação do tratamento de têmpera e partição, do inglês, *Quenching and Partitioning*, foi inicialmente proposto por Speer *et al* (SPEER et al., 2003, 2004). O processamento

de T&P visa excelentes combinações de resistência e tenacidade, semelhantes às já obtidas nos aços de segunda geração, mas a um custo menor. Segundo Mateo (GARCIA-MATEO, 2018), o processamento (T&P) é um importante tópico de pesquisa mundial, também, na busca de melhores propriedades mecânicas para os aços e ferros fundidos.

Os ferros fundidos nodulares vêm sendo desenvolvidos para cada vez mais substituírem aços, uma vez que garantem também alta resistência e ductilidade. Como exemplo, cita-se o ferro fundido nodular austemperado (*Austempered Ductile Iron - ADI*) aplicado mundialmente em diversos componentes mecânicos. O ADI possibilitou dobrar a resistência mecânica máxima do ferro fundido nodular convencional, da ordem de 800 MPa para 1600 MPa. Dezenas de órgãos normatizam o ADI ressaltando-se a norma da *American Society for Testing and Materials - ASTM A 897 (ASTM 897M-16, 2016)*. A classe de menor resistência para o ADI nesta norma apresenta o mínimo de 900 MPa acima da máxima do nodular e elevando o alongamento de 1 para 10%. A microestrutura bainítica livre ou com um mínimo de carbonetos que apresenta o ADI é também responsável pela notória elevação da resistência à fadiga mecânica (CARMO, D.J., 2003; CARMO, D. J., 2011).

O processo de T&P pode ser uma alternativa em substituição ao processo de austêmpera em ADI, podendo obter microestrutura diferenciada para elevar a resistência mecânica do ferro fundido nodular a valores ainda maiores que a do ADI. Da mesma forma que o ADI gerou uma nova classe de ferro fundido, acredita-se que o T&P possa trilhar similar destino. Esta linha de pesquisa teve início no Brasil pela liderança do Professor Hélio Goldenstein da Universidade de São Paulo resultando dissertações e teses de doutorado (DA SILVA, D. *et al.*, 2018; MELADO, 2018; NISHIKAWA, ARTHUR SEIJI, 2018; SILVA, ANDERSON JOSÉ SARETTA TOMAZ DA, 2013). Baseados nestes trabalhos brasileiros, surgiram alguns trabalhos de origem chinesa que exploram composições químicas e condições de tratamento para têmpera e partição similares (DONG *et al.*, 2021; WANG, Z. *et al.*, 2020; ZHAO, PIPENG *et al.*, 2016). No entanto, todos utilizaram o tratamento de têmpera e partição convencional. Neste trabalho, avalia-se a utilização de um único forno para realização das etapas de têmpera e partição. Desta forma, avaliar as microestruturas e propriedades mecânicas obtidas nesta condição.

Neste trabalho foi avaliada a viabilidade da aplicação do tratamento térmico de T&P convencional, já aplicado em aços com conformação mecânica, em aço fundido e ferro fundido nodular.

A tese é apresentada na forma de capítulos. Uma revisão bibliográfica sobre o tratamento térmico de T&P em aços e ferro fundido nodular é apresentada no capítulo 3. No capítulo 4 é apresentada a metodologia para a produção do aço fundido, assim como os equipamentos, métodos e resultados. No capítulo 5 é apresentada a metodologia para a produção do ferro fundido nodular, assim como os equipamentos, métodos e resultados.

No capítulo 6 é apresentada uma conclusão geral dos resultados obtidos para o aço fundido e o ferro fundido nodular. No capítulo 7 há sugestões para trabalhos futuros e finalmente no capítulo 8 estão descritas as referências bibliográficas utilizadas.

## 2 Objetivos

O objetivo geral é avaliar a aplicação do tratamento de têmpera e partição (T&P) em aços fundidos e em ferros fundidos nodulares buscando a elevação da resistência mecânica comparadas àquelas obtidas pelo tratamento de austêmpera. Desta forma, desenvolver conhecimentos de PDI no tema T&P aplicados em aços conformados para o desenvolvimento de aços fundidos e de ferros fundidos nodulares.

### 2.1 Objetivos específicos

- Avaliar a influência do processamento térmico sem controle da atmosfera e utilizando banho de sais, comparando a microestrutura e propriedades mecânicas obtidas por meio dos tratamentos térmicos de têmpera e partição (T&P) e austêmpera no aço fundido e no ferro fundido nodular.
- Determinar as temperaturas de têmpera e partição que apresentam a melhor resistência mecânica e boa ductilidade segundo os resultados obtidos nos ensaios de tração e tenacidade.
- Avaliar a viabilidade de produção de ferro fundido nodular de alta resistência por têmpera e partição (T&P) perante os resultados obtidos, em comparação com o especificado em norma para a produção de ferro fundido nodular e ferro fundido nodular austemperado (ADI).
- Avaliar parâmetros operacionais de produção na aplicação de T&P em condições de laboratório, utilizando procedimento para tratamento térmico de T&P convencional (dois fornos) e em um único forno (rampa).



### **3 Revisão Bibliográfica**

Este capítulo apresenta aspectos que contextualizam os objetivos do trabalho e está dividido em três seções. Na primeira seção (seção 3.1), são apresentados alguns conceitos básicos. Na segunda seção (seção 3.2) constam informações sobre o tratamento térmico de têmpera e partição.

Na seção seguinte (seção 3.3), demonstram-se características como microestrutura e comportamento mecânico dos ferros fundidos nodulares processados por T&P.

#### **3.1 Diagrama de equilíbrio ferro-carbono**

O diagrama ferro-carbono apresentado na figura 3.1 é base de estudos para aços e ferros fundidos para determinação das fases e microconstituintes das ligas ferrosas. As ligas de ferro-carbono contendo até 2% de carbono são classificadas como aços, e as que possuem teores superiores a 2% são classificadas como ferro fundido.

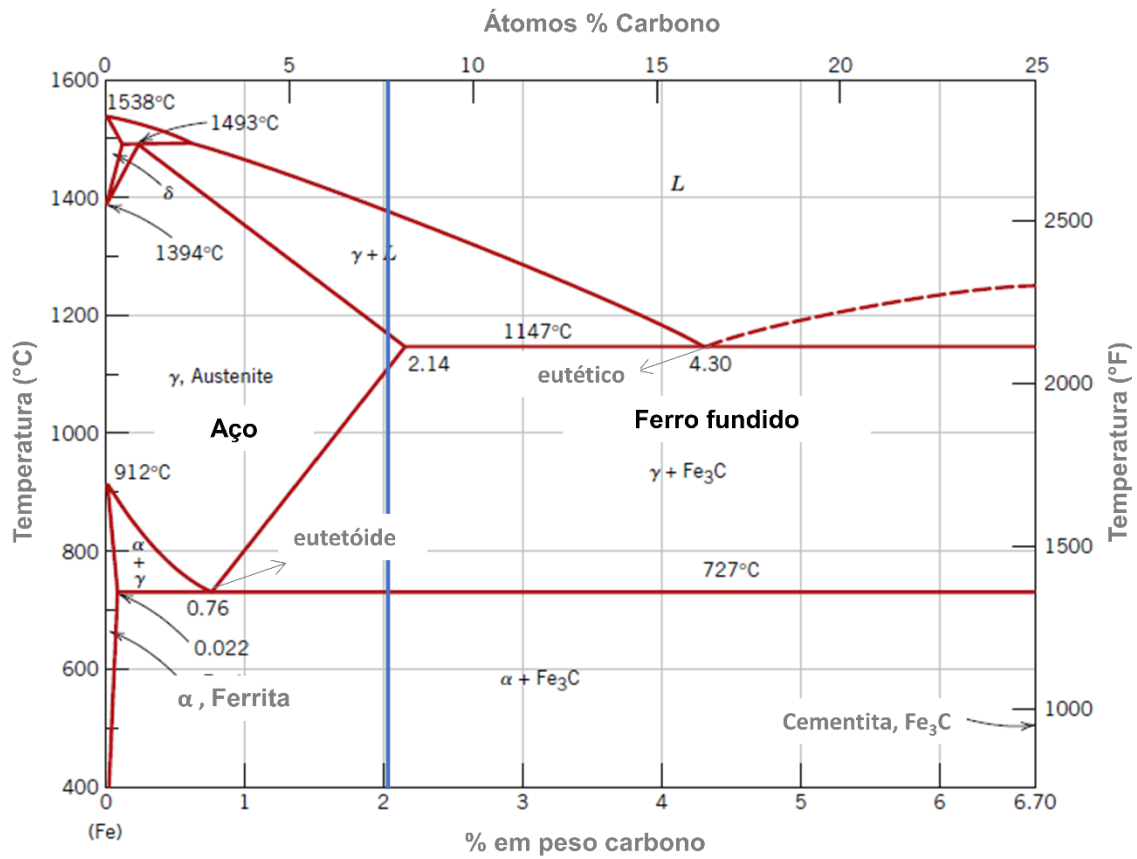


Figura 3.1: Diagrama de fases Fe-C. Adaptado da referência Smithells Metals Reference Book, pag.157 (EQUILIBRIUM DIAGRAMS, 2004).

### 3.1.1 Ferro fundido nodular

Os ferros fundidos são ligas ternárias a base de Fe-C-Si, podendo conter ainda Mn, S e P, com a possibilidade de adição de outros elementos de liga que modificam a estrutura e as propriedades mecânicas. Os elementos de liga influenciam no campo de estabilidade de fases do digrama Fe-C, modificando a composição do eutético e o modo de solidificação que pode ser estável ou metaestável (GUESSER, 2009). O ferro fundido nodular tem como característica apresentar a morfologia da grafita em forma de nódulos esferoidizados.

O ferro fundido nodular foi desenvolvido em 1949, quando H. Morrogh da Associação Britânica de ferro fundido (*British Cast Iron Association*), reportou como alterar a grafita

lamelar dos ferros fundidos cinzentos para forma nodular ou esférica (EQUILIBRIUM DIAGRAMS, 2004).

### 3.1.2 Aços

O aço é uma liga ferro-carbono com teores de carbono variando de 0,08 a 2% em massa, podendo conter concentrações de elementos de liga que são adicionados para melhorar as propriedades mecânicas (VICENTE CHIAVERINI, 2002). Os aços podem ser classificados segundo a concentração de carbono em massa como: baixo (abaixo de 0,3% C, médio (de 0,3 a 0,6% C), e alto (acima de 0,6% C).

Na busca de redução da emissão de gases poluentes na indústria automobilística, o aço vem perdendo espaço com o avanço de ligas de alumínio e polímeros reforçados. Este fato tem contribuído para o desenvolvimento de novos aços, de alta resistência e consideráveis níveis de tenacidade e ductibilidade. Sendo mais resistentes, estes aços podem ser aplicados em elementos estruturais menos robustos, reduzindo o peso e emissão de gases poluentes.

### 3.2 Tratamento de Têmpera e Partição (T&P) em aço

O ciclo térmico do processo de T&P, originalmente aplicado a aços conformados é ilustrado na figura 3.2. O aço é austenitizado acima da temperatura  $A_{c3}$  (considerando aços baixo carbono típicos dos AHSS, 3ª geração), tendo a austenita com carbono ( $C_{\gamma}$ ) igual ao teor de carbono do aço ( $C_i$ ). Posteriormente, o aço é resfriado até a temperatura de têmpera TT, temperatura entre as de início da formação de martensita ( $M_i$ ) e de fim da transformação da austenita para martensita ( $M_f$ ). A temperatura TT é selecionada em função da quantidade de martensita almejada, sendo o restante da matriz constituída de austenita. Nesta etapa, o teor de carbono da martensita ( $C_M$ ) é igual a ( $C_{\gamma}$ ) e ( $C_i$ ). O tempo em TT é o mínimo para que a peça esteja com toda a sua massa na mesma temperatura. Na sequência opcionalmente, o aço é aquecido até TP, temperatura a qual foi escolhida para a partição do carbono que se difunde a partir da martensita supersaturada para a austenita. Então, ( $C_{\gamma}$ ) torna-se maior que ( $C_i$ ) e, por consequência ( $C_M$ ) é menor que ( $C_i$ ).

Torna-se importante nesta etapa (TP) que o carbono rejeitado da martensita não forme carbonetos para que possa estabilizar a austenita. Ressalta-se que o elemento silício, pode ser um elemento de liga para evitar a formação de carbonetos nesta etapa do tratamento térmico dos aços. No caso dos ferros fundidos nodulares, o silício já é utilizado geralmente em teores acima de 2% em massa para evitar a solidificação metaestável. Retornando à figura 3.2 o aço é resfriado até a temperatura ambiente. Neste último resfriamento pode ser que a austenita se transforme em martensita, neste caso o aço terá na temperatura ambiente martensita não revenida, que é prejudicial às propriedades mecânicas. Esta transformação ocorrerá se a quantidade de carbono particionada para a austenita não for suficiente para estabilizar a mesma. A elevação do carbono na austenita diminui a temperatura ( $M_i$ ) para valores abaixo da temperatura ambiente (TAUB et al., 2019).

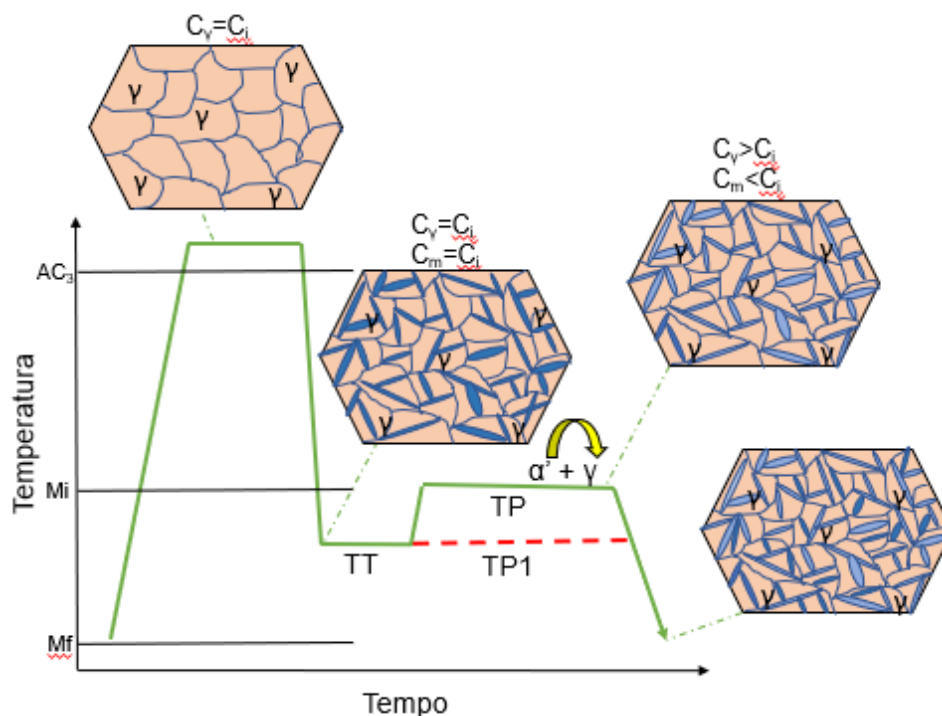


Figura 3.2: Esquema do processamento T&P. TT é a temperatura de têmpera e TP a de partição.  $Ac_3$  é a temperatura mínima para a formação da matriz austenítica.  $M_i$  e  $M_f$  são as temperaturas de início e final de transformação da martensita.  $C_i$ ,  $C_\gamma$  e  $C_M$  são indicadores das porcentagens de carbono no aço inicial, na austenita e na martensita,

respectivamente. Adaptado da referência Matlock *et al* (MATLOCK; BRÄUTIGAM; SPEER, 2003).

A microestrutura multifásica obtida por meio do processo de T&P composta por ferrita, martensita e austenita retida, permite a combinação de resistência e ductilidade (LI et al., 2021; TISZA, 2021). A quantidade de austenita retida é influenciada por diversos fatores: como a composição química do material, morfologia e tamanho do grão inicial de austenita, outras fases presentes na microestrutura, da temperatura de têmpera e da temperatura de partição (CHEN et al., 2021; HE et al., 2013; SHEN et al., 2015; SONG et al., 2016; XIONG et al., 2013).

Com a introdução do tratamento de T&P, diversas variações desse tratamento têm sido propostas. No tratamento de T&P procura-se evitar a precipitação de carbonetos durante a etapa de partição, com a adição de Si ou Al para estabilização da austenita. Hsu *et al* (HSU; XU, 2007), propôs uma variação do tratamento de T&P com o intuito de aumentar a resistência do aço por meio da precipitação de carbonetos, chamada de têmpera-partição-revenimento (QP&T). Para tanto é adicionada à composição química elementos como nióbio, molibdênio ou vanádio para a formações de carbonetos estáveis e ou refinamento dos grãos. Nesta variação é importante que o teor de carbono seja maior devido ao aumento de consumo pela precipitação dos carbonetos.

O tratamento de QP&T aplicado em um aço 0,485% C, 1,195% Mn, 1,185% Si, 0,985% Ni, 0,21% Nb possibilitou a obtenção de uma tensão de ruptura de 2000 MPa com alongamento de 10%. Estes resultados se devem a microestrutura composta por finas ripas de martensita, filmes de austenita estável e uma dispersão uniforme de carbonetos (HSU; JIN; RONG, 2013; WANG; ZHONG; WANG, 2009).

Outra variação é o tratamento de Têmpera e Partição com formação Bainítica (BQ&T) que têm o objetivo de obter uma microestrutura multifásica contendo bainita, martensita, austenita retida e martensita nova (*fresh martensite*) (GAO et al., 2014, 2017; ZHAO et al., 2015). Esta martensita nova é formada a partir da austenita pobre em carbono após a etapa de partição no resfriamento final. Esta martensita é frágil podendo comprometer as

propriedades mecânicas, quando em grande quantidade (GAO et al., 2014, 2017; ZHAO et al., 2015).

Carmo (2011), apresentou um trabalho pioneiro no Brasil na obtenção de aço fundido (0,81%C, 1,35%Si, 2,13%Mn, 1,03%Cr, 0,56%Ni) austemperado, com bainita livre de carbonetos e elevada resistência mecânica (CARMO, 2011). Os elementos de liga e em especial o teor de carbono, foram usados com o intuito de possibilitar uma baixa temperatura de início de formação de martensita ( $M_i$ ). Isto é importante para possibilitar a austêmpera em baixa temperatura e conseqüentemente ter uma microestrutura bem refinada, composta de ferrita bainítica com austenita estabilizada, como mostrado na figura 3.3. Carmo (2011) obteve resistência à tração acima de 2 GPa com alongamento em torno de 2% para aços austemperados a 200°C com tempos de manutenção maiores que 168 horas (07 dias). Já o aço com tratamento isotérmico a 300°C por 18 horas apresentou resistência à tração entre 1685 e 1691MPa, resistência ao escoamento entre 1509 e 1521MPa e alongamento entre 14 e 15% (CARMO, 2011). Uma desvantagem inerente desse projeto é a necessidade de longos tempos de austêmpera.

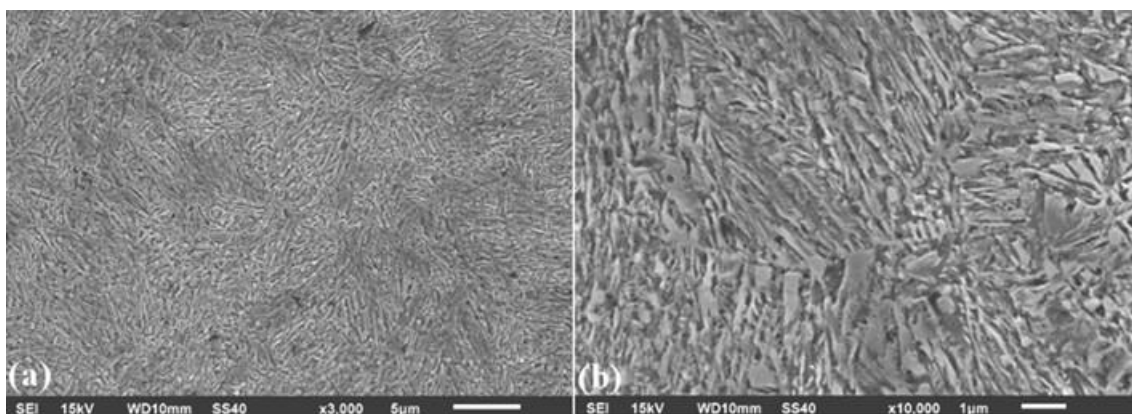


Figura 3.3: Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) do aço austemperado a 200°C por 240 h em a) ampliação 3000 vezes e b) ampliação 10000 vezes. Adaptado da referência CARMO (2011).

Geralmente os aços tratados por T&P passam por conformação mecânica, há poucos estudos envolvendo aços fundidos sem uma atmosfera controlada durante a fusão (DE OLIVEIRA et al., 2020; MAHESWARI et al., 2014; ZHOU et al., 2016). Os aços

conformados mecanicamente geralmente possuem melhores propriedades mecânicas, como resistência e tenacidade, estruturas mais refinadas e com menos segregações no estado bruto de conformação; o que normalmente não ocorre com os aços fundidos que exigem um tratamento térmico de homogeneização ou de normalização. Porém, as melhores combinações de propriedades mecânicas dos aços conformados são limitadas a componente de menor espessura e geometria simples. Já o processo de fundição se destaca pela possibilidade de obtenção de componentes mecânicos e estruturais de geometrias complexas e dimensões variadas com formas praticamente definitivas.

Maheswari *et al* (2014), estudaram a influência dos elementos químicos em três aços fundidos com baixo carbono submetidos a T&P (MAHESWARI et al., 2014). Após homogeneização, as amostras foram austenitizadas a 1000°C por 1 hora, têmpera em banho de sais a 240°C por 20 segundos e partição em um forno mufla a 350°C por 1 minuto. As microestruturas dos três aços eram compostas de feixes de martensita com filmes de austenita retida e são mostradas na figura 3.4. A melhor resistência mecânica obtida foi de 979 MPa com o menor alongamento de 7,45%, cujo aço tinha os maiores teores de C, Si e Al e menor teor de Mn (MAHESWARI et al., 2014). Os autores concluíram que a combinação da morfologia da austenita, e o grau de contiguidade das fases, promovem a melhor combinação de resistência e ductilidade.

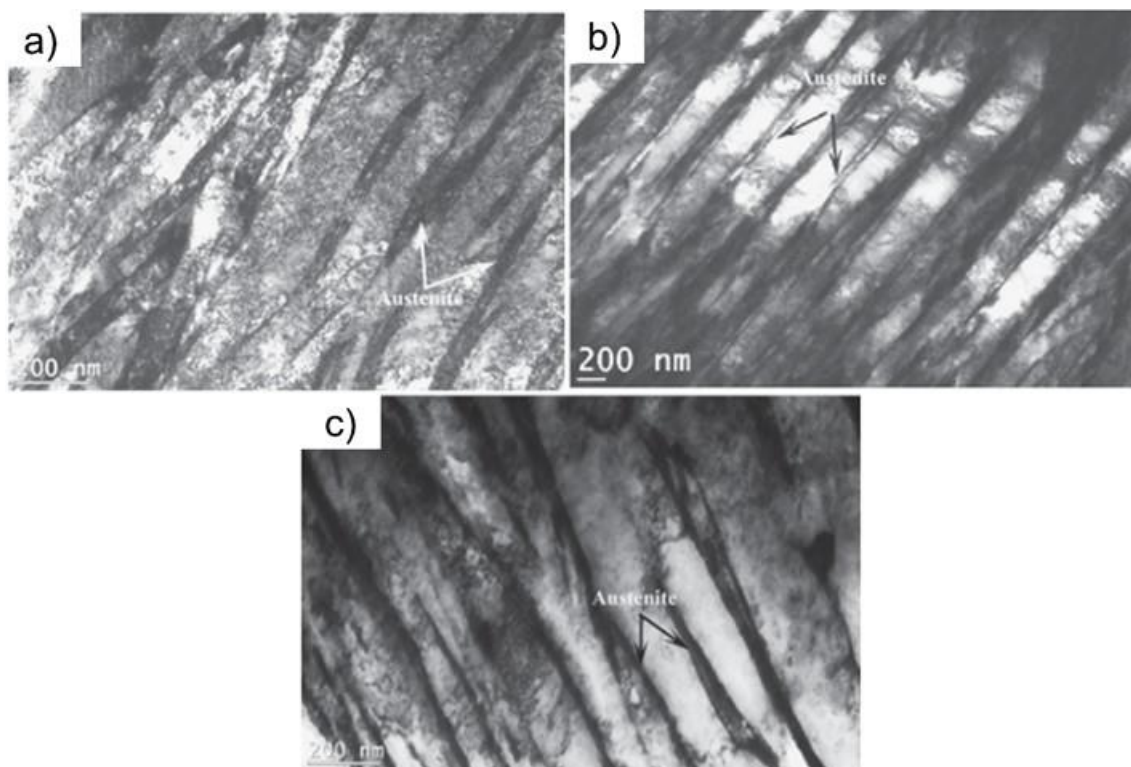


Figura 3.4: Imagens obtidas por microscopia eletrônica de transmissão mostrando os feixes de martensita e austenita em imagens de campo claro: a) aço 0,29%C, 1,22%Mn, 1,65%Si, 1,62%Al; b) aço 0,26%C, 1,57%Mn, 1,06%Si, 0,98%Al; c) aço 0,22%C, 1,85%Mn, 0,41%Si, 1,46%Al. Adaptado da referência Maheswari *et al* (MAHESWARI *et al.*, 2014).

Zhou *et al* (2016), estudaram o comportamento ao desgaste de um aço fundido 0,33%C, 1,65%Si, 1,45%Mn, 0,69%Cr, 0,33%Mo, 0,09%V (ZHOU *et al.*, 2016). As amostras foram austenitizadas a 900°C por 30 minutos, submetidas a têmpera por 5 minutos em diferentes temperaturas (100, 150 e 200°C); e particionamento a 300, 350 e 400°C por 5, 10 e 30 minutos. Os autores demonstraram a influência dos parâmetros de temperaturas de têmpera, temperaturas de partição e tempos de partição nas propriedades mecânicas. O limite de resistência variou de 1490 a 1730 MPa, enquanto a resistência ao impacto de 24 a 14,2J. As menores temperaturas de têmpera propiciaram melhores combinações de resistência e tenacidade. Os teores de Cr e Mo propiciaram a precipitação de carbonetos, que levou a redução da quantidade de austenita com o aumento do tempo de partição. A presença de carbonetos contribuiu para a maior resistência ao desgaste deste aço (ZHOU *et al.*, 2016).



Oliveira *et al* (2020), avaliaram os efeitos da austêmpera a baixa temperatura e dos tratamentos térmicos de têmpera e partição na evolução da microestrutura, estabilização da austenita e resistência ao desgaste adesivo em aços médio carbono com e sem nióbio (OLIVEIRA *et al.*, 2020). Os tratamentos de austêmpera foram a 310 e 360°C por 1 a 3 horas com resfriamento ao ar produzindo uma microestrutura composta de bainita e blocos de martensita/austenita. O aumento do tempo de austêmpera não influenciou de forma significativa a quantidade de austenita retida. Nos tratamentos de T&P, a têmpera foi conduzida abaixo da temperatura de transformação da martensita ( $M_i$ ) que foi de 264°C para a composição sem nióbio e 314°C com nióbio. A etapa de partição foi realizada acima da temperatura de  $M_i$  por 10 e 60 minutos. Os tratamentos de T&P apresentaram uma microestrutura composta de martensita, bainita e carbonetos. Com o aumento do tempo de partição houve redução da quantidade de austenita devido ao baixo teor de carbono do aço que não foi suficiente para estabilizar a austenita, a formação de carbonetos e o efeito do nióbio. Os aços tratados por T&P tiveram um desempenho inferior aos austemperados no ensaio de desgaste que possuíam um maior teor de austenita (OLIVEIRA *et al.*, 2020).

Nesta tese, optou-se por um aço fundido com baixo teor de carbono (0,27% em massa) próximos aos aços avaliados por Maheswari *et al* (2014) e Zhou *et al* (2016) (MAHESWARI *et al.*, 2014; ZHOU *et al.*, 2016). Então, os aços fundidos foram processados por T&P e austêmpera para comparação dos resultados. O intuito é a obtenção de elevadas resistências mecânicas mais próximas às obtidas em aços de elevado carbono (0,8 – 1,0%C) austemperados, porém com menores tempos de tratamento térmico.

### **3.3 Têmpera e partição em ferro fundido nodular**

O ferro fundido nodular é caracterizado por alta resistência à tração, boa usinabilidade, alta resistência à fadiga, resistência ao desgaste e à oxidação, além de um menor custo em relação a aços. As propriedades dos ferros fundidos nodulares permitem que eles sejam usados efetivamente em uma ampla gama de aplicações industriais, por exemplo: engrenagens, válvulas hidráulicas, cabeçotes, caixas de câmbio, carcaças de turbo

alimentador, carcaças de bombas e vários outros componentes automotivos (DU et al., 2021; KIRSCH; KYLING, 2021; MÉNDEZ et al., 2019; TAUB et al., 2019).

Melhorias nos processos e procedimentos da indústria de fundição buscam maximizar as propriedades mecânicas tendo em vista a concorrência entre materiais como aços forjados, ferros fundidos nodulares e ligas de alumínio. As adições de elementos de liga como alumínio, cromo, níquel são utilizadas para melhorar a resistência a fadiga, desgaste e corrosão em ferros fundidos nodulares. Silício e molibdênio são os elementos mais eficientes adicionados aos ferros fundidos nodulares SiMo para melhorar a eficiência em componentes de trabalho a alta temperatura (EBEL et al., 2018; STAWARZ; NUCKOWSKI, 2020).

O ferro fundido nodular vem sendo utilizado em substituição a aços, uma vez que garante também alta resistência e ductilidade, como por exemplo, o ferro fundido nodular austemperado (ADI) em componentes de transmissão (LABRECQUE; GAGNÉ, 1998). O ADI representa a aplicação do conceito de austêmpera, originalmente dos aços, com o diferencial de que a bainita formada é livre de carbonetos devido aos teores de silício mais elevados. Esta microestrutura permite uma combinação de propriedades mecânicas excepcionais, possibilitando aplicações para o ADI com elevado desempenho, tanto para componentes mecânicos e estruturais quanto para a linha de resistência ao desgaste abrasivo. A grafita esferoidal presente nos ferros fundidos nodulares reduzem o coeficiente de atrito melhorando a resistência ao desgaste (DU *et al.*, 2020, 2021). O ADI pode apresentar limite de resistência de 800 a 1800 MPa com alongamento variando de 1 a 18% (DU *et al.*, 2020; FELIPE DIAS *et al.*, 2012; PUTATUNDA *et al.*, 2009).

O processamento (T&P) aplicado ao ferro fundido nodular mostra que se pode obter um limite de resistência comparável ao ADI e aos de aços (MELADO et al., 2017; NISHIKAWA et al., 2019a; SILVA et al., 2014), devido a microestrutura obtida composta por martensita, ferrita bainítica e austenita retida.

Silva (2013), avaliou o tratamento de T&P em ferros fundidos nodulares considerando duas variações de composição química (3,49% C, 2,22 Si, 0,24% Mn, 0,03% Cr, 0,49%

Cu, 0,01%Ni, 0,043% Mg e 3,48% C, 2,89 Si, 0,52% Mn, 0,03% Cr, 0,50% Cu, 0,013%Ni, 0,05% Mg (SILVA, 2013). A temperatura de têmpera foi de 160°C por 2 minutos, partição a 300, 375 e 450°C por 2 a 180 minutos. O limite de resistência variou de 728 a 1293 MPa e alongamento de 0,7 a 4,7% com número de nódulos de 122 e 163 nódulos/mm<sup>2</sup>. Segundo Silva *et al* (2014), as propriedades mecânicas de ferro fundido nodular processados por T&P estão relacionadas a ferrita bainítica, austenita retida e martensita de baixo e alto carbono (SILVA et al., 2014). A martensita de alto carbono presente nos contornos de células mostrada na figura 3.5, é formada no final do tratamento térmico e se deve a regiões com austenita que não foram enriquecidas suficientemente com carbono não alcançando estabilidade térmica durante a etapa partição. Essa martensita com alto carbono é denominada como martensita nova (fresh martensite) que devido às tensões residuais e elevado grau de dureza fragiliza o material. Segundo Silva (2013), a formação da martensita nova é favorecida pela segregação de elementos químicos como o Mn durante a solidificação e ao enriquecimento insuficiente de carbono da austenita nessas regiões. Conforme Silva *et al* (2013), a seleção ideal das temperaturas de têmpera e partição propiciam a melhor combinação de propriedades mecânicas (SILVA, 2013).

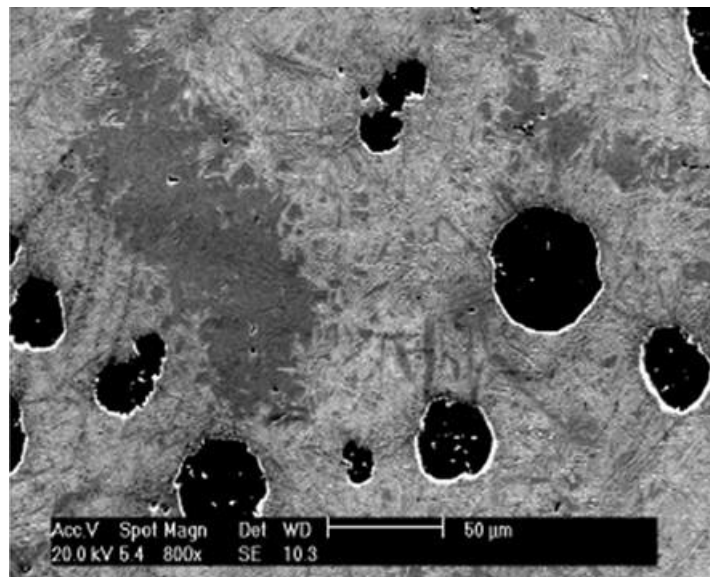


Figura 3.5: Imagem de microscopia eletrônica de ferro fundido nodular processado por T&P, destacando a martensita de alto carbono (região mais escura) entre as células

eutéticas após tratamento de T&P em ferro fundido nodular. Adaptado da referência (SILVA, 2013).

Nishikawa *et al* (2016), estudaram o ferro fundido nodular com 3,60% C, 2,20% Si, 0,60% Mn, tratados por T&P (têmpera 145°C, partição 375°C por 30 minutos), composição química utilizada para produção de bielas (NISHIKAWA *et al.*, 2016). A microestrutura obtida é representada na figura 3.6 e foi composta de martensita, bainita e austenita retida. Obteve um aumento em cerca de 15% no limite de resistência e por volta de 13% na dureza do material comparado ao ADI convencional. Os autores mostraram que o tratamento de T&P pode ser aplicado em escala industrial em ferros fundidos nodulares a fim de melhorar suas propriedades mecânicas.

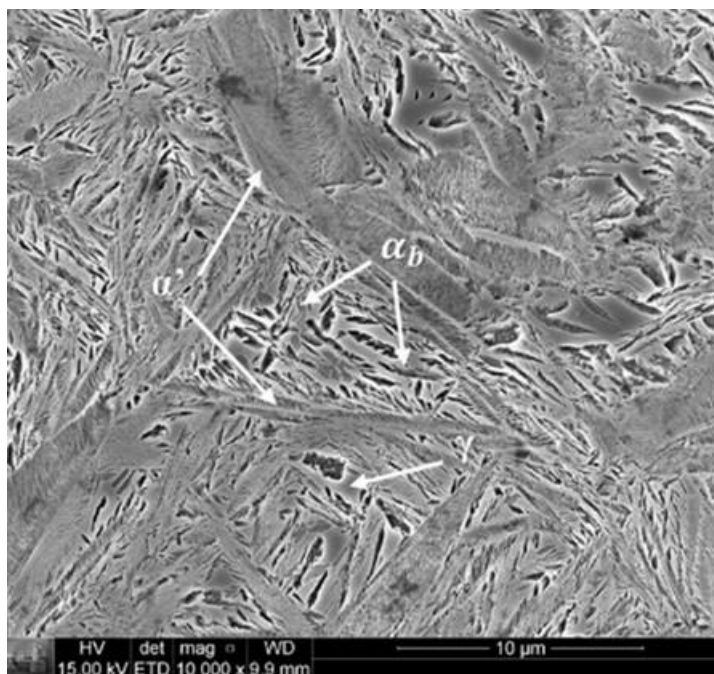


Figura 3.6: Imagem de microscopia eletrônica do ferro fundido nodular processado por T&P, onde  $\alpha'$  representa a martensita e  $\alpha_b$  a ferrita bainítica. Adaptado da referência (NISHIKAWA *et al.*, 2016)

Melado *et al* (2017/2018), avaliou um ferro fundido nodular 3,47% C, 2,47% Si, 0,20% Mn, 0,38% Cu, tratado por T&P (MELADO *et al.*, 2017, 2018). As temperaturas de têmpera consideradas foram de 140 e 170°C, e as temperaturas de partição de 300 e 375°C com os tempos de partição de 15, 60 e 120 minutos (MELADO, 2018; MELADO *et al.*,

2017). Com o intuito de obter uma microestrutura mais uniforme evitando as segregações entre os contornos das células eutéicas, foi realizado o tratamento de inoculação *in mold*. Este método garantiu uma elevada contagem de número de nódulos de cerca de 416 nódulos por mm<sup>2</sup>. O ferro fundido nodular com têmpera realizada a 140°C seguida de partição a 300°C por 120 minutos, apresentou limite de resistência de 1749 MPa e alongamento de 2,4%. No tratamento com têmpera realizada a 140°C seguida de partição a 375°C por 120 minutos, foi obtido um limite de resistência de 1613 MPa e alongamento de 4,5%. O tratamento de têmpera realizada a 170°C seguido de partição a 300°C por 120 minutos, apresentou limite de resistência de 1619 MPa e alongamento de 6,2%. O tratamento de têmpera realizada a 170°C seguida de partição a 375°C por 120 minutos, apresentou limite de resistência de 1493 MPa e alongamento de 7,3%.

Conforme Melado *et al* (2017), menores temperaturas de têmpera (140°C) proporcionam microestruturas de maior resistência mecânica; e maiores temperaturas de partição (375°C) favorecem a obtenção de maior alongamento (MELADO *et al.*, 2017).

Melado (2018), avaliou também a tenacidade ao impacto nos ferros fundidos nodulares, os valores variaram de 61,1 a 81,2 J com a temperatura de têmpera de 170°C, independente do tempo de partição (MELADO *et al.*, 2017). Este comportamento se deve a menor fração volumétrica de martensita (40%) e austenita mais estável.

Na etapa de partição parte do carbono das placas de martensita difunde para a austenita e outra parte se precipita como carbonetos de transição. O aumento da dureza da martensita contribuiu para o aumento da resistência mecânica, mas reduziu a tenacidade à fratura na temperatura de partição a 140°C (MELADO *et al.*, 2017).

Uma microestrutura composta de filmes de austenita retida entre feixes de ferrita bainítica, que são formadas em temperaturas mais elevadas contribuem para uma maior tenacidade (GOLDENSTEIN; AARONSON, 1990; PANNEERSELVAM *et al.*, 2015; RAO; PUTATUNDA, 1997). As amostras particionadas em temperaturas elevadas (375°) apresentaram maiores valores de tenacidade à fratura. Na figura 3.7 são apresentadas as microestruturas obtidas na tese de Melado (2018) nas condições por ele estudadas,

compostas de placas de martensita formadas na etapa de têmpera, ferrita bainítica formada na etapa de partição. Devido ao elevado número de nódulos e baixos teores de elementos de liga não foi notado a presença de carbonetos ou grandes áreas de martensita nova.

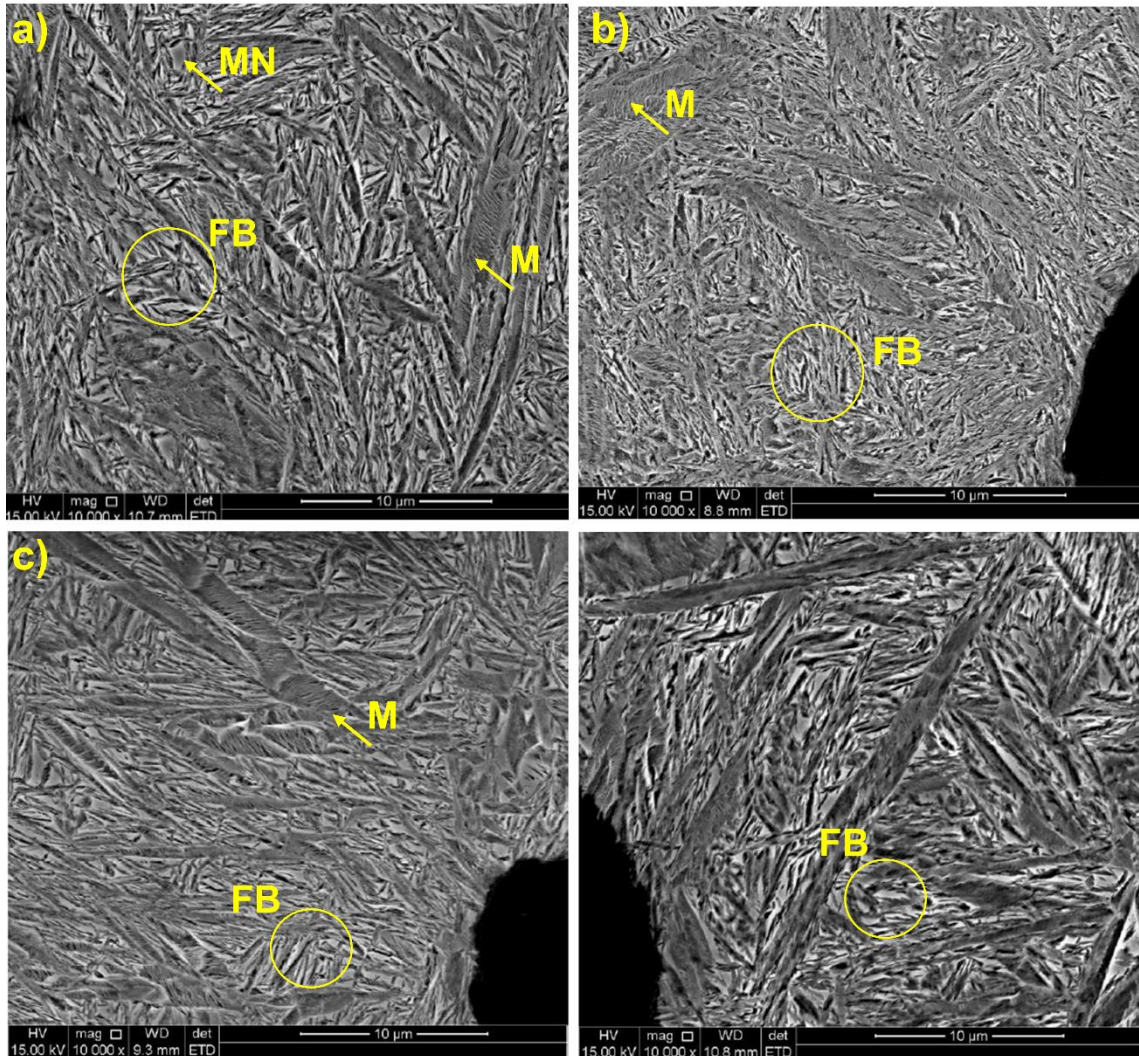


Figura 3.7: Imagens de microscopia eletrônica do ferro fundido nodular tratado por T&P com 120 minutos de partição, onde M é a martensita particionada, MN é martensita nova, e o círculo amarelo indica a ferrita bainítica: a) Temperatura de têmpera 140°C partição a 300°C; b) Temperatura de têmpera 140°C partição a 375°C; c) Temperatura de têmpera 170°C partição a 300°C; d) Temperatura de têmpera 170°C partição a 375°C. Adaptado da referência (MELADO, 2018a).

No trabalho de Zhao *et al* (2016), o ferro fundido nodular com 3,72% C, 2,34% Si, 0,27% Mn, 0,68% Cu, foi submetido a têmpera a 160°C por 2 minutos e partição a 300°C por

10 a 180 minutos, afim de avaliar a evolução da microestrutura no processamento T&P (ZHAO et al., 2016). A microestrutura na condição fundida apresentou cerca de 280 nódulos por  $\text{mm}^2$ . Com o aumento do tempo de partição, observou-se a redução de carbono na martensita devido a precipitação de carbonetos e difusão de carbono para a austenita, levando a menor resistência a tração e maior alongamento. A melhor combinação entre resistência à tração e alongamento foi de aproximadamente 1500 MPa e 2,3% respectivamente, para o tempo de 120 minutos de partição conforme observado na figura 3.8.

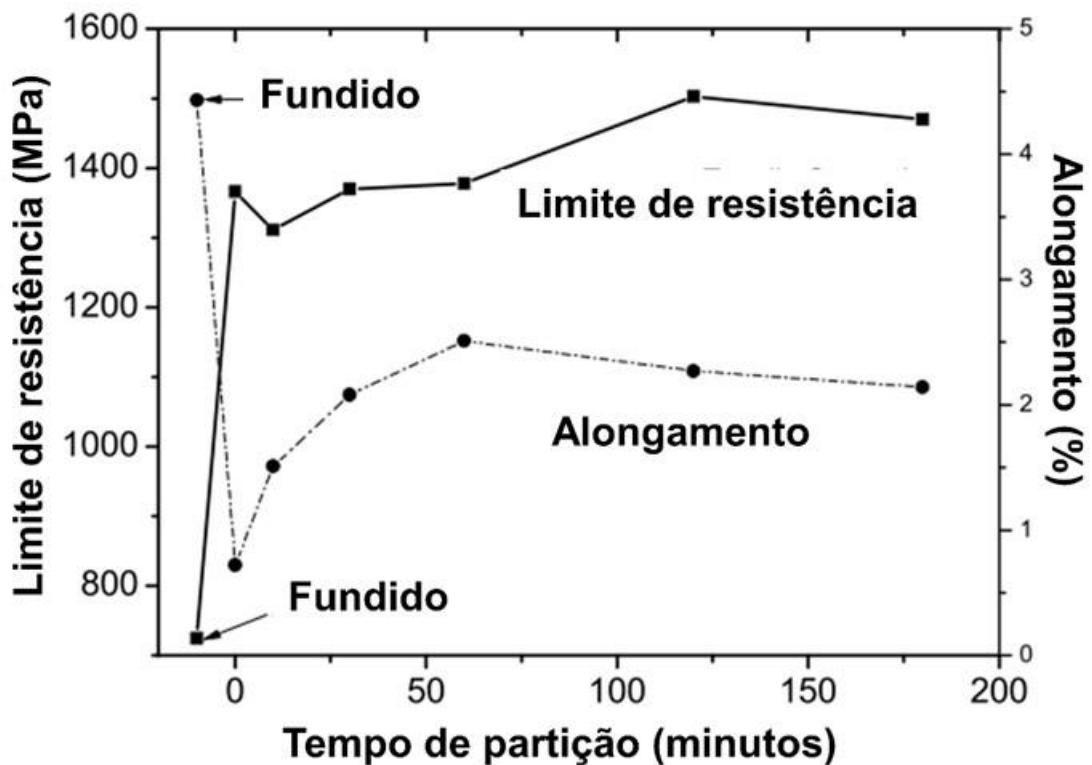


Figura 3.8: Limite de resistência x alongamento em relação ao tempo de partição de ferro fundido nodular tratado por T&P. Adaptado da referência (ZHAO et al., 2016)

Dong *et al* (2021) analisaram o efeito têmpera a  $180^{\circ}\text{C}$  por 5s e partição a  $190^{\circ}\text{C}$  por 8 horas, em um ferro fundido nodular com composição química de 3,50% C, 2,50% Si, 0,20% Mn, 0,7% Ni, 0,25% Mo, 0,75% Cu, com intuito de avaliar o efeito da microestrutura obtida nas propriedades mecânicas (DONG *et al.*, 2021). Esses autores obtiveram 994 MPa de resistência à tração, 739 MPa de limite de escoamento e 1% de



alongamento. Segundo os autores as propriedades mecânicas foram baixas porque o tempo de 8 horas não foi suficiente para completar a transformação bainítica uma vez que a velocidade de migração dos átomos de carbono da martensita inicial para estabilizar a austenita é muito baixa a 190°C. As temperaturas de tratamento térmico de têmpera e de partição selecionadas pelos autores foram muito próximas da temperatura de transformação martensítica que foi de 200°C (DONG *et al.*, 2021). Além disso, os blocos de austenita que se transformaram em martensita nova no resfriamento, fragilizaram a microestrutura do material (figura 3.9).

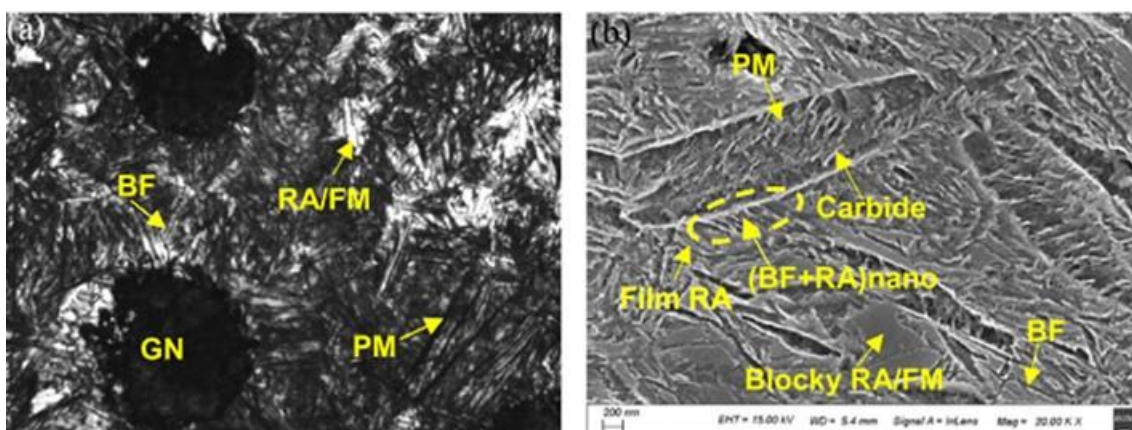


Figura 3.9: Ferro fundido nodular tratado por T&P, onde PM é martensita formada na etapa de têmpera, FB - ferrita bainítica, RA - austenita retida, FM-martensita nova, GN-grafita, Film RA são filmes de austenita retida, blocky RA/FM são blocos de austenita retida/Martensita nova, carbide são carbonetos: a) Imagem obtida por microscopia óptica; b) Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura. Adaptado da referência (DONG *et al.*, 2021)

Em aços tratados por T&P, adicionam-se elementos como Si, Al para atrasar a precipitação dos carbonetos (SPEER *et al.*, 2004). Os ferros fundidos nodulares contêm teores de silício propícios ao tratamento por T&P. O processamento por T&P se assemelha ao tratamento de austêmpera em ADI por apresentar a etapa isotérmica na transformação da bainita (PUTATUNDA, 2001; YANG; PUTATUNDA, 2004a). A diferença entre ADI e T&P em ferro fundido nodular é que a temperatura de austêmpera para ADI é acima de  $M_i$ , sendo assim não há formação de martensita, considerando que



a austenita foi adequadamente estabilizada evitando sua transformação em martensita no resfriamento após o tratamento isotérmico.

## **4 Material e Métodos : aço fundido e tratado termicamente por têmpera e partição (T&P)**

Neste capítulo serão apresentados os materiais e métodos utilizados no experimento que foi realizado com o intuito de se obter um aço fundido e com tratamento térmico isotérmico que combine alta resistência mecânica e tenacidade. Os resultados serão publicados no artigo “*Design of Advanced High Strength Cast Steel.*”

### **4.1 Produção do aço fundido**

A elaboração do aço foi realizada em forno à indução de média frequência, marca Inductotherm, cujo cadinho tem capacidade para 120 kg. A elaboração foi realizada ao ar, ou seja, sem atmosfera controlada. A carga foi constituída de 97,3% de sucata de aço; 1% de FeMn de alto carbono; 1% de FeSi 75%; 0,05% de FeV45% para o refino de grão e 0,15% de CaSi70% para a desoxidação. Foram vazados blocos do tipo Keel conforme a norma ASTM A781. Este bloco se aplica para a retirada de corpos de prova para teste de tração e de impacto.

Na tabela IV-1 está apresentada a composição química do aço estudado neste trabalho. O aço elaborado neste trabalho é uma liga de baixo carbono em relação ao teor de carbono usualmente utilizado em aços nanoestruturados (CARMO, DENILSON JOSÉ DO; ARAÚJO, JEAN CHAVES; SANTOS, 2009). O teor de silício utilizado foi no intuito de induzir a formação de austenita retida adiando a formação de carbonetos na transformação bainítica. O silício é considerado um retardador da formação de carbonetos, favorecendo assim o enriquecimento de carbono da austenita durante a formação da bainita aumentando a fração de austenita retida (GIRAULT et al., 2001). A adição de cromo e manganês foi para melhorar a temperabilidade e diminuir a temperatura de transformação da martensita e bainita (LI et al., 2020; LONG; ZHANG; ZHANG, 2017). O manganês é um elemento de liga frequentemente usado em aços industriais devido ao baixo custo. O molibdênio eleva a temperabilidade bainítica e evita a formação de carbonetos fragilizantes na etapa de transformação isotérmica (LI et al., 2020; LU et al., 2018). O

fósforo e o enxofre foram mantidos em teores residuais para evitar fragilização do aço (CABALLERO; BHADESHIA, 2003).

Tabela IV 1: Composição química do aço fundido (% em peso).

C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Co	Ca	V	P	S
0,28	2,20	1,15	1,91	0,29	0,09	0,008	0,0011	0,0247	0,03	0,01

## 4.2 Diagrama de transformação isotérmica

Para a previsão do diagrama de transformação isotérmica, foi utilizado o software MAP\_STEEL\_MUCG83 [41], o resultado obtido está apresentado na figura 4.1. O software permitiu apresentar as curvas de início de transformação calculadas do diagrama tempo-temperatura-transformação (TTT) (Figura 4.1). As temperaturas de partida previstas para início de transformação da bainita (Bi) e martensita (Mi) são 493 °C e 334 °C, respectivamente. Ressalta-se através da figura 4.1 que a composição química do aço favoreceu a formação bainítica no tratamento térmico com separação das curvas de transformação perlítica na parte superior da figura e bainítica na parte inferior.

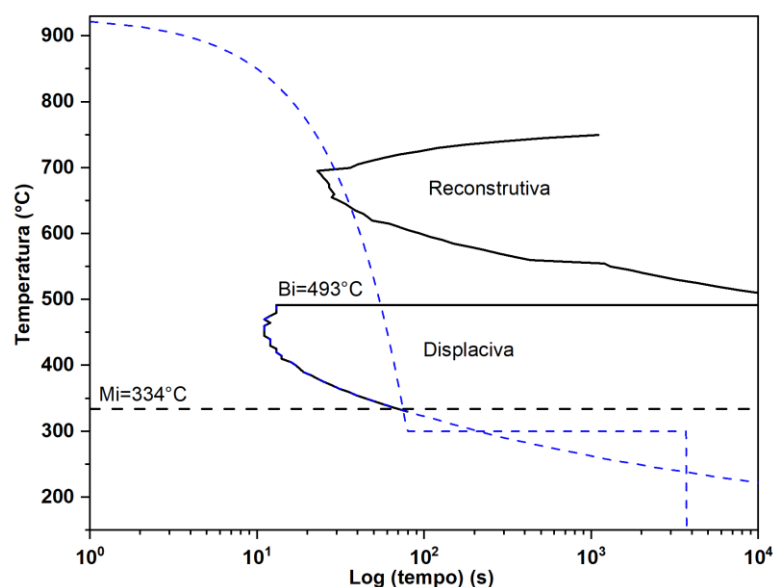


Figura 4.1: Diagrama esquemático das transformações isotérmicas utilizado o software MAP\_STEEL\_MUCG83. A linha tracejada de azul representa o resfriamento do aço fundido produzido nesta tese.

Os experimentos de dilatométrica foram realizados para determinar as temperaturas de transformação do aço, sendo as temperaturas críticas superior (A1) e inferior (A3) e as temperaturas de transformação inicial (Mi) e final (Mf) da martensita. Este tratamento consistiu em aquecimento a uma temperatura de austenitização a uma taxa de 8°C/s e resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 5°C/s. Os testes foram realizados em um dilatômetro Adamel Lhomargy DT1000 utilizando corpos de prova cilíndricos com 10 mm de comprimento e 2 mm de diâmetro. Os valores medidos de A3, A1, Mi e Mf foram 864°C, 832°C, 312°C e 230°C, respectivamente.

### **4.3 Tratamento térmico**

Os blocos do tipo Keel foram homogeneizados em tratamento térmico com aquecimento a 1150°C e manutenção nesta temperatura por 7 horas sendo posteriormente resfriados lentamente dentro do forno.

Foi definido um tratamento térmico de austêmpera com aquecimento na taxa de 150°C por hora até a temperatura de 930°C, com tempo de duas horas de encharque. Posteriormente, foi feito tratamento isotérmico na temperatura de 400°C, com manutenção de 2 horas em banho de sais. Com o mesmo ciclo, mesma taxa de aquecimento e manutenção da temperatura de encharque de 930°C do ciclo anterior, foi realizado outro tratamento de têmpera com partição a 300°C com manutenção de 2 horas em banho de sais. A figura 4.2 apresenta um esquema dos tratamentos térmicos realizados.

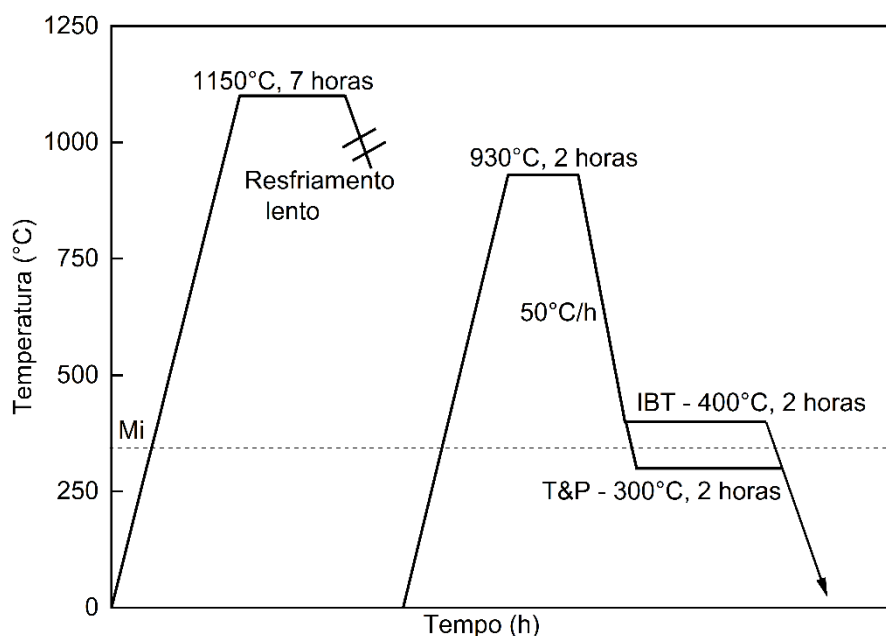


Figura 4.2: Rota de processamento dos tratamentos térmicos por T&P (têmpera e partição) e IBT (tratamento isotérmico bainítico).

Com base nos resultados preliminares fornecidos pelo diagrama de transformações e dilatometria, foram definidos os parâmetros para cada tratamento térmico. Esses tratamentos térmicos consistiram em austenitização seguida de têmpera rápida até a temperatura de retenção isotérmica a 400 °C (acima de  $M_i$ , rota térmica IBT) ou 300 °C (abaixo de  $M_i$ , rota térmica T&P). Em ambos os casos, a transformação bainítica ocorreu antes do resfriamento final à temperatura ambiente. A etapa de retenção isotérmica foi interrompida após 7200 segundos para obter uma mistura de bainita, austenita retida e martensita, conforme pode ser verificado no diagrama esquemático das transformações isotérmicas na figura 4.1.

A figura 4.3 mostra as curvas dilatométricas durante a transformação isotérmica e a determinação do tempo necessário para parar o tratamento térmico, que foi fixado no ponto em que a deformação dilatométrica atingiu um estado estacionário ou platô.

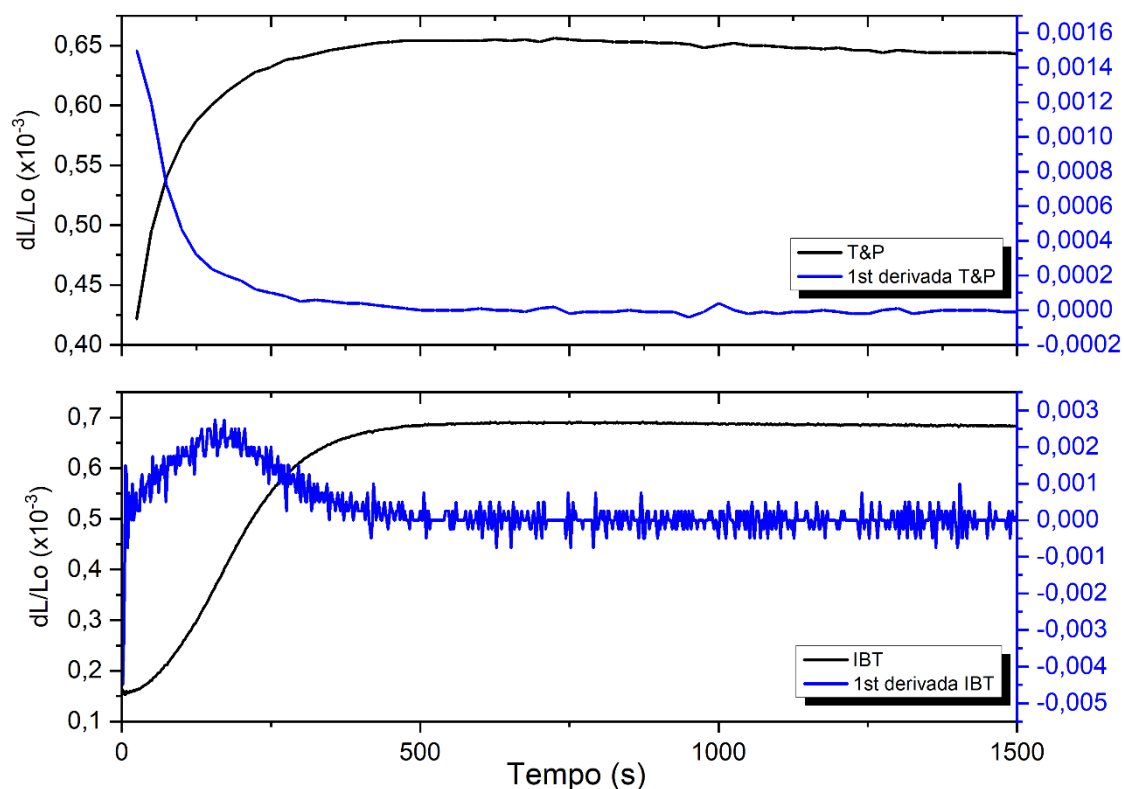


Figura 4.3: Comparação das curvas dilatométricas dos aços fundidos pelos tratamentos de IBT e T&P.

No tratamento térmico de T&P foi definido a temperatura de 300°C para realizar a têmpera e a partição. Quando a têmpera e partição são realizadas na mesma temperatura o processo é chamado de “*one step quenching and partitioning*” (DA SILVA et al., 2014b; KONG et al., 2017). A composição química definida para o aço fundido da tese permite a partição com formação bainítica na temperatura selecionada com tempo reduzido quando comparado por exemplo a tempos aplicados em aços nanoestruturados (CARMO, 2011).

#### 4.4 Caracterização Microestrutural

A caracterização microestrutural das amostras foi realizada por difratometria de raios-X (DRX), por microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET), posteriormente a adequada preparação das amostras.

#### 4.4.1 Caracterização por difração de raios-X

A quantificação de austenita do aço fundido e tratado por T&P foi obtida por meio de difração de raios-X. As amostras tinham dimensões de 10mm x 10mm x 5mm. A superfície para ensaio foi lixada até a granulometria de lixa #600 e polidas com pasta de diamante 9µm.

Os dados de difração de raios-X foram coletados de um difratômetro de raios-X Philips PANanalytical PW1710, usando radiação CuKα ( $\lambda$  Kα médio=1,54184 Å e Kα1=1,54056 Å), velocidade de varredura 0,02° 2θ/s, intervalo de varredura angular 2θ foi de 10° a 120°. Utilizou-se o difratômetro do Laboratório de Raios-X do Departamento de Engenharia Metalúrgica de Materiais da Escola de Engenharia da UFMG.

A identificação dos picos foi realizada por meio de comparação utilizando as cartas da base de dados *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD), com estrutura cúbica.

O método de quantificação através da integração dos picos foi utilizado para cálculo da austenita retida. O método utilizado é o descrito na literatura sob a norma ASTM E975 (ASTM, 2013), para quantificação da austenita retida em aços médio carbono, sendo descrito pela equação 4.1. A norma assume que as orientações das fases ferrita e austenita são aproximadamente randômicas, e cálculo deve ser feito utilizando somente um pico de austenita e um de ferrita como referências, os mais intensos destas, entretanto optou-se por utilizar mais picos das duas fases.

$$f^{\gamma} = 1 - f^{\alpha} = \frac{1}{n} \left\{ \frac{\sum_{R^{\gamma}} \frac{A^{\gamma}}{hkl}}{\sum_{R^{\gamma}} \frac{A^{\gamma}}{hkl} + \sum_{R^{\alpha}} \frac{A^{\alpha}}{hkl}} \right\} \quad (4.1)$$

Onde  $f^{\gamma}$  é a fração de austenita retida e  $f^{\alpha}$  é fração de ferrita retida. As áreas integradas sob os picos ( $A_{hkl}$ ) foram calculadas com auxílio do software Origin2021 com a função “*Analysis/Baseline and Peaks/Multiple Peaks Fit*”. O número de picos (n) utilizados para os cálculos foram (200), (211) para a fase ferrita, (200) e (220) para a fase austenita. Os valores para os coeficientes  $R_{hkl}$ , que contabilizam o efeito dos fatores que compõem o

cálculo da intensidade teórica dos picos de difração são tabelados pela norma ASTM E975-13.

Os cálculos de parâmetros de rede ( $a_0$ ) foram realizados em função da equação 4.2 (CULLITY, 2011) utilizando os valores de espaçamento entre planos ( $d_{h,k,l}$ ) fornecidos pela difração de raios-X. Desta forma foram obtidos os parâmetros de rede para os principais planos da austenita.

$$a_0 = d_{hkl} \times \sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)} \quad (4.2)$$

Onde  $a_0$  representa o parâmetro de rede da austenita em angstrom presente na liga, e  $d_{(h,k,l)}$  o espaçamento interplanar difratado medido por difração de raios-X. Como no difratômetro, vários ângulos de difração foram encontrados correspondente a fase austenita, utilizou-se do método de interpolação para determinar, o parâmetro de rede da austenita retida na liga.

Os valores do espaçamento entre planos e parâmetros de rede são relacionados com o ângulo de difração da Lei de Bragg. Conforme Cullity (2001), os valores tornam-se mais precisos quando o ângulo de difração  $\theta$  é máximo, havendo uma relação linear entre  $a_0$  e  $\text{sen}^2\theta$ . Sendo assim, o valor de  $a_0$  é mais preciso ao extrapolar o valor de  $\theta$  para  $90^\circ$ , este método é chamado de extrapolação.

Pela equação 4.3 é possível relacionar o parâmetro de rede da austenita retida ( $a_\gamma$ ) e o teor de carbono na austenita retida ( $C_\gamma$ ) (ROBERTS, 1953). Sendo assim, a partir da equação 4.2 onde se calculou o valor do parâmetro de rede ( $a_\gamma$ ), pode-se calcular o valor da concentração de carbono na austenita (ou seja, concentração do carbono na austenita retida ( $C_\gamma$ )) (equação 4.3).

$$a_\gamma = 0,3548 + 0,0044C_\gamma \quad (4.3)$$

Onde  $a_\gamma$  é o parâmetro de rede da austenita retida, em angstrom e  $C_\gamma$  é o teor de carbono da austenita retida em porcentagem em peso.



#### 4.4.2 Caracterização Microestrutural por microscopia

As amostras para a caracterização microestrutural foram preparadas por técnicas metalográficas de maneira convencional (corte, embutimento lixamento, polimento e ataque químico), utilizando lixas de silício (SiC) de granulometria: 240, 400, 1200 e acabamento especular com polimento final com pasta de diamante de 9, 3 e 1 $\mu$ m. As amostras foram embutidas a quente com resina termofixa (baquelite).

Os ataques químicos realizados sobre as superfícies polidas foram de Nital 2% e LePera que consistiu na mistura de metassulfato de sódio 1% e ácido pícrico 4% na proporção 1:1. A solução do LePera foi preparada imediatamente antes da sua utilização, e não foi empregada para mais do que quatro amostras. O ataque nas amostras foi de 10s para o material tratado isotermicamente a 400°C e de 12 segundos para o tratado a 300°C, seguidos de imersão em água por 2 minutos e secado ao ar frio.

As análises por microscopia óptica (MO) foram realizadas com o equipamento da marca Leica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola de Engenharia da UFMG. Também foi utilizado o equipamento do Centro Tecnológico de Fundação Marcelino Corradi (SENAI-CETEF) de Itaúna, marca PME OLYMPUS GX51 com referência na norma ABNT NBR 15454:2007.

As análises por microscopia eletrônica (MEV) foram realizadas em um equipamento modelo FEI-Inspect S50 do Departamento de Engenharia Metalúrgica de Materiais da Escola de Engenharia da UFMG.

As análises por Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) foram realizadas em um equipamento JEOL JEM-2100Plus na tensão de aceleração de 200 kV (JEOL®, Japão) do Centro de Inovação e Tecnologia CIT SENAI. O EDX foi realizado utilizando o detector X-Max 80T EDX SDD (Oxford Instruments®, Oxford, UK) acoplado ao MET e os resultados são analisados com o software AztecTEM® 4.3 (Oxford Instruments®, Oxford, UK). A preparação das amostra para MET foram realizadas usando o *Precision Ion Polishing System*. A partir da amostra recebida, foram preparados quadrados com 1

cm de borda. A análise da microestrutura foi realizada na região central dos quadrados. Quadrados com espessura original de  $\sim 50 \mu\text{m}$ . O polimento foi realizado por meio de um sistema de polimento iônico de precisão Gatan<sup>®</sup> (PIPS), equipado com microscópio óptico para monitorar a amostra durante o processo de moagem iônica. A moagem iônica inicial foi realizada com 6 kv Ar + íons por 2 h, e então foi reduzida para 5 kV por 1 h. A moagem iônica final foi realizada com íons Ar + de 3 kv por 1 h. O ângulo empregado durante as 1-2 horas iniciais foi de  $5^\circ$  e, em seguida, reduzido para  $3^\circ$ . A amostra foi preparada sem aquecimento e imediatamente antes da análise para evitar recristalização e oxidação. As imagens de MET foram analisadas usando o software *Digital Micrograph*<sup>TM 3.4.3</sup> *Gatan Microscopy Suite* e os padrões de difração analisados usando o software CSpot

#### 4.5 Ensaios Mecânicos

Os corpos de prova para o ensaio de tração foram usinados após o tratamento térmico. Para os ensaios de tração foram preparados corpos de prova com 4mm de diâmetro e 27mm de comprimento útil de acordo com a norma ASTM A370 (ASTM, 2014).

Os corpos de prova para o ensaio Charpy foram preparados segundo a norma ASTM A370 (ASTM, 2014). Os ensaios de resistência ao impacto (Charpy) foram realizados em máquina de Impacto modelo PW 30/15, fabricante Wolpert/Amsier com energia de impacto de 300 Joules, corpo de prova de 10x10x55 mm com entalhe em V à temperatura ambiente de  $24^\circ\text{C}$ . Os ensaios foram conduzidos segundo a norma ABNT NBR ISO 148-1:2013.

Os ensaios de dureza em escala Rockwell foram realizados em superfícies retificadas. As medições de dureza foram realizadas com carga de 150Kgf à temperatura ambiente de  $24^\circ\text{C}$ . Os ensaios foram conduzidos conforme a norma ABNT NBR NM ISSO 6508-1:2008 com o equipamento durômetro universal Dura Vision DV30 pertencente ao Laboratório de ensaios e Análises em Materiais (LAMAT) do Centro Tecnológico Marcelino Corradi (SENAI-CETEF) de Itaúna.

## 4.6 Resultados e Discussão

### 4.6.1 Informações preliminares sobre transformação de fases e cinética

A cinética de transformação para o aço foi avaliada primeiramente com base no diagrama Temperatura – Tempo – Transformação (TTT) previsto (figura 4.1). A curva C superior deste diagrama corresponde ao início das transformações reconstrutivas, enquanto a curva C inferior representa as temperaturas iniciais da transformação bainítica. As temperaturas  $B_i$  e  $M_i$  previstas são, respectivamente, 493°C e 334°C. Com base no diagrama TTT previsto, percebeu-se que o tempo necessário para iniciar a formação da bainita em diversas temperaturas é bastante curto (figura 4.1). Por exemplo, a austenita começa a se transformar em bainita em torno de 10 s para um tratamento isotérmico a 450°C (figura 4.1). Quando os tratamentos isotérmicos são aplicados abaixo da temperatura inicial da martensita, uma fração predeterminada de martensita atérmica está presente. Esta martensita atérmica anterior tem um efeito acelerador na cinética da transformação subsequente, por causa dos novos sítios de nucleação potenciais na forma de interfaces martensita-austenita (AKANDE et al., 2020; HAIKO et al., 2020; MONDAL; DAS; DAS, 2021). A microestrutura composta de ferrita bainítica fina e filmes finos de austenita retida obtidos abaixo da temperatura inicial de transformação da martensita ( $M_i$ ), exibem propriedades mecânicas mais altas que a bainita obtida acima da temperatura  $M_i$  em aços de baixo e médio carbono (LIU et al., 2020; LONG et al., 2014; NAVARRO-LÓPEZ; SIETSMA; SANTOFIMIA, 2016). A razão para esta combinação de propriedades mecânicas é que a transformação da bainita abaixo da temperatura inicial da martensita pode reduzir ou até mesmo eliminar a existência de austenita retida em bloco, garantindo que a microestrutura consista nas placas de ferrita bainítica fina e austenita retida no filme (BHADESHIA; EDMONDS, 1979; VAN BOHEMEN; SANTOFIMIA; SIETSMA, 2008).

Notou-se pelas curvas dilatométricas (figura 4.3) que a transformação da bainita no tratamento por T&P foi mais acelerada em relação ao tratamento por IBT, devido a presença de martensita na microestrutura formada na etapa de têmpera (TOJI; MATSUDA; RAABE, 2016).

#### 4.6.2 Análise microestrutural

A imagem de microscopia eletrônica de varredura de baixa ampliação da amostra tratada com têmpera e partição revela microestrutura homogênea e multifásica (figura 4.4a). Na imagem de alta ampliação, pode-se distinguir a austenita retida (AR) entre os feixes de ferrita bainítica. Os tipos de bainita na amostra tratada por têmpera e partição, são indicadas por B1 e finos feixes de bainita (indicada por B2 ). A bainita B1 formada durante o resfriamento após a austenitização, enquanto a bainita B2 durante a etapa de partição (a 300°C por 7200 s) (GUO et al., 2016). Martensita também é observada (M). A austenita se transformou em martensita durante a têmpera inicial, que foi posteriormente revenida durante a etapa de partição isotérmica.

A microestrutura do aço tratado por transformação bainítica isotérmica (IBT) consiste principalmente de bainita (B1), austenita retida (AR), martensita (M) e martensita/austenita (M/A). Os blocos AR de tamanho micrométrico (~1 µm) estão localizados entre feixes não paralelos de bainita (figura 4.4b). O constituinte martensita/austenita (M/A) é um indicativo da presença de austenita com menor grau de estabilidade para resistir à transformação martensítica durante resfriamento final à temperatura ambiente.

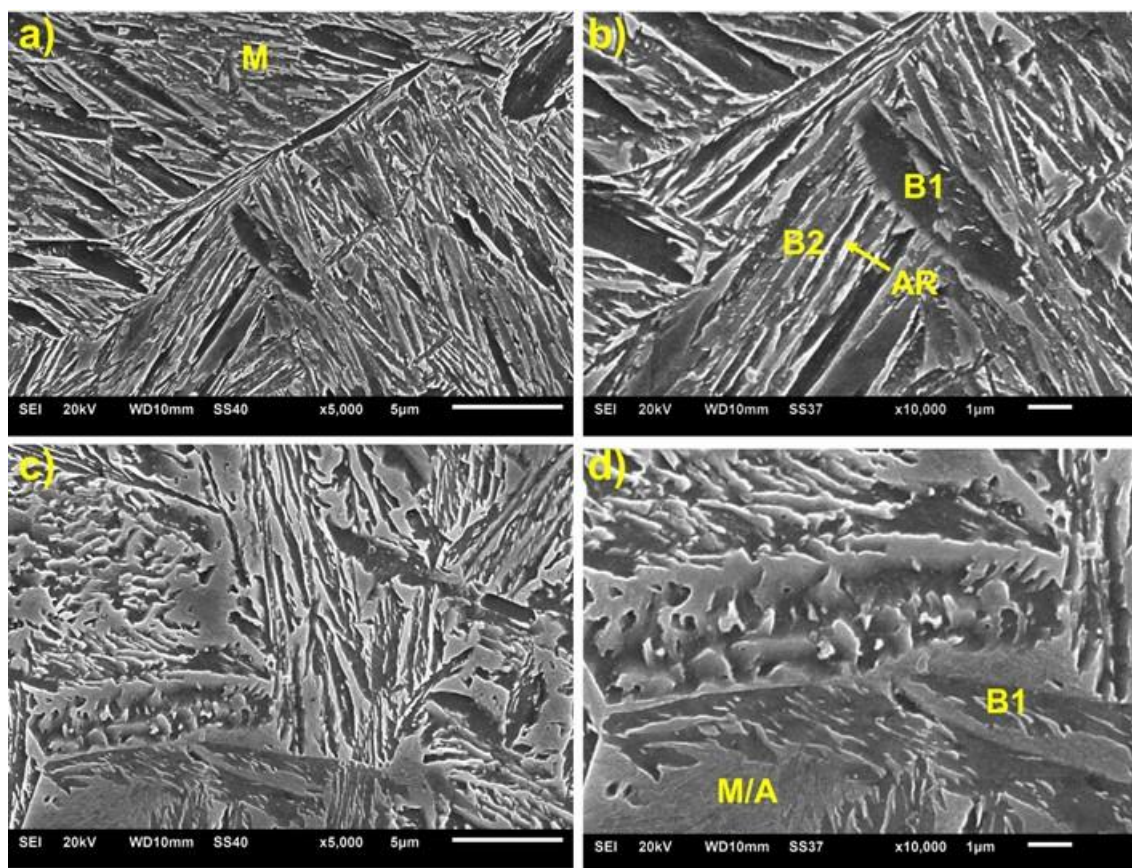


Figura 4.4: Análise microestrutural detalhada do aço 0,28C-2,20Si-1,91Cr-1,25Mn (% em peso) tratado pela rota térmica T&P. (a e b) têmpera e partição e (c e d) transformação bainítica isotérmica. Onde B1: bainita formada durante a etapa de têmpera, B2: bainita formada durante a etapa de partição, M: martensita, M/A: ilha de martensita/austenita, RA: austenita retida.

Na figura 4.5 são apresentadas as imagens obtidas por microscopia eletrônica de transmissão da microestrutura do aço tratado por T&P. Nas imagens de campo claro mostradas na figura 4.5a e b, destacam-se regiões de austenita em filme (regiões mais escuras) com largura de ~ 75 nm e ripas FB (regiões mais claras) com largura de ~ 250 nm. A figura 4.5c mostra uma imagem de campo claro da amostra e a figura 4.5d exibe imagens de campo escuro obtidas da bainita (110) e austenita retida (431). Essas imagens fornecem mais evidências da presença de AR como filmes distribuídos entre as subunidades de B2. Não foi observado evidência de precipitação de carbonetos.

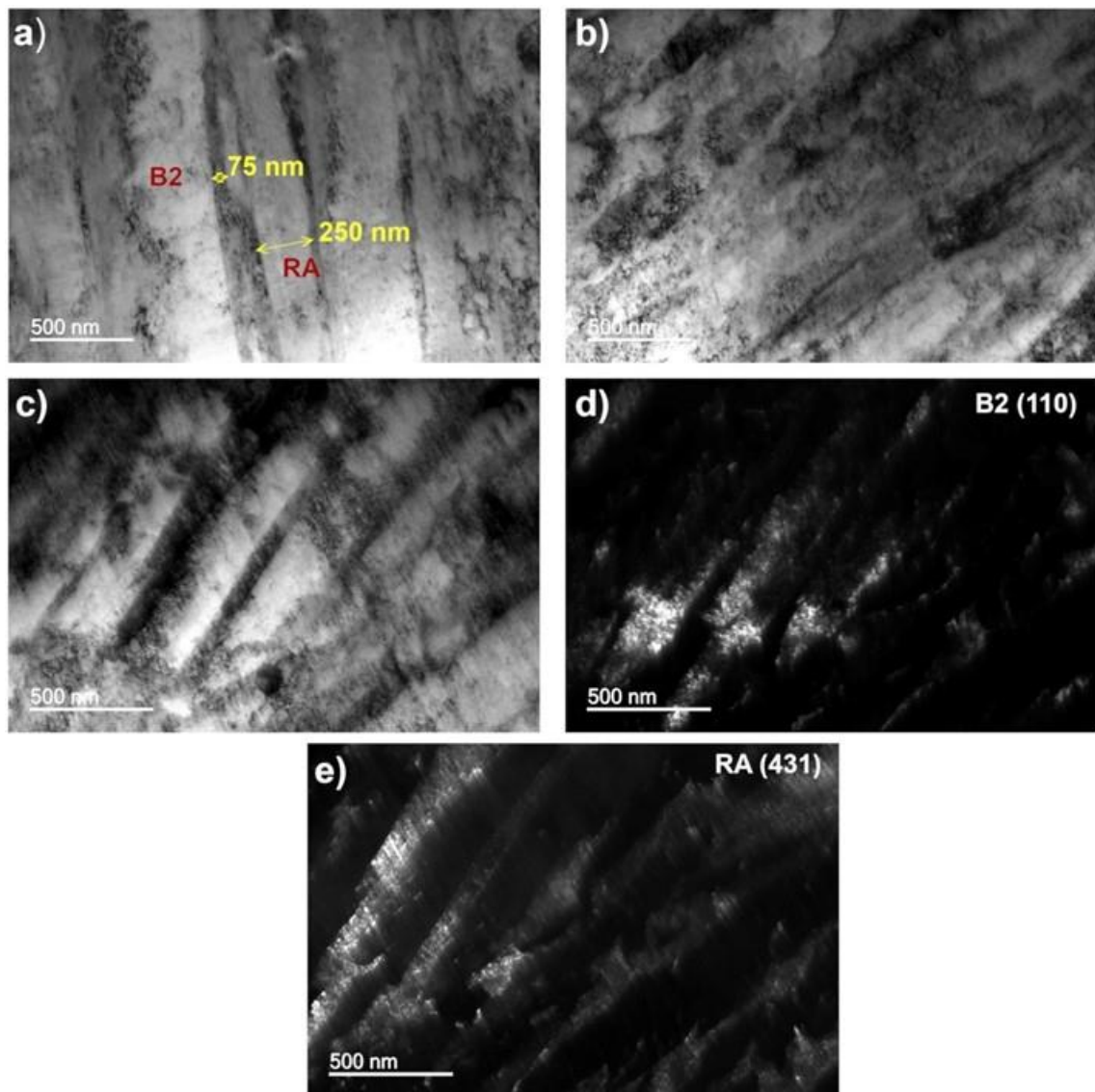


Figura 4.5: Imagens de microscopia eletrônica de transmissão tratada pelo processo térmico de T&P. (a e b) Imagens TEM de campo claro mostrando grãos de austenita semelhantes a filmes com largura de  $\sim 75$  nm e ripas B2 com largura de  $\sim 250$  nm. (c) Imagem de campo claro e as imagens de campo escuro correspondentes para (d) B2 (110) e (e) RA (431).

Na figura 4.6 são apresentadas as imagens de TEM da microestrutura do aço tratado por IBT. A imagem de campo claro é mostrada na figura 4.6a, na qual AR em bloco e bainita podem ser identificados. A figura 4.6b tem-se o padrão SAED (Selected Area Electron Diffraction) mostrando finos carbonetos. Para uma melhor visualização da morfologia e distribuição dessas fases, a figura 4.6c e d mostra uma imagem de campo claro e campo

escuro correspondente para AR (222). Imagens adicionais de campo claro, mostradas nas figuras 4.6e e f, fornecem evidências de precipitação de carbonetos finos. A figura 4.6g mostra a imagem de campo claro e a imagem de campo escuro correspondente da figura 4.6h, destacando o espaçamento interplanar selecionado de 4,73 Å correspondente ao carboneto. As representações estão em conformidade com dados da literatura (ALLAIN et al., 2018; MIETTUNEN et al., 2021; PIERCE et al., 2016).



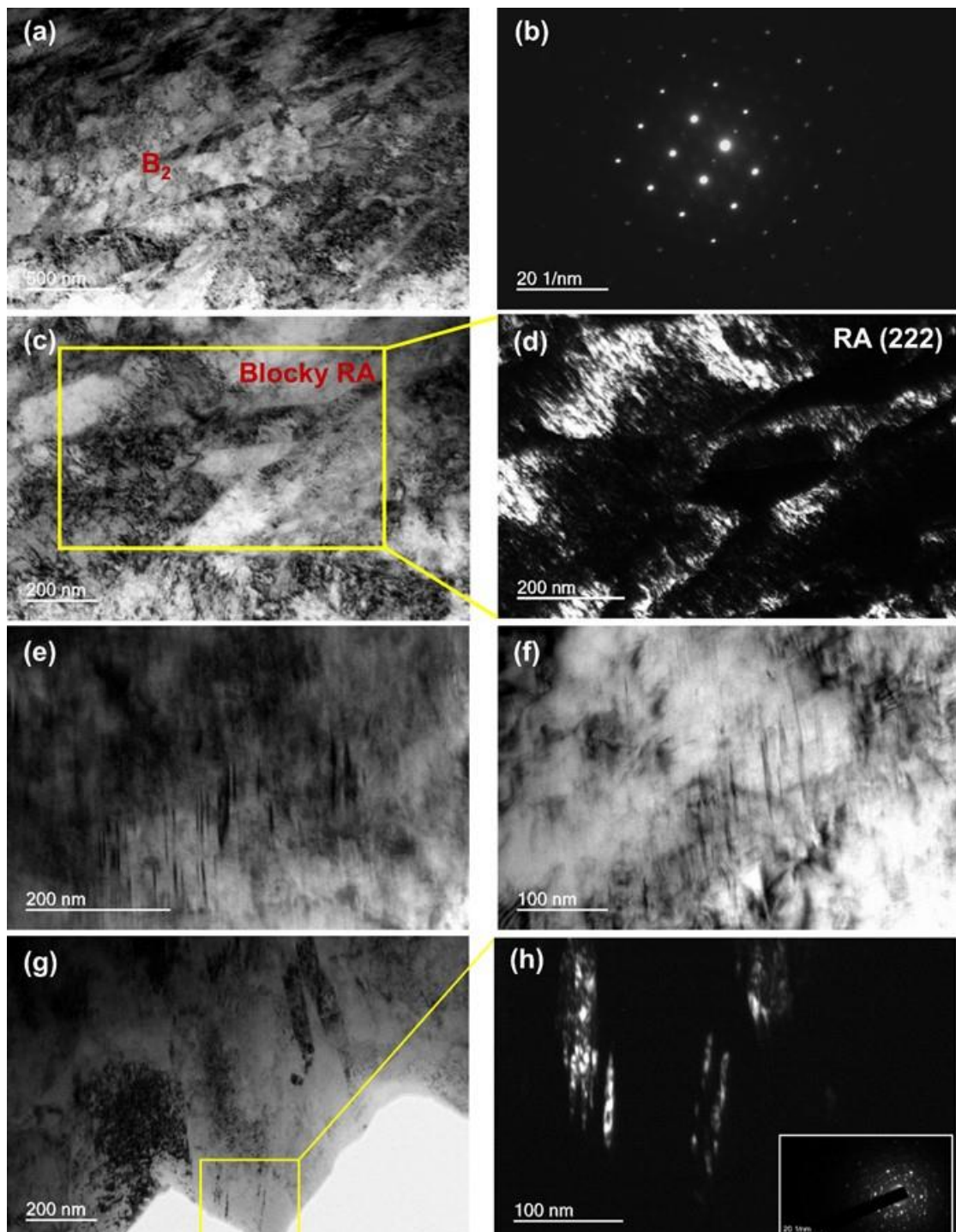


Figura 4.6: Análise microestrutural detalhada do aço estudado tratado pela rota térmica de transformação isotérmica bainítica (IBT). (a) A imagem de microscopia eletrônica de transmissão de campo claro (TEM) da amostra. (b) Padrão SAED mostrando manchas de carboneto. (c) Imagem de campo claro e (d) imagem de campo escuro correspondente para RA (222). (e-f) As imagens TEM de campo claro mostrando a formação de carbonetos. (g) Imagem de campo claro e a (h) imagem de campo escuro correspondente



de um espaçamento interplanar selecionado de 4,73 Å correspondente a carboneto (inserção do padrão de difração de elétrons).

A análise por difração de raios X (DRX) foi realizada para determinar a quantificação da austenita (figura 4.7). Os corpos de prova tratados por têmpera e partição consistem em 11 % de AR, enquanto para a transformação bainítica isotérmica os corpos de prova tratados possuem 15 % desta fase. O teor de carbono da AR nas amostras tratado por IBT é relativamente baixo, inferior a 1,06%; este valor foi 15% maior para as amostras processadas por T&P. Sendo assim a austenita retida no processo T&P é mais estável. Nas amostras processadas por IBT notou-se a maior presença de M/A características de austenita com maior teor de carbono.

Os padrões de difração para as amostras processadas por T&P e IBT foram bem similares. A técnica de difração de raios-X apresenta a limitação de não ser possível analisar separadamente as fases da ferrita e martensita devido a sobreposição das fases, porém a análise microestrutural mostra a presença das fases (CONG et al., 2009). Como pode ser observado nas imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (figura 4.4), o aço tratado por T&P tem uma estrutura mais refinada que o aço tratado por IBT, que possui blocos de austenita. As microestruturas dos corpos de prova processados por IBT têm um teor de carbono inferior na austenita que não é suficiente para estabilizar a austenita que se transforma em martensita à temperatura ambiente. A temperatura de tratamento isotérmico na T&P foi menor do que em IBT, e em baixas temperaturas, a taxa de nucleação é mais rápida e o crescimento das agulhas de ferrita é mais lento, resultando em um grande número de placas de ferrita finas e uma fração de austenita reduzida (PUTATUNDA et al., 2009).

Os resultados confirmaram que os aços tratados por T&P e IBT consistiram principalmente de ferrita bainítica, austenita retida e martensita. No entanto, a austenita retida formada durante esses tratamentos térmicos apresenta morfologias e estabilidades bastante diferentes. Diferenças importantes também foram observadas para a martensita. O processo de T&P promoveu a formação de martensita particionada, enquanto o processo de IBT levou à formação de martensita e martensita-austenita (NAVARRO-

LÓPEZ et al., 2017). A presença do constituinte martensita – austenita (M/A) é evidência da menor estabilidade de parte da austenita nas amostras tratadas por IBT (HOFER et al., 2015). Devido ao baixo teor de carbono do aço fundido (0,27%), as temperaturas de transformação bainítica e martensítica são superiores quando comparadas aos aços nanoestruturados estudados por Carmo (2011) (CARMO, 2011). Embora o tratamento térmico de IBT tenha sido realizado em uma temperatura pouca acima de  $M_i$ , já foi suficiente para cessar a transformação bainítica, fazendo com que o teor de carbono não seja suficiente para estabilizar a austenita na austêmpera.

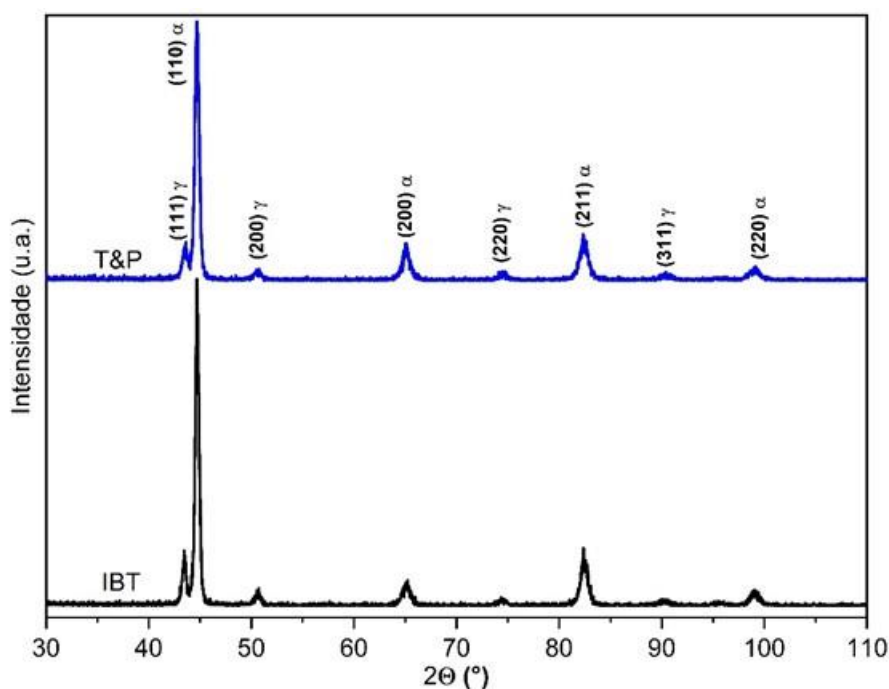


Figura 4.7: Difratogramas para o aço tratado por têmpera e partição (T&P) e transformação bainítica isotérmica (IBT).

#### 4.6.3 Análise do comportamento mecânico

Na Tabela IV-2 estão apresentados os valores médios obtidos após os ensaios nos corpos de prova. Os valores de limite de escoamento (LE), limite de resistência à tração (LR) e alongamento total (Al) das amostras processadas por T&P foram 1350 MPa, 1647 MPa e 7%, respectivamente (tabela IV-2).

Embora o limite de escoamento e o limite de resistência das amostras processadas por IBT não mudem consideravelmente (1311 MPa e 1329 MPa, respectivamente), o alongamento diminuiu em 71% (Al = 2%). Os resultados dos testes de impacto Charpy das amostras de T&P, foram muito superiores aos obtidos por IBT. Enquanto os corpos de prova tratados por IBT apresentam tenacidade de 7 Jcm<sup>-2</sup>, um valor 286% maior foi obtido para os corpos de prova processados por T&P (27J cm<sup>-2</sup>).

Tabela IV 2: Tabela com o comparativo de propriedades mecânicas do aço fundido em função dos tratamentos térmicos de T&P e IBT, sendo : Alongamento total (Al.); Limite de escoamento (L.E.); limite de resistência (L.R.); Tenacidade à fratura.

<b>Condição</b>	<b>Al. (%)</b>	<b>L.E. (MPa)</b>	<b>L.R. (MPa)</b>	<b>Tenacidade (J/cm<sup>2</sup>)</b>
T&P	6,82 +/- 0,6	1350+/- 13	1647+/- 20	27 +/- 3
IBT	2,1+/- 0,5	1311+/- 18	1329+/- 15	7+/- 2

O tratamento térmico de têmpera e partição levou a melhor combinação de resistência e tenacidade; este resultado pode ser atribuído à presença de microestrutura refinada. Além da austenita em filmes com maior teor de carbono evitar a propagação de trincas o que contribuiu para uma melhor tenacidade (LAI; YU; WANG, 2021). No tratamento por IBT, portanto, a formação de martensita/austenita ou blocos de austenita durante o processo produtivo, permitiu a nucleação de microfissuras nos contornos dos blocos de austenita retida ou martensita/austenita favorecendo uma coalescência mais precoce e reduzindo a resistência ao impacto (CHEN et al., 2021). No tratamento térmico de IBT, a austenita apresenta menor teor de carbono. Esta combinação de baixo teor de carbono e blocos de austenita é mais suscetível à formação de martensita induzida por deformação, levando a uma redução na tenacidade à fratura (BHADESHIA; EDMONDS, 1983).

As fractografias apresentadas na figura 4.8 a e c, foram obtidas do corpo de prova de tração processados por T&P. Pode-se observar alvéolos com presença de alguns planos de clivagem e vazios que sugerem fratura mista dúctil-frágil, com presença mais marcante de alvéolos.

As fractografias dos corpos de prova de tração processados por IBT estão apresentadas na figura 4.8 b e d. Estas amostras apresentaram uma maior quantidade de planos de clivagem mistos com alvéolos e vazios, comparado ao aço fundido tratado por T&P, sugerindo que a fratura é do tipo frágil-dúctil. O menor valor de tenacidade do aço tratado por IBT está relacionado com uma microestrutura mais grosseira, mais propícia a propagação de trincas e a presença de martensita.

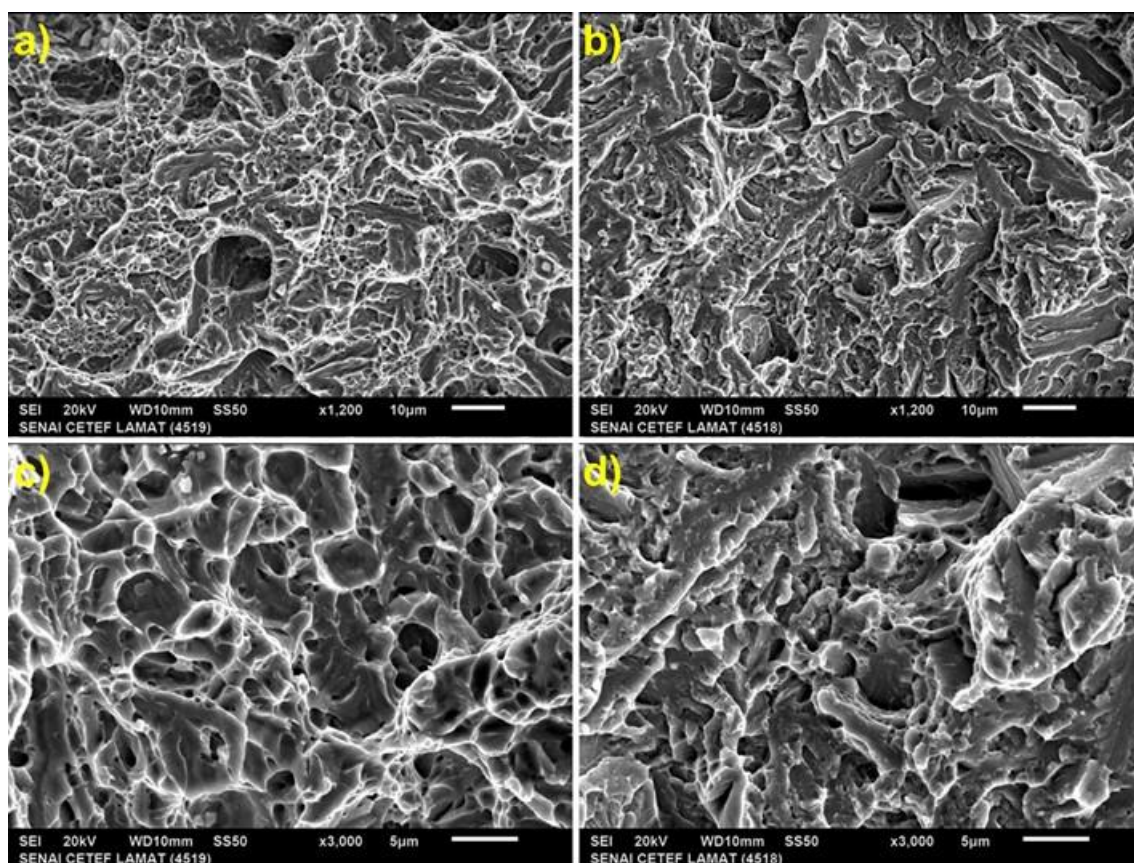


Figura 4.8: Fractografias do aço fundido: a e c) processo de T&P; b e d) processo de IBT.

O aço fundido com baixos teores de elementos de liga, processado por T&P tem resistência à tração comparável à obtida para aços avançados de alta resistência (HU, 2020; PUTATUNDA et al., 2009; VARSHNEY et al., 2016; WANG et al., 2016; ZHANG et al., 2014). No entanto, diferentemente das rotas de processamento frequentemente usadas para produzir aços avançados de alta resistência, nenhuma etapa intermediária de processamento de forjamento ou laminação foi aplicada nesta tese. A maior resistência se deve a microestrutura refinada composta de ripas de bainita de cerca

~75 nm de espessura, associado à martensita revenida. Comparado ao aço processado por T&P, os corpos de prova tratados por IBT, exibiram resistência à tração, ductilidade e tenacidade significativamente menores. As propriedades mecânicas inferiores do aço obtido por IBT, podem ser atribuídas à presença de bainita grosseira, martensita/austenita e carbonetos (KANG et al., 2016; WANG et al., 2016; ZHANG et al., 2014).

#### **4.7 Conclusões da produção de aço fundido**

O foco principal desta investigação foi desenvolver aços fundidos de alta resistência com baixos teores de elementos de liga, sem empregar nenhuma etapa de processamento de forjamento/laminação ou atmosfera controlada. Esta composição de aço foi submetida a um tratamento térmico de T&P e IBT. Mais especificamente, a T&P consistiu na manutenção isotérmica a 300°C (abaixo de  $M_i$ ) por 7200 segundos.

O aço fundido apresentou excelente combinação de resistência e tenacidade após o tratamento térmico de têmpera e partição. Especificamente, a resistência à tração final medida, resistência ao escoamento e tenacidade foram 1647 MPa, 1350 MPa e 27 Jcm<sup>-2</sup>, respectivamente. O alongamento total obtido para este aço foi de 6%. As propriedades mecânicas do aço de têmpera e partição foram atribuídas principalmente ao refinamento da microestrutura, ríps de bainita, com cerca de ~75 nm de espessura, associadas à martensita temperada. A estabilidade da austenita retida em filmes também contribuiu para as propriedades mecânicas superiores.

Em comparação com o aço tratado com têmpera e partição (T&P), os corpos de prova tratados por transformação bainítica isotérmica (IBT) apresentaram propriedades mecânicas inferiores: resistência à tração final de 1329 MPa, limite de escoamento de 1311 MPa e tenacidade de 7 Jcm<sup>-2</sup>, devido a presença de bainita grosseira, martensita/austenita e carbonetos.

Os limites de resistência (1647MPa) e escoamento (1350 MPa) obtidos por meio do tratamento térmico de T&P, apresentaram valores menores comparados aos aços nanoestruturados com tempo de tratamento de 240 horas (valores médios de limite de

resistência 1996 MPa e escoamento de 1820 MPa). No entanto o tempo de tratamento térmico para o aço fundido tratado por T&P foi de duas horas, bem menor quando comparados aos aços fundidos nanoestruturados.

## **5 Material e Método: ferro fundido nodular tratado termicamente por têmpera e partição (T&P)**

Neste capítulo serão apresentados os materiais e métodos utilizados na realização do experimento que foi realizado com o intuito de obter um ferro fundido nodular com tratamento térmico de têmpera e partição que combine alta resistência mecânica e notável tenacidade. Os dados serão publicados no artigo “*Strength ductile cast iron by quenching and partitioning .*”

### **5.1 Produção do ferro fundido nodular**

O ferro fundido foi obtido em forno a indução de média frequência cuja capacidade do cadinho é de 100 kg. A proporção de carga aproximada foi de 40% de sucata de aço e de 60% de retorno de ferro fundido nodular com correção do carbono através de adições de grafite.

A composição química geral foi analisada por espectrometria de emissão óptica em amostras tipo pastilhas coquilhadas. Os elementos carbono e enxofre foram analisados por combustão à infravermelho em amostras na forma de pinos coquilhados.

Na tabela V.1 é apresentada a composição química dos ferros fundidos nodulares fundidos para este trabalho. Na tabela V-1 também é apresentada a composição química do trabalho de Melado (2018) que obteve o ferro fundido do processo de produção da Fundição Tupy de Joinville, Santa Catarina (MELADO, 2018). Esta composição e o trabalho de Melado (2018) foram tomadas como referência para a discussão de resultados. Nos projetos de ferro fundido nodular com T&P, o Mn deve ter o menor teor possível para minimizar o efeito negativo de segregações, da mesma forma também o P deve ser mínimo pelo seu efeito fragilizante (SILVA, 2013; TRUDEL; GAGNE, 1997). O teor de S deve ser o menor possível para se evitar o uso de maiores quantidades de liga nodulizante à base de FeSiMg. Elementos de liga usuais em ADI, tais como Ni, Cu e Mo são necessários para garantir a austemperabilidade, notadamente para ferros fundidos austemperados em temperaturas mais elevadas e na obtenção de fundidos (KONCA;

TUR; KOÇ, 2017; PEREIRA et al., 2020; PIMENTEL; GUESSER, 2017; TRUDEL; GAGNE, 1997). Neste projeto serão tratados os corpos de prova pré-usinados tendo pequena espessura, em torno de 10 mm. Além disto, a temperatura de partição é baixa em comparação com aquelas utilizadas no ADI o que diminui a necessidade de adição de elementos de liga.

Tabela V.1: Composições químicas dos ferros fundidos (% em massa).

Ferro fundido	C	Si	Mn	P	S	Mg	Cu	Cr	Ni
Obtido	3,40	2,37	0,24	0,04	0,01	0,05	0,04	0,02	0,01
Melado(2018)	3,47	2,47	0,20	0,04	0,01	0,03	0,38	0,03	0,01

Foram vazados blocos tipo Y (figura 5.1) utilizados para obtenção de corpos de prova destinados a testes: dilatométricos; tração; impacto e ainda para a análise da estrutura micrográfica, segundo recomendações da norma ASTM A 536-84(ASTM A536-84, 2019).

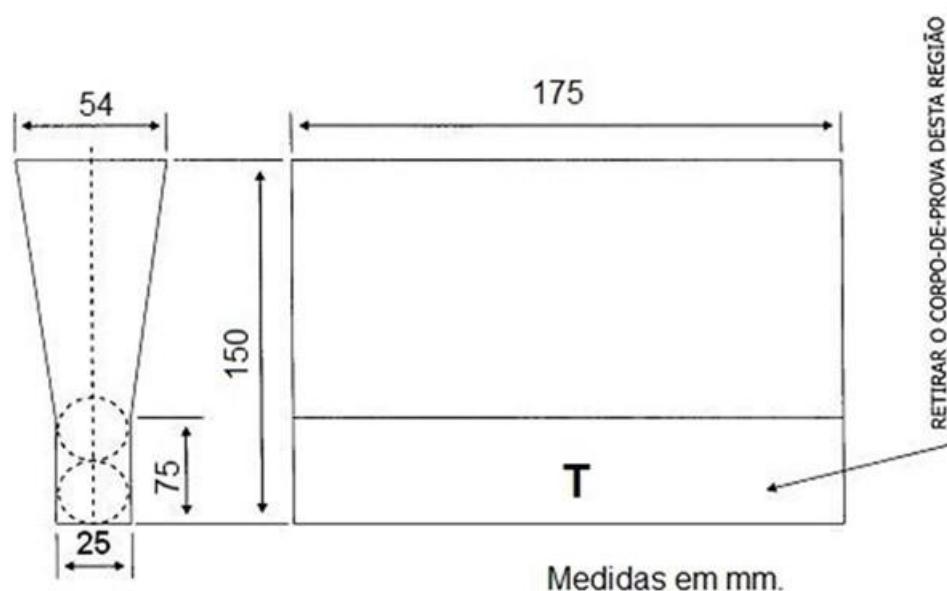


Figura 5.1: Dimensões do bloco Y com base de 25 mm. Adaptado da referência da Norma A536-84.



## 5.2 Tratamento térmico ferro fundido nodular

A definição dos ciclos de tratamento térmico foi baseada em testes dilatométricos realizados no SENAI Itaúna CETEF e estudos anteriores sobre ferro fundido nodular submetido a T&P (MELADO, 2018; NISHIKAWA, ARTHUR SEIJI, 2018). Foi utilizado um dilatômetro marca Adamel Lhomargy modelo DT1000 para a determinação das temperaturas de fim da transformação da estrutura para austenita e da temperatura inicial de transformação para martensita,  $M_i$ .

A figura 5.2 mostra a curva de dilatação completa do ensaio de dilatometria da liga estudada neste trabalho, o aquecimento das amostras foi na faixa de  $10^\circ\text{C/s}$ . O ensaio forneceu os valores das temperaturas de início e fim da transformação austenítica e martensítica.

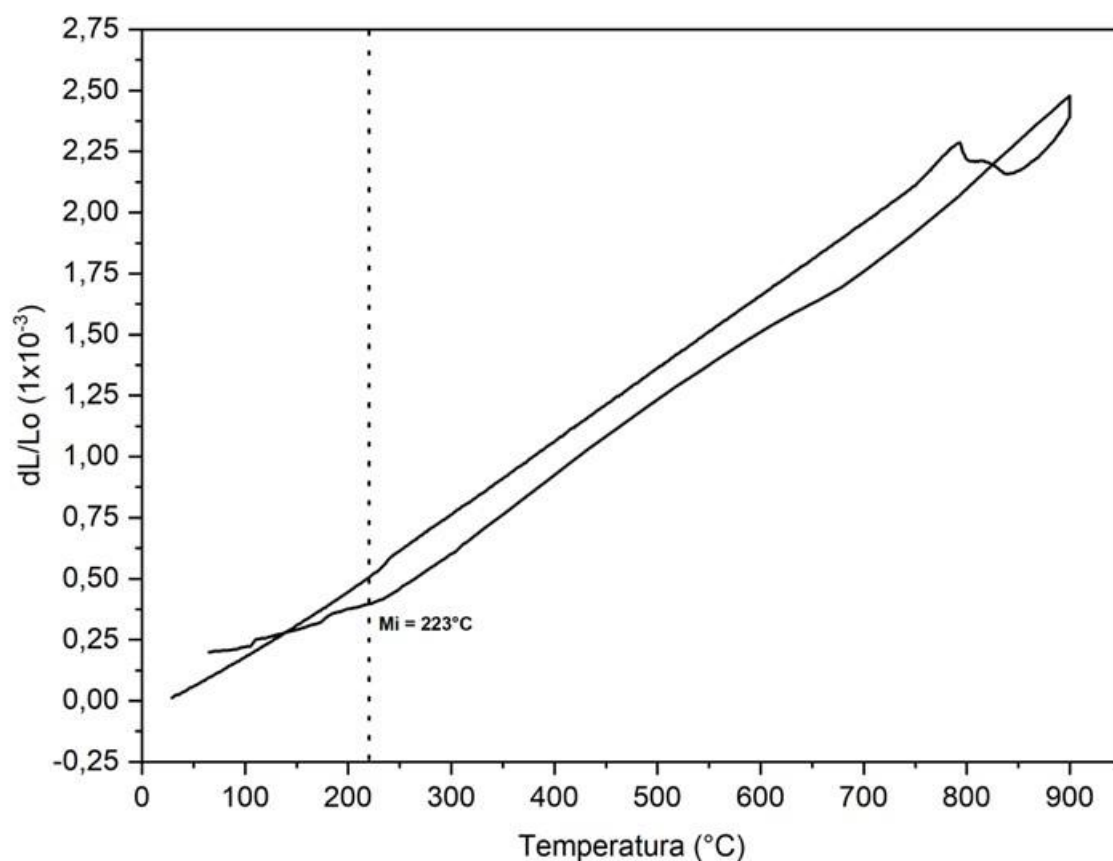


Figura 5.2: Curva de dilatação em função da temperatura de tratamento térmico do ferro fundido nodular.

Os resultados de dilatométrica são provenientes de três testes e estão apresentados na tabela V.2 e podem ser comparados aos obtidos por Melado (2018). Na tese de Melado (2018) os parâmetros para tratamento foram determinados utilizando o software de termodinâmica computacional Thermo-Calc e também uma abordagem prática com ensaios de dilatométrica (MELADO, 2018). Melado escolheu a temperatura de 880°C como sendo a menor possível que garantia completa austenitização da matriz. Nessa tese optou-se por realizar o ensaio de dilatométrica com aquecimento até 900°C com resfriamento até 30°C.

Tabela V. 2: Temperaturas obtidas por dilatométrica

Ferros fundidos	Temperatura final de transformação para a estrutura austenítica (°C)	Temperatura inicial de transformação para martensita, $M_i$ (°C)
Deste trabalho	790 +/- 2	223 +/- 15
Melado (2018)	810	230

Na figura 5.3 foi apresentado um detalhamento da região de transformação austenítica durante o aquecimento do ferro fundido. Em temperaturas inferiores à 737°C a dilatação é quase que linear condizente com a agitação térmica das fases metaestáveis (cementita) e estáveis (ferrita e grafita). Na temperatura de 790°C é observada uma contração que indica o início da transformação de fase do microconstituente perlita (ferrita mais cementita) para austenita. A linha tracejada corresponde a derivada  $dL/L_0$  para auxiliar a verificação de transformação de fase. Em torno de 840°C essa contração cessa e volta a expansão devido ao aumento da temperatura. O intervalo de 790°C a 840°C corresponde a região intercrítica, a partir de 840°C é que se tem uma matriz 100% austenítica.

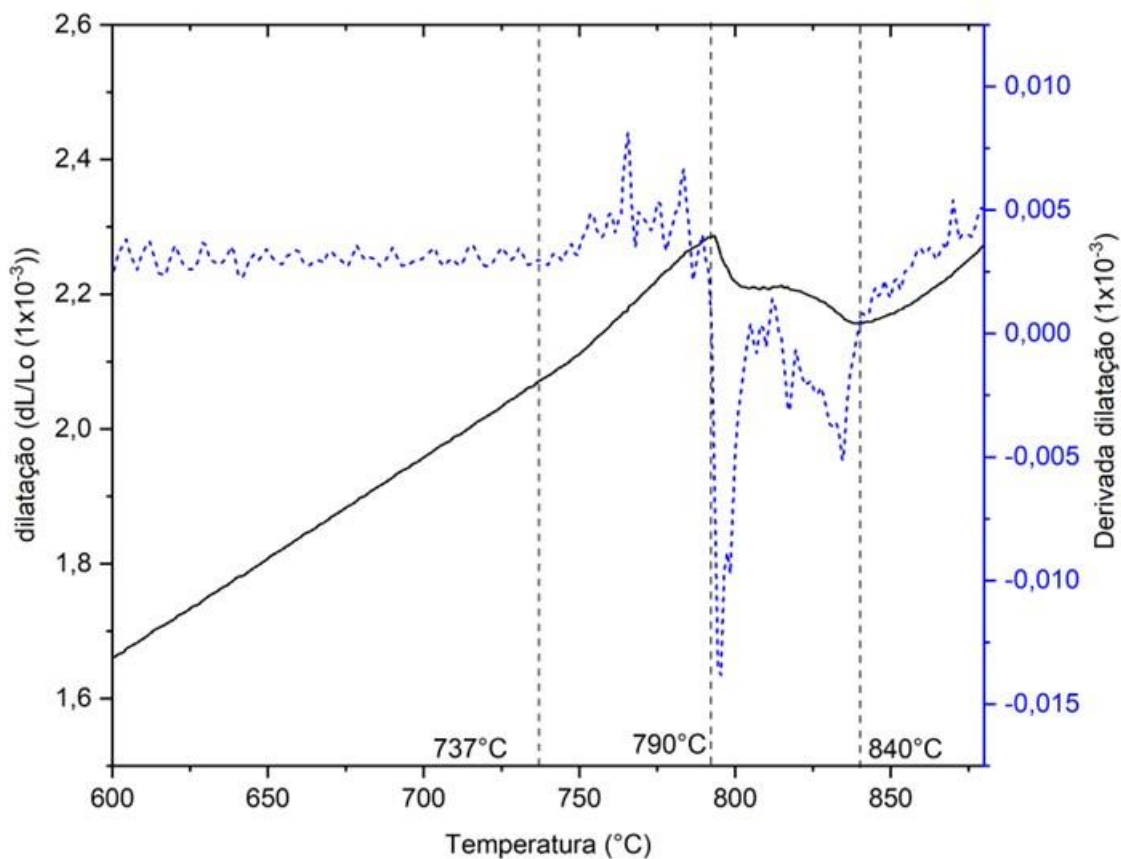


Figura 5.3: Detalhe da curva de dilatação em função da temperatura para o ferro fundido nodular, destacando a região de transformação austenítica. A linha azul corresponde à derivada numérica (dl/Lo) da curva.

As temperaturas de fim da formação austenítica e de início da transformação martensítica, caracterizadas por dilatométrica, são próximas àquelas determinadas em outros trabalhos com ferro fundido nodular (DONG *et al.*, 2021; MELADO, 2018; ZHOU, W. T. *et al.*, 2019).

Diante destes resultados, a temperatura de austenitização selecionada foi de 880°C. Esse valor corresponde a temperatura necessária para a completa austenitização do corpo de prova e a um menor teor de carbono dissolvido na austenita. O tempo de duas horas foi baseado na literatura e mantido para efeito de comparação de resultados.

A temperatura de têmpera definida foi de 170°C. Pelo fato dessa temperatura ser inferior a  $M_i$  (223°C), de forma que se possa garantir a transformação de quantidades

significativas de martensita atérmica durante a têmpera. A temperatura de têmpera irá influenciar a quantidade de martensita formada, quanto menor a temperatura maior será a quantidade de martensita e mais refinada a ferrita banítica (NISHIKAWA, 2018).

Para a partição foram definidas as temperaturas de 300 e 375°C. Estas temperaturas são parâmetros normalmente empregados em tratamentos de austêmpera em ferro fundido nodular austemperado (ADI) e de temperatura de partição em aços processados por T&P (KICKINGER et al., 2021; PANNEERSELVAM et al., 2015; PUTATUNDA, 2001; XIA et al., 2022). O tempo de partição para o tratamento de T&P em dois fornos foi de 120 minutos em função de dados da literatura para viabilizar comparações (MELADO, 2018; NISHIKAWA, ARTHUR SEIJI, 2018).

Avaliou-se nesse trabalho a utilização de um único forno para o tratamento de T&P da marca Oriental Engineering modelo SDE 50120, Japão, no tratamento a banho de sais de têmpera e partição (T&P). Realizou-se um experimento para determinar a taxa de aquecimento do forno entre 170 à 400°C. Para isto, foi utilizado um sistema de aquisição de dados de temperatura e de tempo do fabricante NOVUS sendo o modelo Field Logguer, com inserção de termopares no banho de sais líquido a 170°C. O forno foi programado para na potência máxima atingir 400°C, o ajuste da curva indicou uma linearidade com  $R^2 = 0,999$  sendo a taxa de aquecimento próxima de 50°C/h (figura 5.4).

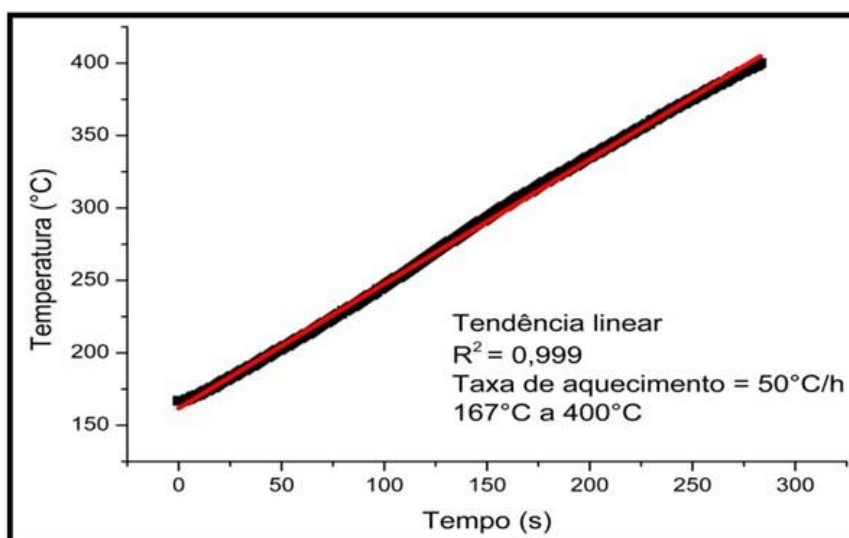


Figura 5.4: Determinação da taxa de aquecimento do forno SDE 50120.

Desta forma, para o processo de têmpera e partição, optou-se por uma rota convencional com utilização de dois fornos, um para têmpera e outro para partição. E outra rota inovadora, ainda não aplicada em ferro fundido nodular, aqui denominada como rampa, utilizando um único forno para têmpera e partição. No tratamento de T&P denominado como rampa, o aquecimento até a temperatura de partição se dá de forma gradual, partindo da temperatura de têmpera de 170°C até as temperaturas de partição avaliadas de 300 e 375°C. Para o tratamento de T&P em rampa, o tempo foi baseado nas características do forno, sendo para a partição a 300°C cerca de 2,6 horas e para 375°C por volta de 4,1 horas.

Foi realizado o tratamento de austêmpera para comparar a microestrutura e propriedades mecânicas com as obtidas por meio do processo de T&P. Foram utilizados os mesmos parâmetros de processos de T&P. Desta forma os corpos de prova foram austenitizados a 880°C por 2 horas, em seguida resfriados em banho de óleo com temperatura de 300°C (etapa de austêmpera) e mantidos por 2 horas.

Os tratamentos térmicos avaliados são identificados no quadro 5.1. Na figura 5.5a são esquematizados os ciclos de tratamentos térmicos referentes à austêmpera e a têmpera e partição em rampa, ou seja, utilizando um único forno a banho de sais. E na figura 5.5b esquematizados os dois ciclos referentes aos tratamentos térmicos de têmpera e partição, utilizando dois fornos a banho de sais.

Quadro 5.1: Identificação dos tratamentos térmicos aplicados.

<b>Ciclo</b>	<b>Descrição detalhada</b>	<b>Identificação do tratamento térmico</b>
1	Partição em rampa de aquecimento partindo de 170°C até 300°C na taxa de 50°C/h totalizando 2,6h	T&P-R 300 (rampa).
2	Partição em rampa de aquecimento partindo de 170°C até 375°C na taxa de 50°C/h totalizando 4,1h	T&P-R 375 (rampa).
3	Têmpera a 170°C (TT) em forno a banho de sais por 7min. e transferência para um cadinho contendo sal fundido na temperatura de 300°C (TP) e este cadinho transferido para um forno mufla sendo mantido na temperatura por 2 horas	T&P-C 300 (2 fornos-convencional)
4	Têmpera a 170°C (TT) em forno a banho de sais por 7 min. e transferência para um cadinho contendo sal fundido na temperatura de 375°C (TP) e este cadinho transferido para um forno mufla sendo mantido na temperatura por 2 horas	T&P-C 375 (2 fornos-convencional)
5	Austêmpera a 300°C por 2 horas	ADI 300

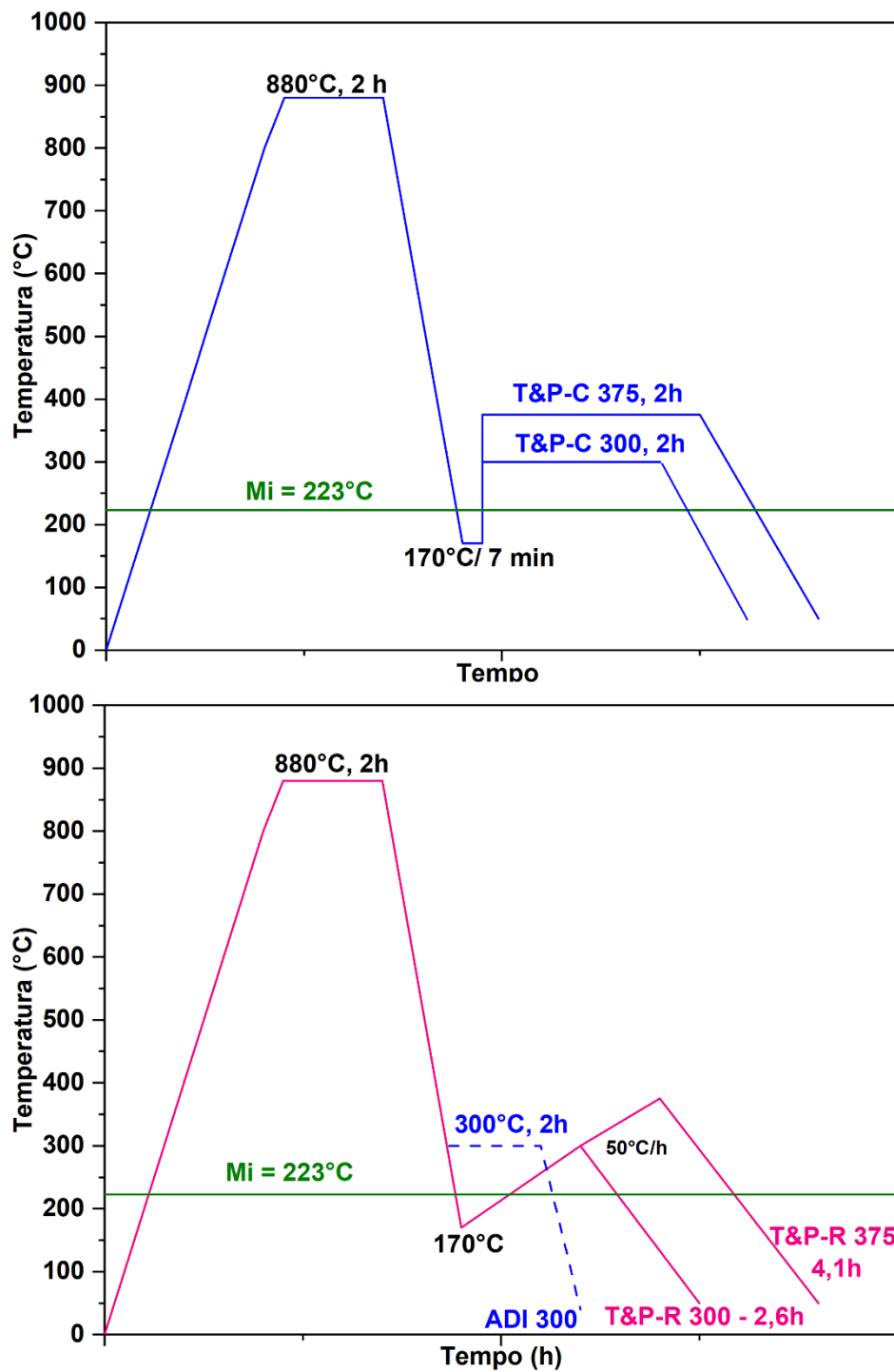


Figura 5.5: Esquemas de ciclos térmicos: a) T&P convencional; b) T&P em rampa e austêmpera.

Na figura 5.6 são ilustradas as etapas de T&P com utilização convencional de tratamento térmico.



Figura 5.6: : Sequência das etapas de T&P convencional. (a) Retirada do forno de austenitização (880°C). (b) Transferência para um forno a banho de sais para a têmpera (170°C). (c e d) Corpos de prova transferidos para um cadinho contendo sais fundidos na temperatura de partição.

### 5.3 Caracterização microestrutural

A caracterização estrutural das amostras foi realizada por difratometria de raios-X (DRX), por microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) posteriormente a adequada preparação das amostras.

#### 5.3.1 Caracterização por difração de raios-X

As análises de difração de raios-X foram realizadas para estimar a fração volumétrica de austenita e seu teor de carbono após os tratamentos térmicos. O equipamento e parâmetros foram os mesmos descritos no item 4.41.



### **5.3.2 Caracterização metalográfica**

A microestrutura foi caracterizada por microscopias óptica (MO) utilizando o equipamento GX51 Olympus do Centro Tecnológico Marcelino Corradi (SENAI-CETEF) de Itaúna, marca PME OLYMPUS GX51 com referência na norma ABNT NBR 15454:2007.

As análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizadas utilizando o equipamento do Centro Tecnológico Marcelino Corradi (SENAI-CETEF) de Itaúna, marca Jeol modelo JSM6510LV.

As amostras foram retiradas nos corpos de prova dos testes de tração e preparadas de maneira convencional (corte, embutimento lixamento, polimento e ataque químico), utilizando lixas de carbetto de silício (SiC) de granulometria: 240, 400, 1200 e acabamento especular com polimento final com pasta de diamante de 9, 3 e 1 $\mu$ m. As amostras foram embutidas a quente com resina termofixa (baquelite).

As análises de microscopia eletrônica (MEV) foram realizadas em um equipamento modelo FEI-Inspect S50 do Departamento de Engenharia Metalúrgica de Materiais da Escola de Engenharia da UFMG.

### **5.4 Ensaios mecânicos**

Foram preparados quatro corpos de prova para teste de tração e quatro para testes de impacto para cada tipo de ciclo térmico, os quais foram pré-usinados, mantendo-se 3 mm para mais nas dimensões finais, com objetivo de se retirar uma possível camada decarbonetada no tratamento térmico. Os corpos de prova para tração foram usinados conforme o tipo 2 (diâmetro de 9,07 mm e comprimento na seção de teste igual a 44,4 mm) da norma ASTM A 536-84 (ASTM A536-84, 2019). Na figura 5.7 mostra os corpos de prova pré-usinados e inseridos no forno de austenitização através de dispositivos.

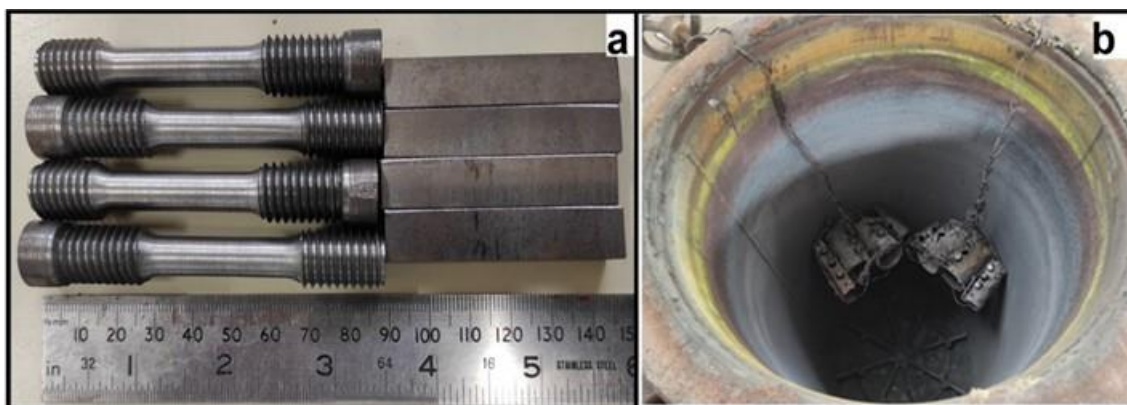


Figura 5.7: Corpos de prova pré-usinados posicionados em dispositivos inseridos no forno de austenitização. (a) corpos de prova pré-usinados. (b) corpos de prova inseridos em dispositivos para manuseio e inseridos no forno para austenitização

O ensaio de resistência ao impacto (Charpy) foi realizado em máquina de Impacto modelo PW 30/15, fabricante Wolpert/Amsler. Os corpos de prova para testes de impacto foram usinados nas dimensões de 10 mm x 10 mm x 55 mm sem entalhe conforme recomendação da norma ASTM A 897/A897M-16 para ferro fundido nodular austemperado (ASTM 897M-16, 2016).

No ensaio de dureza, foram realizadas trinta medições de dureza Vickers com carga de 1 kg por amostra polida em pasta de diamante na preparação metalográfica. Os ensaios foram conduzidos conforme a norma ABNT NBR NM ISO 6508-1:2008 com o equipamento durômetro universal Dura Vision DV30 pertencente ao Laboratório de ensaios e Análises em Materiais (LAMAT) do Centro Tecnológico Marcelino Corradi (SENAI-CETEF) de Itaúna

## 5.5 Resultados e discussão

Neste capítulo serão apresentados os resultados deste trabalho. Os resultados não serão agrupados de acordo com as técnicas utilizadas, e sim conforme os tópicos que compõem cada etapa do trabalho. Os resultados serão apresentados com discussões pontuais.

## 5.5.1 Análise microestrutural

### 5.5.1.1 Microestrutura do ferro fundido nodular no estado bruto de fusão

Na figura 5.8 é apresentada a microestrutura do material bruto de fusão. Observa-se grau de esferoidização de 93% e número de nódulos por  $\text{mm}^2$  em torno de 139. Na figura 5.8a observa-se uma estrutura típica representante das amostras na condição sem ataque metalográfico para a ilustração da grafita. Da mesma forma na figura 5.8b apresenta-se a estrutura na condição de ataque com Nital 4% para a ilustração da matriz metálica, constituída de ferrita, em torno de 75% e perlita em torno de 25%.

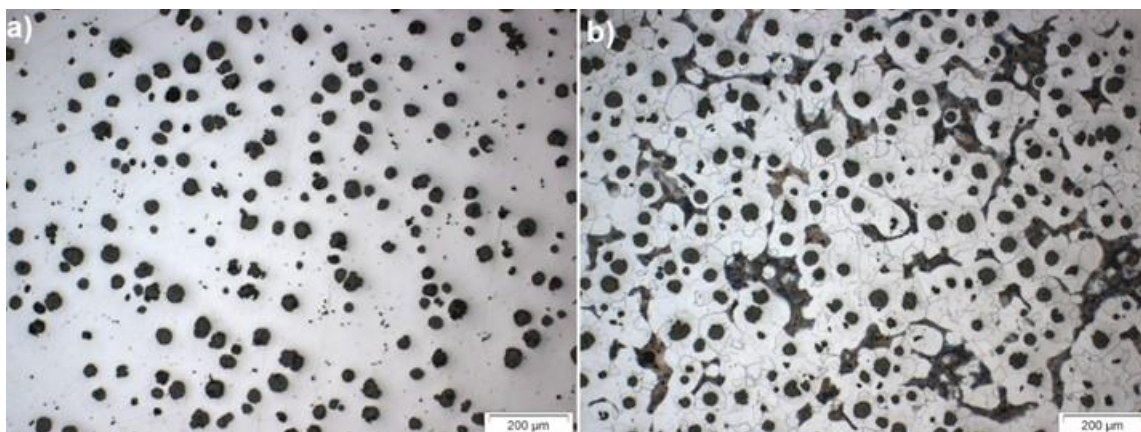


Figura 5.8: Imagem obtida por microscopia óptica do ferro fundido nodular no estado bruto de fundição: a) Estrutura típica representante das amostras na condição de sem ataque metalográfico; b) Estrutura na condição de ataque com Nital 4% para a ilustração da matriz metálica.

Os ferros fundidos nodulares produzidos nesta tese apresentaram baixo número de nódulos de grafita, devido a carga para fusão não conter gusa, apresentando baixo potencial de nucleação. Para aumentar a contagem de nódulos pode-se utilizar outros processos, como por exemplo o processo “*in mold*”. Neste trabalho optou-se pelo método de nodularização na panela, o que produziu menor número de nódulos em relação ao método “*in mold*”, no entanto ainda assim foi possível obter uma boa combinação de resistência e alongamento superior ao especificado em normas como ASTM A536 (ASTM A536-84, 2019).

### 5.5.1.2 Microestrutura do ferro fundido nodular austemperado

Na figura 5.9 são apresentadas a microestrutura da amostra tratada por austêmpera a 300°C (ADI 300), composta de feixes de ferrita bainítica (dentro da área destacada com círculo amarelo na figura 5.9) com cerca de 4 µm de comprimento, martensita (M) com cerca de 9 µm de comprimento e blocos de martensita/austenita (MA) menores e maiores variando de 3 µm de espessura. A microestrutura heterogênea é devido a segregação de elementos, apresentando austenita estabilizada em torno dos nódulos de grafita com alto teor de carbono e nas regiões intercelulares austenita com baixo teor de carbono. Durante o resfriamento ou após a austêmpera, parte desta austenita não-estabilizada pode se transformar em martensita (YESCAS; BHADESHIA, 2002). Embora o tratamento de austêmpera tenha sido realizado acima da temperatura de transformação inicial da martensita ( $M_i=223^\circ\text{C}$ ), houve formação da martensita. Isto se deve ao teor de manganês que não é o ideal para produção de ADI, além da baixa nodularização que favoreceu a segregação de elementos, baixando o  $M_i$  local.

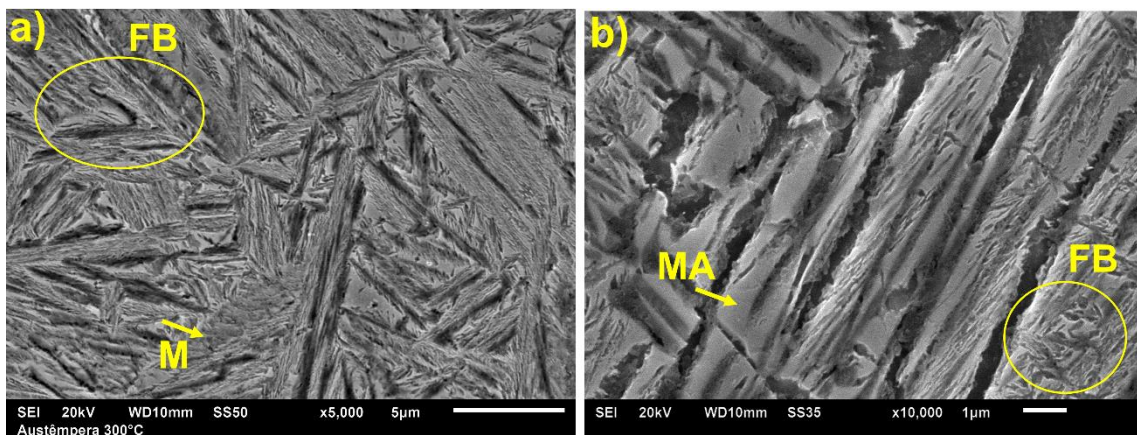


Figura 5.9: Imagens MEV das amostras submetidas a austêmpera a 300°C (ADI 300), onde M é martensita e MA é martensita/austenita e o círculo amarelo destaca uma das regiões da ferrita bainítica (FB).



### 5.5.1.3 Microestrutura do ferro fundido nodular tratado por T&P convencional (dois fornos)

A microestrutura final dos ferros fundidos nodulares após o tratamento de têmpera e partição (T&P) foi composta de placas de martensita oriundas da etapa de têmpera e ferrita bainítica produto da etapa de partição.

Na figura 5.10 são apresentadas a microestrutura da amostra tratada por têmpera e partição convencional (T&P-C 300), composta de martensita particionada (M) variando de 3 a 14  $\mu\text{m}$  de comprimento e feixes de ferrita bainítica com cerca de 2  $\mu\text{m}$  de comprimento. Esta martensita foi formada no resfriamento da temperatura de austenitização e particionada na etapa isotérmica de partição, como mostrado em outros dados da literatura (MELADO, 2018; NISHIKAWA, ARTHUR SEIJI, 2018).

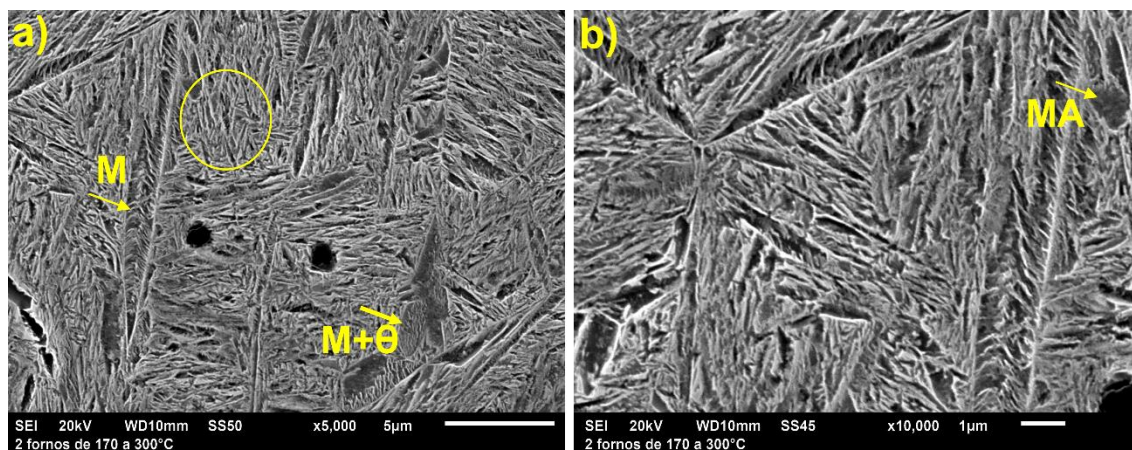


Figura 5.10: Imagens MEV das amostras submetidas a T&P-C 300, onde M é martensita,  $\theta$  são carbonetos e o círculo destaca uma das regiões da ferrita bainítica.

O interior de algumas placas de martensita apresenta umas espécies de “estrias” que possivelmente podem ser consideradas como carbonetos ( $\theta$ ). No entanto, para confirmação seria necessário maiores investigações como por exemplo a microscopia eletrônica de transmissão. Na tese de Melado (2018), foram encontrados carbonetos na forma de “estrias” alinhadas ou não no interior das placas de martensita conforme mostrado na figura 5.11 (MELADO, 2018).

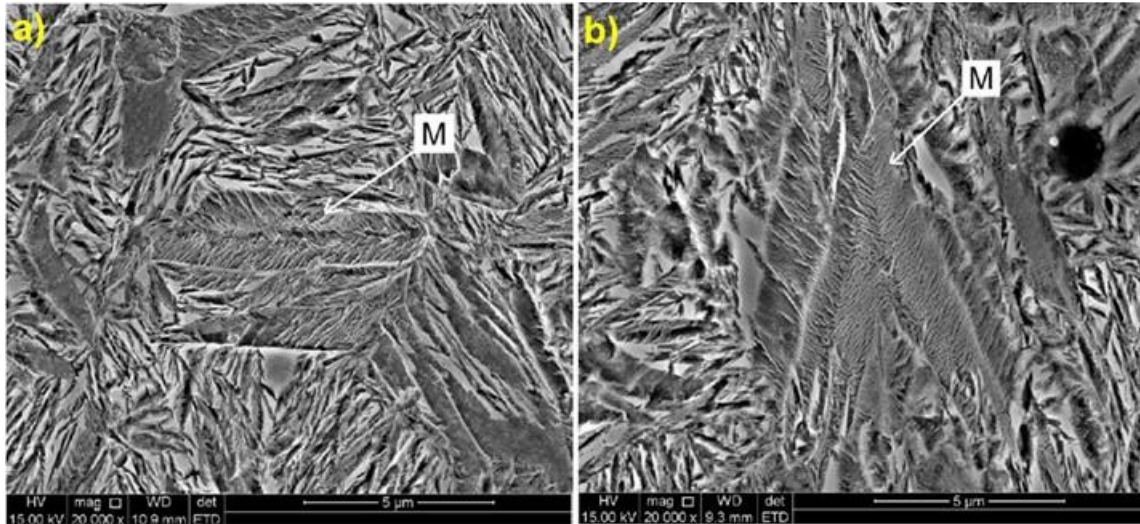


Figura 5.11: Imagens de MEV do ferro fundido nodular tratado por T&P: a) temperatura de têmpera de 140°C e a de partição 300°C por 15 min.; b) temperatura de têmpera de 140°C e a de partição 375°C por 15 minutos. Adaptada da tese de Melado (2018) (MELADO, 2018).

Estas estrias foram consideradas por Melado (2018) como carbonetos de transição, baseado em dados da literatura que relatam a precipitação de carbonetos durante a partição em aços de baixo e médio carbono (HAJYAKBARY et al., 2016; SANTOFIMIA; ZHAO; SIETSMA, 2009; TOJI; MATSUDA; RAABE, 2016). Na figura 5.12 são mostradas as estrias em aços. Estas estrias seriam carbonetos de transição, produto do revenimento da martensita primária que devido ao alto teor de silício não se transformaram em cementita (HAJYAKBARY et al., 2016; SANTOFIMIA; ZHAO; SIETSMA, 2009; TOJI; MIYAMOTO; RAABE, 2015; ZHOU; NORTHWOOD; LIU, 2021).

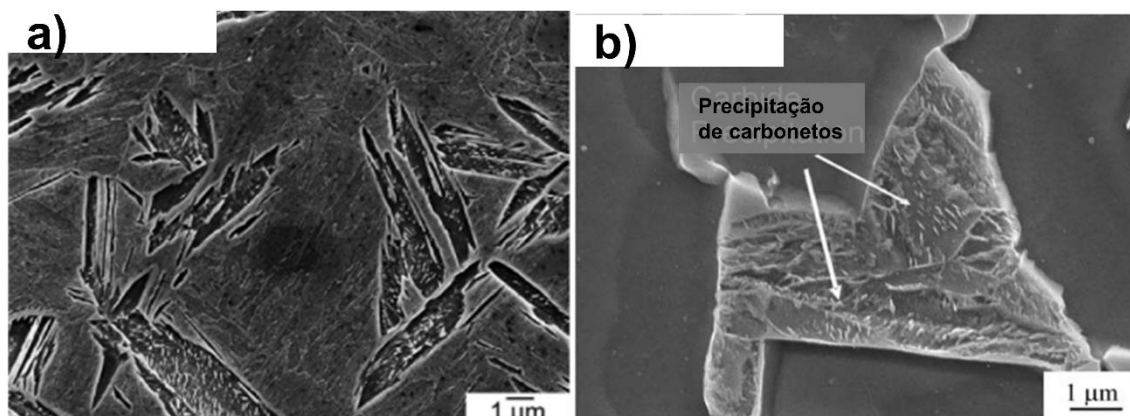


Figura 5.12: Imagens obtidas por MEV em aço tratado por T&P: a) temperatura de têmpera de 260°C e a de partição 400°C por 5 min. ; b) temperatura de têmpera de 125°C e a de partição 350°C por 10 segundos. Adaptada de (HAJYAKBARY *et al.*, 2016; SANTOFIMIA; ZHAO; SIETSMA, 2009).

Na tese de Nishikawa (2018), que avaliou a viabilidade técnica de T&P em ferros fundidos nodulares, também foi notada a presença de carbonetos com morfologia similares nos tratamentos térmicos com têmpera a 170°C e particionadas a 375°C por 30 s, 5 e 15 min. (NISHIKAWA, 2018), como também nas amostras com têmpera na temperatura de 170°C e particionadas a 300°C e 450°C por 15 minutos. Nishikawa (2018) pontuou que quanto menor a temperatura de partição, mais refinadas são as microestruturas da ferrita bainítica como menores são as dimensões dos carbonetos precipitados no interior da martensita. Nishikawa (2018) utilizou experimentos de difração de raios-X *ex situ* utilizando fonte síncrotron, para avaliar os carbonetos precipitados em amostras temperadas a 170°C e particionadas nas temperaturas de 300 e 375°C por duas horas. Nishikawa (2018) pôde comprovar a presença de carbonetos  $\eta$ , embora a indexação de carbonetos de transição possa apresentar ambiguidades. Dong *et al* também mostraram a presença de carbonetos precipitados no interior da martensita em têmpera a 180°C por 5s e partição a 190°C por 8 horas (DONG *et al.*, 2021).

O silício retarda a formação da cementita durante a transformação banítica, resultando na ferrita banítica livre de carboneto, mas não impede a precipitação de carbonetos de transição épsilon (BHADESHIA, 1980; HOON; GEE; BHADESHIA, 2010).

Durante a solidificação no ferro fundido nodular a austenita se forma em torno dos nódulos de grafita, com o avanço da interface sólido/líquido os elementos formadores de carbonetos como Mn, Mo, Cr e Mg são rejeitados pela austenita, ficando em torno das células eutéicas ou regiões intercelulares. Enquanto elementos como Si e Cu segregam inversamente, permanecendo nas regiões onde a austenita se forma primeiro em torno dos nódulos de grafita (JOHNSON; KOVACS, 1978; VAZEHRAD; ELFSBERG; DIÓSZEGI, 2015). Sendo assim, nas regiões intercelulares terá austenita com baixo teor de carbono, que poderá se transformar em martensita nova no resfriamento final, enquanto em torno da grafita com austenita rica em carbono favorecerá a precipitação de carbonetos (OWHADI et al., 1997). A segregação de elementos nas regiões intercelulares irá favorecer a formação de carbonetos que podem reduzir a tenacidade e levar a uma fratura frágil (REFAEY; FATAHALLA, 2003).

A Espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS) integrada ao microscópio eletrônico de varredura (MEV), foi utilizada para analisar a variação da composição química. Os resultados são apresentados na sequência de figuras 5.13 a 5.15 , onde é possível observar que nas regiões próximas aos nódulos de grafita apresenta maiores teores de Si, enquanto o Mn tem maiores picos nas regiões de contornos de células eutéicas. Este comportamento mostra a microsegregação do material durante a solidificação.



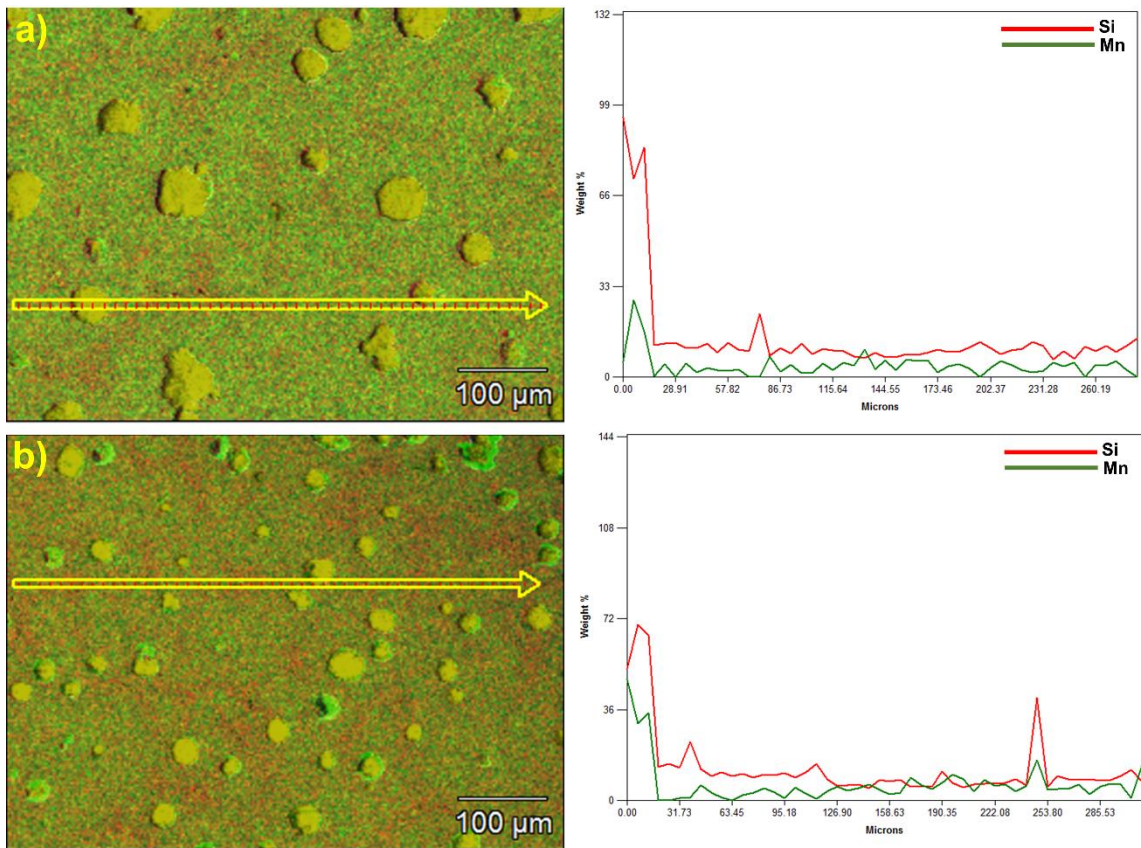


Figura 5.13: Imagens obtidas pela análise de EDS: a) Amostra T&P-R 300; b) Amostra T&P-R 375.

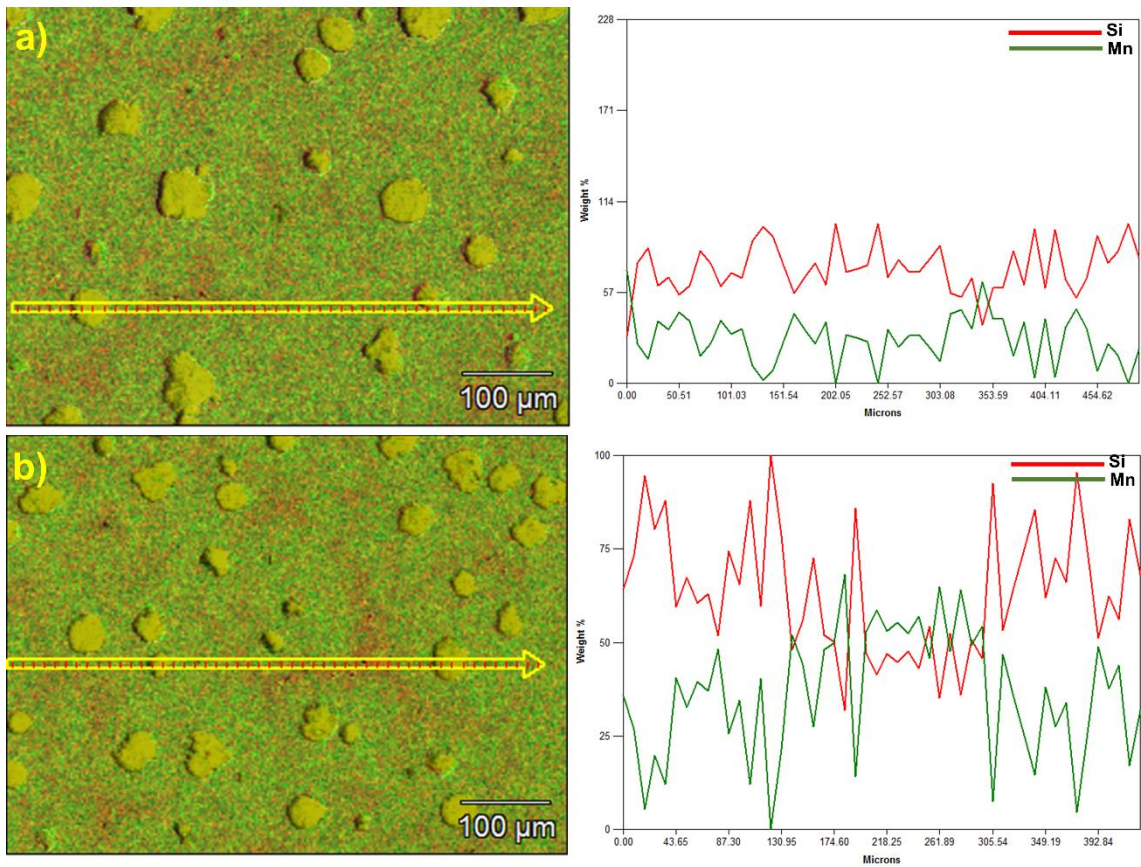


Figura 5.14: Imagens obtidas pela análise de EDS: a) Amostra T&P-C 300; b) Amostra T&P-C 375.

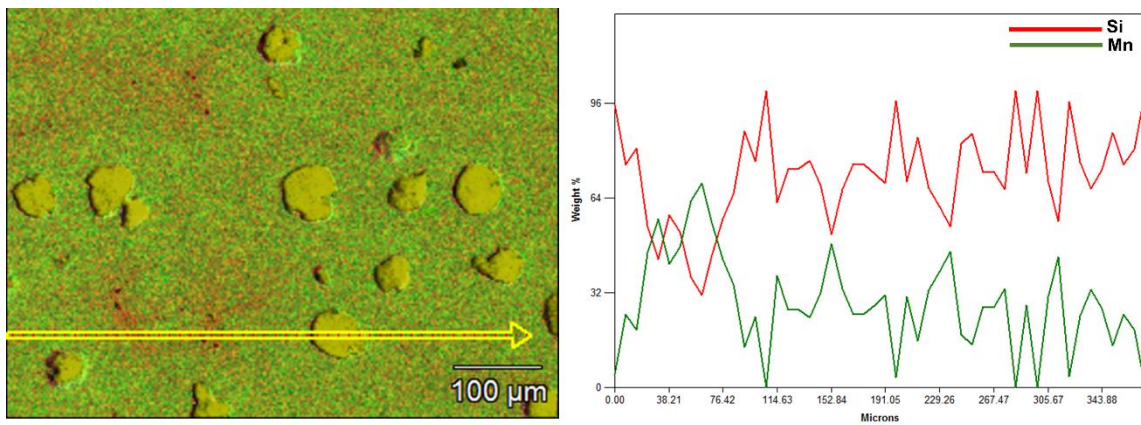


Figura 5.15: Imagens obtidas pela análise de EDS da amostra austemperada ADI 300.



Na figura 5.16 são apresentadas a microestrutura da amostra tratada por têmpera e partição convencional T&P-C 375, composta de martensita (M) de cerca de 8  $\mu\text{m}$ , mais carbonetos ( $\theta$ ) e feixes de ferrita bainítica com cerca de 2  $\mu\text{m}$ .

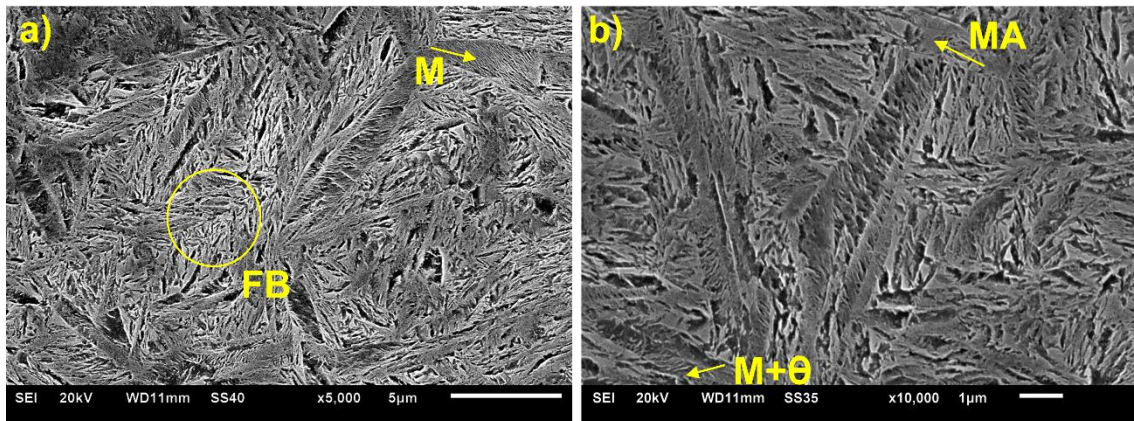


Figura 5.16: Imagens MEV das amostras submetidas a T&P-C 375, onde M é martensita,  $\theta$  são carbonetos e o círculo destaca uma das regiões da ferrita bainítica.

#### 5.5.1.4 Microestrutura do ferro fundido nodular tratado por T&P em rampa (com um único forno)

Na figura 5.17 são apresentadas a microestrutura da amostra tratada por têmpera e partição em rampa T&P-R 300, composta de martensita revenida (M) com cerca de 7  $\mu\text{m}$  mais carbonetos ( $\theta$ ), martensita/austenita (MA) com cerca de 1  $\mu\text{m}$  e feixes de ferrita bainítica com cerca de 1  $\mu\text{m}$ .

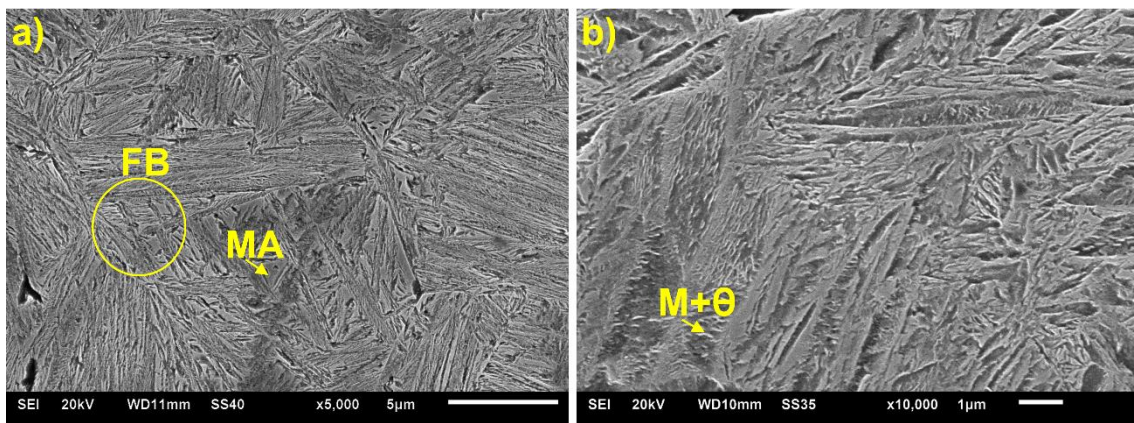


Figura 5.17: Imagens MEV das amostras submetidas a T&P-R 300, onde M é martensita,  $\theta$  são carbonetos, MA é martensita/austenita e o círculo destaca uma das regiões da ferrita bainítica.

Na figura 5.18 são apresentadas a microestrutura da amostra tratada por têmpera e partição em rampa T&P-R 375, composta de martensita (M) com cerca de 6  $\mu\text{m}$  mais carbonetos ( $\theta$ ), blocos de martensita/austenita (MA) com cerca de 4  $\mu\text{m}$  e feixes de ferrita bainítica com cerca de 2  $\mu\text{m}$ .

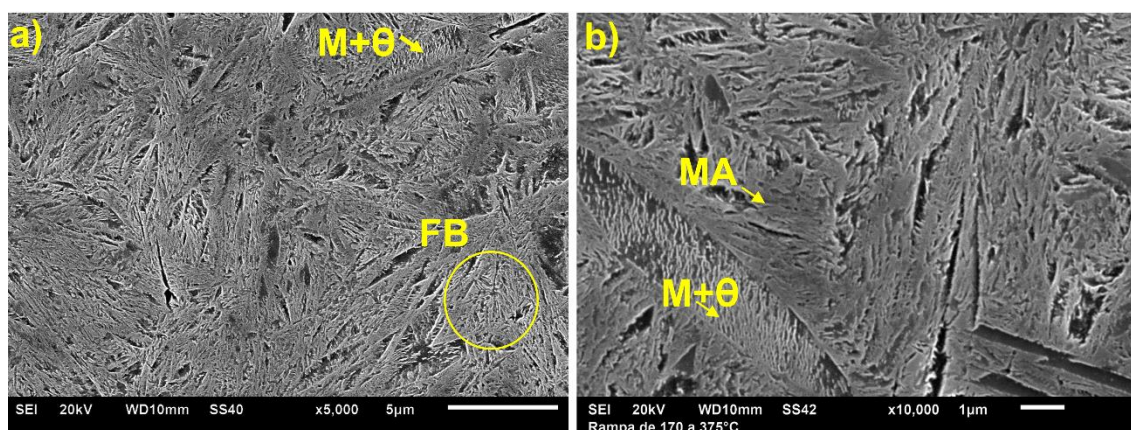


Figura 5.18: Imagens MEV das amostras submetidas a T&P-R 375, onde M é martensita,  $\theta$  são carbonetos, MA é martensita/austenita e o círculo destaca uma das regiões da ferrita bainítica.

As microestruturas obtidas por têmpera e partição (T&P) são compostas por martensita particionada, bainita e austenita retida ou estabilizada por saturação de carbono. A T&P permitiu um maior refinamento da microestrutura em comparação com as amostras austemperadas (figura 5.9). No tratamento de T&P as placas de martensita limitam os grãos de austenita formando pequenos blocos que sofrem reação bainítica produzindo assim um refinamento maior na microestrutura (MELADO et al., 2017; NISHIKAWA et al., 2016).

Segundo Silva *et al.* (2014) para melhorar as características mecânicas do ferro fundido nodular processado por T&P se faz necessário a seleção de temperatura de partição adequada (DA SILVA et al., 2014a). Menores temperaturas de partição permitem que a



austenita se transforme em uma microestrutura mais refinada que reúne simultaneamente maior resistência e alongamento. Na figura 5.19 nota-se que há maior refinamento na microestrutura dos ferros fundidos nodulares em ambas as temperaturas de partição aqui estudadas (300 e 375°C) em relação a amostra austemperada.

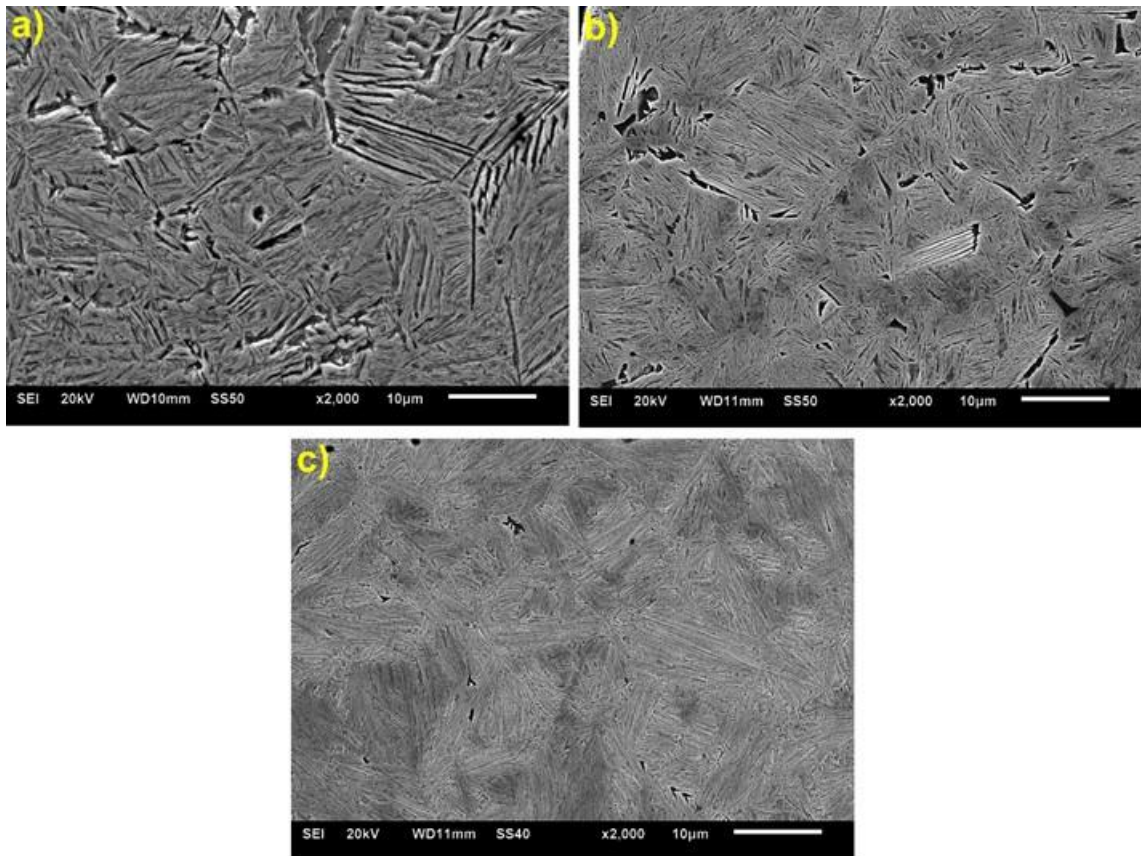


Figura 5.19: Imagens da microestrutura obtidas por MEV: a) ADI 300; b) T&P-C 300; c) T&P-R 375.

A microestrutura obtida com os tratamentos de T&P em rampa e transferência de um forno para outro (convencional) é similar. As amostras processadas por T&P em rampa aparentam ser mais refinadas (figuras 5.20).

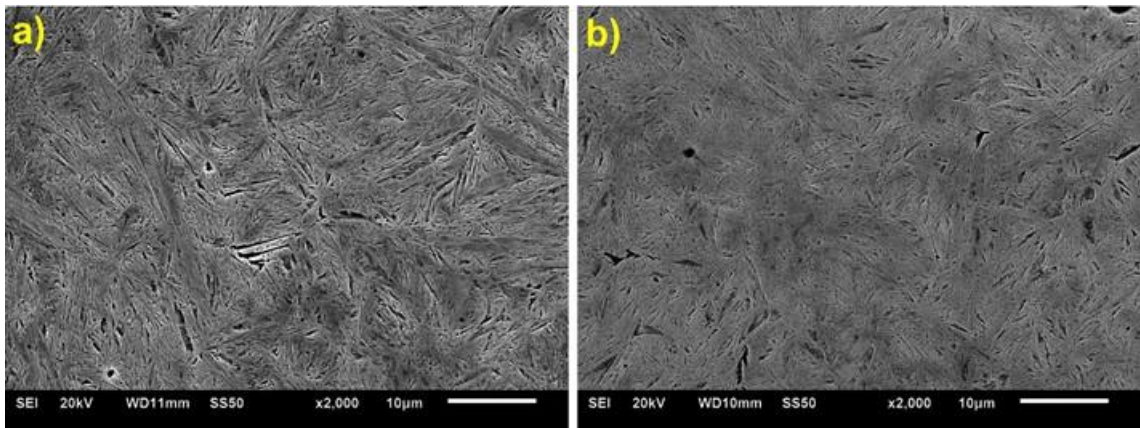


Figura 5.20: Imagens da microestrutura obtidas por MEV: a) T&P-C 375; c) T&P-R 375.

Na figura 5.21 são apresentados os difratogramas dos ferros fundidos nodulares submetidos a T&P. Não é possível fazer distinção entre as fases de ferrita e martensita devido a semelhança cristalográfica causando uma sobreposição dos padrões de difração. Observa-se que as amostras temperadas e particionadas apresentam difratogramas similares, o que está condizente com o volume de austenita retida calculada pela difração de raios-X e exposta na tabela V.3.

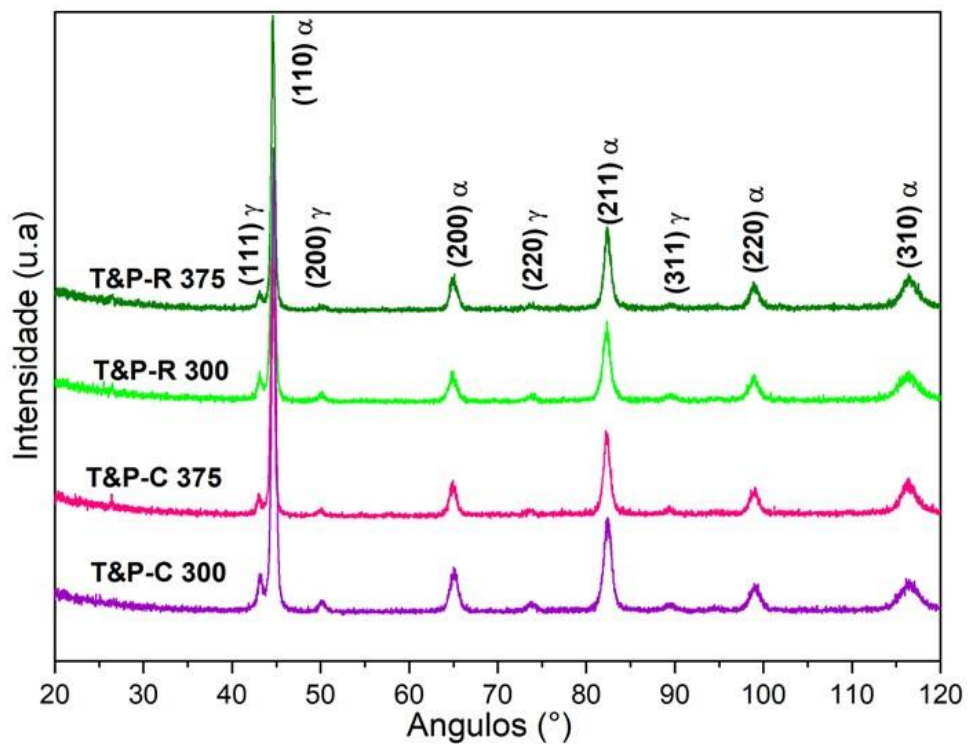


Figura 5.21: Difratogramas dos ferros fundidos nodulares obtidos por DRX.

Na tabela V.3 estão apresentadas as variações das frações de austenita obtidas pela difração de raios-X em relação ao processo de tratamento térmico, onde  $T_T$  é a temperatura de têmpera e  $T_P$  a temperatura de partição. Observa-se que o aumento da temperatura de partição tem-se uma redução na fração de austenita retida. Os resultados estão em conformidade com os difratogramas mostrados na figura 5.21, os materiais particionados a 300°C apresentam maior fração de austenita.

Tabela V.3: Fração volumétrica da austenita e porcentagem de carbono da austenita retida obtida por difração de raios-X.

$T_T/T_P$ (°C)	% fração volumétrica de $\gamma$	Teor de carbono na $\gamma$
T&P-R 300	9	1,69
T&P-R 375	4	1,62
T&P-C 300	10	1,66
T&P-C 375	6	1,89

Conforme literatura a máxima fração volumétrica de austenita está relacionada a temperatura isotérmica de transformação (YANG; PUTATUNDA, 2004b, 2004a; YESCAS; BHADSHIA, 2002). No tratamento de têmpera e partição espera-se que o enriquecimento da austenita ocorra por duas formas. Uma forma seria partição de carbono da martensita supersaturada para austenita e a outra pela formação de ferrita banítica, que devido à baixa solubilidade de carbono o rejeita para a austenita.

As amostras particionadas em dois fornos apresentam um teor maior de carbono na austenita com o aumento da temperatura de partição. Segundo a tese de Melado (MELADO, 2018), o enriquecimento da austenita na etapa de partição a 300°C é mais lento que a 375°C. A maior temperatura de partição leva a formação de martensita com alto teor de carbono que é frágil. O tratamento de T&P com partição em dois fornos a 300°C apresentou resistência a tração e escoamento maiores em relação à T&P a 375°C na condição de dois fornos, provavelmente devido a formação da martensita com alto teor de carbono (tabela V.3).

No entanto, no tratamento de têmpera e partição em rampa, ou seja, em um único forno, este comportamento não foi observado. As amostras particionadas em rampa não apresentaram variação acentuada do carbono dissolvido na austenita com o aumento da

temperatura de partição. No caso da partição em rampa de 170°C à 300°C (taxa de 50°C/h e tempo de 2,6 h) e de 170°C à 375°C (taxa de 50°C/h e tempo de 4,1 h) ocorre atraso na cinética de transformação de fases. Na temperatura de 300°C a transformação é mais lenta e o tempo de partição menor, então parte da austenita não transformada é convertida em martensita nova supersaturada de carbono, reduzindo a resistência do ferro fundido nodular.

A microestrutura de origem para ambos os tratamentos de T&P por rampa ou dois fornos é a mesma. A diferença entre ambos se dá na etapa de partição. No tratamento em rampa, como é realizada no mesmo forno, há o aumento gradativo da temperatura. A transformação de fases ocorrerá concomitante ao aumento de temperatura. A microestrutura formada na partição em um único forno é mais refinada em comparação à de dois fornos. Em rampa (único forno), com maior refino da microestrutura, há mais interfaces austenita/martensita para a nucleação de ferrita bainítica, havendo maior consumo de austenita. A maior presença de bainita irá favorecer o melhor desempenho das propriedades mecânicas.

Nishikawa *et al.* (2019) propuseram que o conteúdo final de carbono da austenita de um ferro fundido nodular tratado por T&P é altamente dependente das propriedades termodinâmicas e dos tipos de carbonetos precipitados na martensita (NISHIKAWA *et al.*, 2019b). Quando os aglomerados de carbono aparecem dentro da martensita, mais átomos de carbono se dividirão em austenita. Como resultado, o teor de carbono na austenita é maior e a distribuição do átomo de carbono ao longo da interface é mais heterogênea, em comparação com a precipitação de carboneto na martensita. Os átomos de carbono, que se difundem da martensita inicial para a austenita, podem enriquecer e estabilizar a austenita, diminuindo o  $M_i$  local a um nível abaixo da temperatura de partição, estimulando a formação de bainita na etapa de partição.



### 5.5.2 Análise do comportamento mecânico

Na Tabela V.4 são apresentados os resultados da caracterização mecânica dos ferros fundidos nodulares no estado bruto de fundição e submetidos aos tratamentos térmicos propostos neste trabalho.

Tabela V.4: Resultados de caracterização mecânica do ferro fundido nodular sendo : Alongamento total (Al.); Limite de escoamento (L.E.); limite de resistência (L.R.); Tenacidade à fratura.

Identificação amostra	L.R. (MPa)	L.E. (MPa)	Al (%)	Dureza (HV1)	Tenacidade (J)
Bruto de fundição	505 +/- 13	345 +/- 6	19 +/- 0,6	ND	ND
Têmpera 170	684 +/- 53	629 +/- 1	0	ND	5
T&P-R 170/300	1659 +/- 52	1641 +/- 60	0,7 +/- 0,1	498 +/- 69	44 +/- 1
T&P-R 170/375	1757 +/- 43	1722 +/- 8	0,9 +/- 0,4	526 +/- 91	44 +/- 5
T&P-C 170/300	1743 +/- 40	1679 +/- 13	1,7 +/- 0,3	509 +/- 89	68 +/- 6
T&P-C 170/375	1584 +/- 10	1486 +/- 17	3,5 +/- 0,8	522 +/- 80	69 +/- 11
ADI 300 (austêmpera)	1625 +/- 34	1492 +/- 10	3,4 +/- 0,75	525 +/- 50	83 +/- 2
ASTM A897/A897M- 16 Classe 5	1600	1300	1	425-544	20

Nota ND: Não determinado

Conforme a microestrutura do estado bruto de fundição (figura 5.8), as propriedades mecânicas são coerentes com as apresentadas na tabela V.4, e explicam a obtenção de limites de ruptura próximos de 500 MPa aliados a alongamentos em torno de 20%. Na condição do ferro fundido bruto de fundição, ou seja, sem tratamentos térmicos observa-se atendimento às classes 60-40-18 e 65-45-12 da norma ASTM A 536 sendo as classes de maior ductilidade (ASTM A536-84, 2019).

Após têmpera sem partição, as amostras apresentaram maior resistência à tração e escoamento comparado ao estado bruto de fusão com conseqüente menor alongamento;

isto se deve aos feixes de martensita com emaranhados de dislocações e tensão interna (ZHAO *et al.*, 2016).

Nas figuras 5.22 a 5.24 são apresentadas as curvas tensão de engenharia x deformação do ferro fundido nodular submetido a austêmpera e T&P. Na condição bruta de fusão o ferro fundido nodular apresentou limite de resistência a tração de 505 MPa e de escoamento 345MPa. Após os tratamentos térmicos aqui apresentados foi possível melhorar a resistência do material. O tratamento por T&P (convencional) apresentou melhor resistência, embora a alongamento tenha reduzido de 19% na condição bruta de fusão para 3,5% (T&P-C 375). Estes valores são superiores aos encontrados na literatura de ferro fundido nodular submetido a T&P (DONG *et al.*, 2021; SILVA, ANDERSON JOSÉ SARETTA TOMAZ DA *et al.*, 2014; ZHAO, PIPENG *et al.*, 2016).

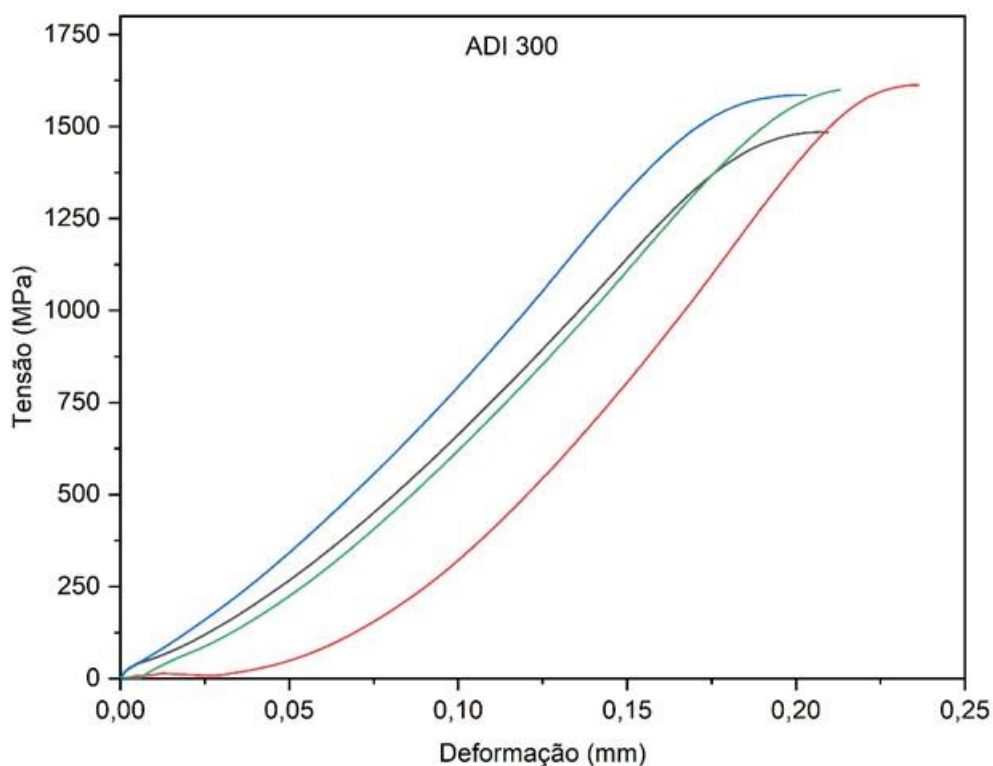


Figura 5.22: Curva tensão de engenharia x deformação ferro fundido nodular processado por austêmpera (ADI 300).

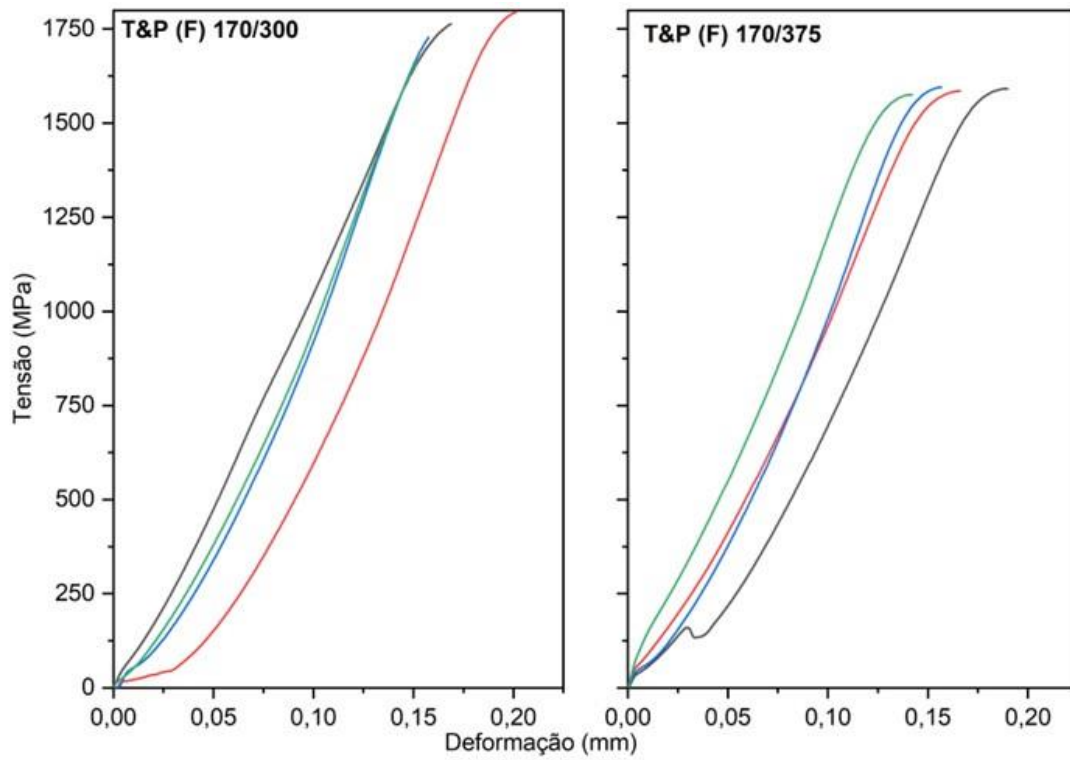


Figura 5.23: Curva tensão de engenharia x deformação ferro fundido nodular processado por T&P convencional.

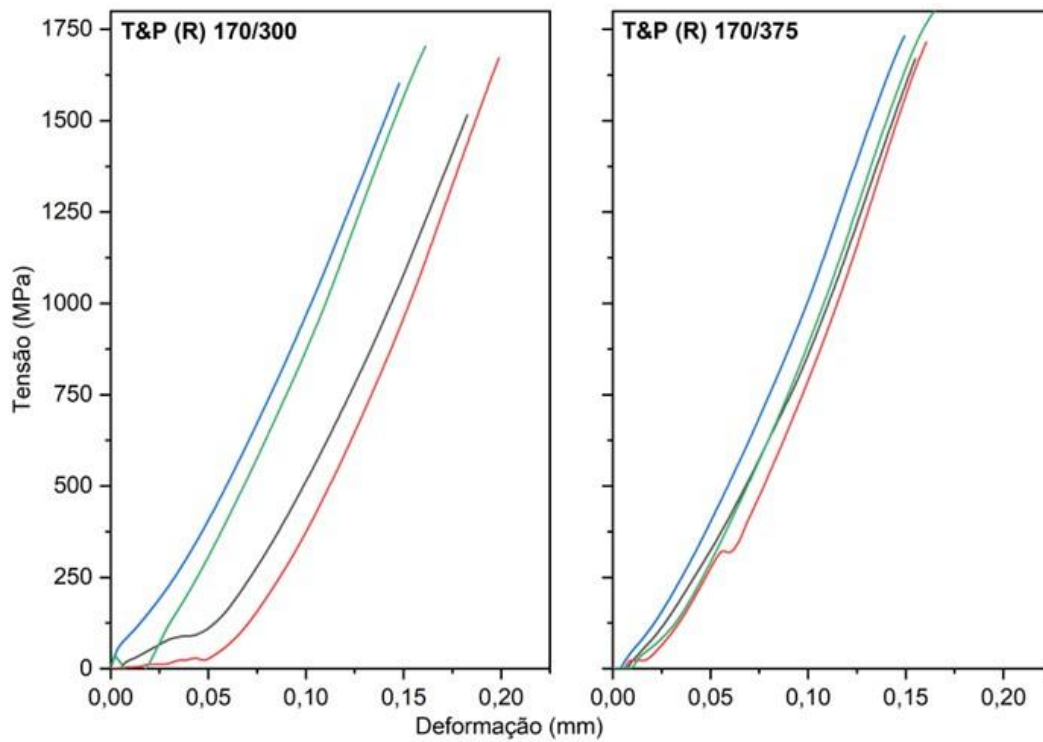


Figura 5.24: Curva tensão de engenharia x deformação ferro fundido nodular processado por T&P por rampa.

Nota-se que o ferro fundido nodular tratado em rampa na condição T&P -R 375 apresenta maior limite de resistência à tração e escoamento comparado com os demais processos, mas conseqüentemente acarretou uma queda no alongamento. Os ferros fundidos tratados por T&P em rampa apresentaram resistências mecânicas muito elevadas, porém, o alongamento menor que 1% não atende a classe 5.

É possível notar também, que o ferro fundido nodular tratado na condição convencional T&P-F 375 apresenta menor limite de resistência à tração e escoamento comparado com os demais processos, mas conseqüentemente um maior alongamento. O ferro fundido nodular particionado em dois fornos (convencional) na temperatura de 375°C apresentou maiores taxas de encruamento, ou seja, maior ductilidade em relação aos demais processos por T&P (figura 5.25). Isto sugere, que a estabilidade da austenita nesta condição é maior, como mostra a tabela V.3, a austenita é mais rica em carbono. A taxa de encruamento depende da quantidade de austenita estabilizada (TAUB et al., 2019).

O ferro fundido nodular tratado pelo processo T&P-C 375 (em transferência com dois fornos), apresentou uma combinação de limite de resistência, escoamento e alongamento comparável ao ferro fundido nodular austemperado (ADI 300°C). A maior resistência ao impacto foi do ADI 300°C, em relação aos demais processos de tratamento térmico. Os valores apresentados nesse tratamento superam consideravelmente as especificações da classe 5 da norma ASTM A897/A897M-16 para ferros fundidos austemperados conforme pode ser verificado na figura 5.25.

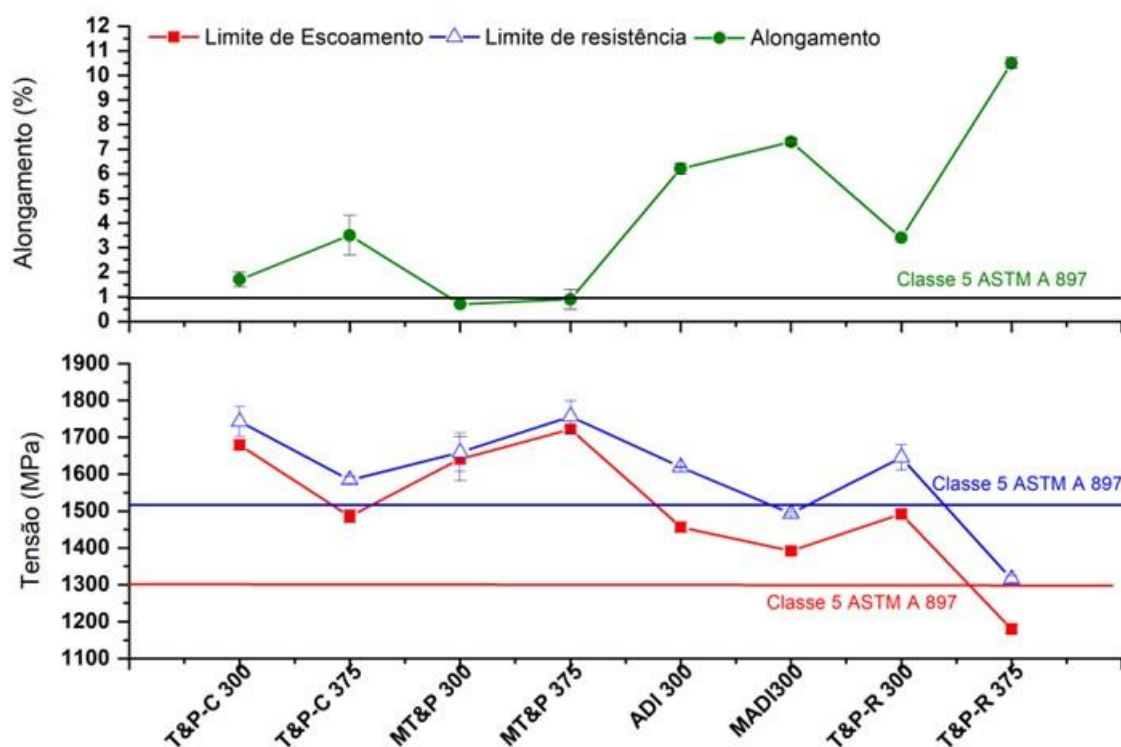


Figura 5.25: Comparação das propriedades mecânicas: T&P em rampa e convencional; austêmpera com os resultados obtidos por Melado. MT&P300 e MT&P375 são valores extraídos da tese de Melado para o tratamento de T&P e MADI300 para o de austêmpera.

No tratamento de T&P convencional, os maiores valores de resistência mecânica foram observados com a menor temperatura de partição (300°C). Isso foi notado por Melado que estudou ferro fundido nodular tratado termicamente de forma similar, porém com uma microestrutura com alto números de nódulos (420 nódulos/mm<sup>2</sup>) devido ao método de inoculação em molde. (MELADO, 2018; MELADO *et al.*, 2017).

Quanto à tenacidade, representada pelo teste de impacto Charpy, os nodulares T&P tratados em dois fornos apresentaram valores superiores aos T&P em rampa e mais próximos do ADI 300. Ressalta-se que para o atendimento da classe 5 (de maior resistência) da norma ASTM A897/A897M-16 a especificação mínima de tenacidade é de 20 J, a qual foi plenamente atendida. A martensita revenida em altas temperaturas na etapa de partição, bem como as frações volumétricas de austenita contribuem para uma maior ductilidade e tenacidade, conforme demonstrado por Melado (MELADO, 2018).

Na tabela V.5 são apresentados os resultados da caracterização mecânica extraídos da tese de doutoramento de Melado (MELADO, 2018). O ADI e o ferro fundido tratado por T&P proposto neste trabalho, apresentaram melhores limite de resistência e escoamento e menor alongamento em comparação a Melado (MELADO, 2018). Embora a composição química e tratamento térmico tenham sido similares, o número de nódulos da matriz no estado bruto de fundição é diferente. Em Melado (MELADO, 2018) a matriz apresentou grau de esferoidização em torno de 85%, e número de nódulos por mm<sup>2</sup> em torno de 416. Na figura 5.25 é possível visualizar a comparação das propriedades mecânicas entre todos os processos. Conforme a literatura, a maior quantidade de nódulos contribui para a homogeneidade da matriz, reduzindo a segregação de elementos, melhorando as propriedades mecânicas (HERVAS et al., 2013; VICENTE et al., 2019; YESCAS; BHADSHIA; MACKAY, 2001).

Tabela V.5: Resultados de caracterização mecânica do ferro fundido nodular retiradas do trabalho de Melado (2018), sendo : Alongamento total (Al.); Limite de escoamento (L.E.); limite de resistência (L.R.); Tenacidade à fratura.

Identificação da amostra	L.R. (MPa)	L.E. (MPa)	Al. (%)	Dureza (HBW)	Tenacidade (J)
T&P 170/300	1619 +/- 7	1456 +/- 13	6,2 +/- 0,23	461 +/- 15	70,2+/-7,12
T&P 170/375	1493+/-5	1392 +/- 7	7,3 +/- 0,14	416 +/- 9	62,5+/-5,86
ADI 300	1316 +/- 9	1180 +/- 10	10,5 +/- 0,22	ND	108+/-9,10
ADI 375	1016 +/- 13	770 +/- 16	16,7 +/- 0,77	ND	172+/-15,87

Nota: ND – não determinado.

Fonte: Adaptado da referência de Melado (MELADO, 2018)

Considerando o tratamento térmico utilizando dois fornos, os maiores valores de resistência mecânica foram obtidos no ferro fundido submetido a menor temperatura de partição (300°C), o que está de acordo com os resultados de Melado (MELADO, 2018). No entanto, no caso do tratamento em um único forno com aquecimento do banho de sais

(em rampa) a constatação é de uma inversão, ou seja, as maiores resistências mecânicas foram observadas para o ferro fundido particionado a 375°C. Isto se deve a diferença na cinética de transformação de fases, como citado na seção anterior.

No tratamento T&P-C 375 (2 fornos) as resistências mecânicas foram menores, no entanto os alongamentos foram os maiores, fato observado também no trabalho de Melado (MELADO, 2018). A explicação pode estar relacionada à maior partição ou revenido da martensita, devido a maior temperatura (375°C) e maior tempo (4 horas) de partição. Enquanto no tratamento em um forno (T&P-R 375), assim que a temperatura de 375°C é alcançada o ferro fundido é resfriado. O material submetido a T&P-C 375 apresentou uma austenita mais rica em carbono (tabela V-4), mais estável, permitindo uma maior deformação plástica. Uma vez que a austenita possui um maior número de planos de escorregamento, favorecendo um maior alongamento (YESCAS; BHADSHIA; MACKAY, 2001). A maior resistência de ferro fundido nodular tratado por T&P está mais relacionada as frações de austenita e bainita do que de martensita (ELMASRY; MAHDY; KANDIL, 2013).

A Figura 5.26 mostra as imagens da superfície de fratura sob impacto das amostras T&P tratadas utilizando dois fornos (a, b) e com modo rampa com um forno de tratamento térmico (c,d). Nas fractografias é possível observar cavidades vazias geradas pelo desprendimento de grafitas e nódulos de grafitas expostos. As amostras T&P-C 300 (Figura 5.26a) apresentam fratura dúctil com a presença de microcavidades, nota-se também a presença de alguns planos de clivagem. Nas amostras T&P-R 300 em rampa (Figura 5.26b) observa-se planos de clivagem e alvéolos, caracterizando fratura dúctil-frágil. Com o aumento da temperatura de partição não há diferenças significativas no mecanismo de fratura.

Observa-se que próximo aos nódulos de grafita há maior área com alvéolos, enquanto nas regiões intercelulares mais planos de clivagem, o que também foi notado em trabalhos similares (MELADO, 2018).

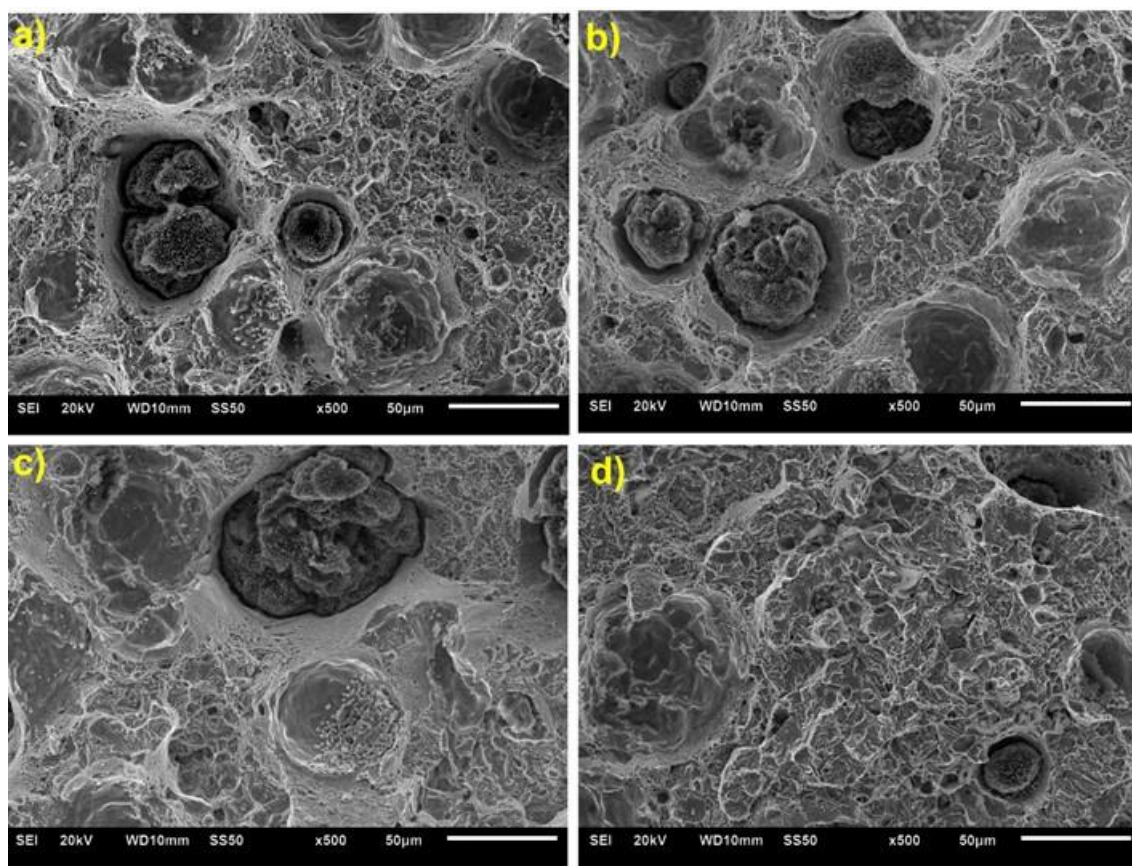


Figura 5.26: Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura dos corpos de prova de tração do ferro fundido nodular: a) T&P-C 300 ; b) T&P-C 375; c) T&P-R 300; d) T&P-R 375.

A martensita revenida em altas temperaturas na etapa de partição, bem como frações volumétricas de austenita contribuem para uma maior ductilidade e energia absorvida sob impacto, conforme demonstrado por Melado (MELADO, 2018). Neste trabalho, resultados similares de tenacidade foram obtidos entre os tratamentos térmicos em rampa e dois fornos em ambas as temperaturas de partição. A menor tenacidade apresentada pelas amostras tratadas em rampa deve-se a maior presença de martensita nova que é mais frágil.

Valores de dureza Vickers são apresentados na figura 5.27. Os valores médios das durezas são similares para todos os ferros fundidos estudados. No entanto observam-se grandes desvios entre os valores de dureza. Isto pode ser justificado em função da microestrutura



multifásica apresentando martensita de mais elevada dureza e austenita retida representando as durezas menores.

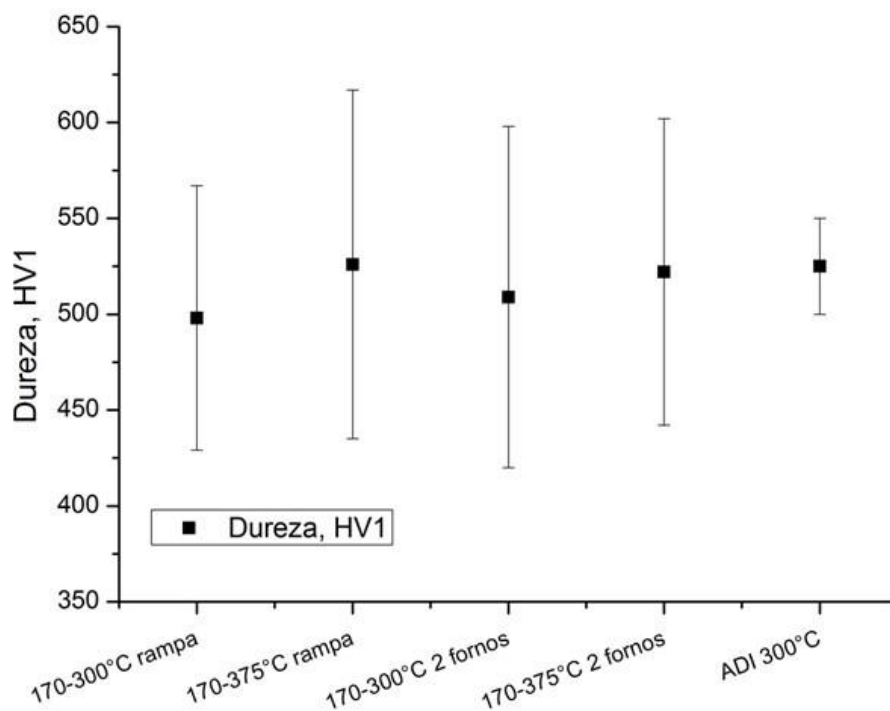


Figura 5.27: Valores médios e desvios de dureza HV1.

### 5.5.3 Comparação com outros ferros fundido nodulares de alta performance

Na tabela V.6 foi realizada uma comparação entre os resultados obtidos neste trabalho e outros similares que também utilizaram o processamento térmico por têmpera e partição em ferro fundido nodular. Nota-se que há poucos trabalhos na área, ainda não existe muito aprofundamento no assunto. Para fins de comparação todas as durezas foram convertidas para Brinell. Para a conversão foi seguido a orientação da norma ASTM A 370 (ASTM, 2014).

Os valores obtidos de resistências mecânicas para os ferros fundidos submetido à T&P seja pelo método de rampa ou convencional, superam os resultados apresentados na literatura com exceção dos estudos apresentados por Melado (MELADO, 2018). Sendo assim, conclui-se que maior número de nódulos por  $\text{mm}^2$  garantiu a melhor performance destes ferros fundidos nodulares em relação aos demais estudos.

O ferro fundido nodular proposto neste trabalho (T&P-R 300) apresenta a maior resistência, porém o menor alongamento.

A combinação de uma microestrutura multifásica composta de feixes de ferrita bainítica de 5 a 80 nm, martensita e filmes de austenita contribuíram para a combinação de alta resistência (1611 MPa) e alongamento (5,11%) obtida no trabalho de Zhou *et al* (ZHOU; NORTHWOOD; LIU, 2021). Na partição em temperaturas abaixo de  $M_i$  a difusão do carbono é lenta, e os átomos de carbono ficam presos nas dislocações dentro da martensita (M) formando aglomerados de carbono. Os átomos de carbono irão para a austenita próxima a  $M_T$  tornando-a mais estável, diminuindo a temperatura de  $M_i$  local possibilitando a formação de bainita na etapa de partição (DONG *et al.*, 2021; NISHIKAWA, ARTHUR S *et al.*, 2019). A bainita irá nuclear nas regiões pobres em carbono próxima as regiões de austenita rica em carbono.

Zhao *et al* (2019) (ZHAO *et al.*, 2016; ZHOU *et al.*, 2019), realizou um dos processamentos térmicos propostos por José (SILVA, 2013) de austenitização por 2h com têmpera (160°C) e partição (300°C) com 2 e 120 minutos respectivamente. No entanto, aumentaram o número de nódulos por  $\text{mm}^2$  e os teores de carbono, silício e cobre. Os autores obtiveram uma melhora na resistência à tração de 1134 para 1495 MPa com alongamento de 2,5 para 2,1%.

Os resultados obtidos neste trabalho foram encorajadores, uma vez que não foram utilizados altos teores de elementos de liga e a baixa contagem de nódulos.

Tabela V. 6: Comparação dos resultados obtidos com outros trabalhos com ferro fundido nodular com tratamento térmico de T&P. Nota: ND não determinado.

Referência/data	Composição química (%p)	Resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)	Dureza (HB)	Austenitização(°C)/tempo(min.)	Têmpera (°C)/tempo (min)	Partição (°C)/tempo(min.)	Grau de nodularização (%)	Número de nódulos por mm <sup>2</sup>
T&P-R 300	3.40 C, 2.37 Si, 0.24 Mn, 0.04 Cu, 0.02Cr, 0,03 Mg, 0.01Ni, 0.04 P, 0.01 S	1659	0,7	498	880/120	170/7	300/120	90	103
T&P-R 375		1757	0,9	526			375/120	91	79
T&P-C 300		1743	1,7	509			300/240	91	102
T&P-C 375		1584	3,5	522			375/240	91	115
(MELADO, 2018)	3.47 C, 2.47 Si, 0.20 Mn, 0.38 Cu, 0.03Cr, 0.03 Mg, 0.01Ni, 0.04 P, 0.01 S	1619	6,2	461	880/120	170/7	300/120	90	416
		1493	7,3	416			375/120	90	416
(SILVA, 2013)	3.49 C, 2.22 Si, 0.24 Mn, 0.49 Cu, 0.03Cr, 0.043 Mg, 0.01Ni, 0.04 P, 0.01 S	1134,2	2,5	411	900/120	160/2.	300/120	95	122
		1267,7	2,3	353			375/120	95	122
	3.48 C, 2.89 Si, 0.52 Mn, 0.50 Cu, 0.03Cr, 0.05 Mg, 0.013Ni, 0.06 P, 0.01 S	1533,3	1,8	400		170/2	300/120	95	163
		1286,9	3,7	370			375/120	95	163
(ZHAO et al., 2016)	3.72 C, 2.34 Si, 0.27 Mn, 0.68 Cu, 0.043 Mg, 0.015 P, 0.015 S	1495	2,1	411	900/120	160/2	300/120	90	280
(WANG et al., 2020b)	3.345 C, 2.351 Si, 0.164 Mn, 0.016 Mg, 0.03 P, 0.017 S	1400	2	411	900/120	160/2	300/30	ND	ND
(NISHIKAWA et al., 2016)	3.60 C, 2.20 Si, 0.60 Mn, 0.1 Cr, 0.7 Cu, 0.04 Mg	1290	ND	377	900/60	145/1	375/30	ND	ND
(DONG et al., 2021)	3.50 C, 2.50 Si, 0.20 Mn, 0.7 Ni, 0.25 Mo, 0.75 Cu, <0.04 P, <0.02S	994	1,05	501	890/30	180/5s	190/480	95	105

## 5.6 Conclusões

É possível obter nos ferros fundidos nodulares convencionais, resistência a tração de 380 MPa com 17% de alongamento até 700 MPa com 2% de alongamento, segundo as especificações em norma. Os ferros fundidos nodulares produzidos neste trabalho utilizando o tratamento térmico T&P, superaram o limite de resistência especificado, no entanto com perda no alongamento.

O processo T&P, com temperatura de têmpera 170°C e partição a 300°C e a 375°C, aplicado ao ferro fundido nodular sem elementos de liga possibilitou microestruturas bem mais refinadas que as do ADI austemperado a 300°C. Consequentemente foram obtidas resistências mecânicas bem superiores ao especificado na classe de mais alta resistência mecânica da norma de ADI, ASTM A897/A897M-16. Foram obtidos em torno de 150 MPa acima do normatizado para a resistência máxima à tração e até 400 MPa acima da especificação da resistência ao escoamento.

O tratamento térmico por T&P mostrou-se uma rota viável na obtenção de ferro fundido nodular com microestrutura multifásica, além de propiciar boa combinação de resistência a tração e tenacidade comparável à de aços de alta resistência.

Apesar do baixo número de nódulos obtidos no ferro fundido estudado nesse trabalho, comparado ao estudo de Melado (2018), observa-se que é possível a obtenção de elevados valores de resistência mecânica embora tenha perda na ductilidade.

A proposta de utilização de um forno (T&P em rampa), permite a obtenção de uma microestrutura refinada composta de bainita, martensita e austenita retida.

Este trabalho mostra a possibilidade de se aplicar o tratamento de têmpera e partição em ferro fundido nodular para melhorar a resistência mecânica, podendo ser aplicado em escala industrial; utilizando um único forno para têmpera e partição.

## 6 Conclusões gerais

Os trabalhos experimentais apresentados nesta tese reforçam a ocorrência de transformações de fases competitivas durante a aplicação do processo de têmpera e partição, tanto para aços como para ferro fundido nodular. Notou-se que a presença de martensita acelera a cinética de transformação da bainita na etapa de partição tanto para o aço quanto para o ferro fundido nodular.

Este trabalho mostra que há a possibilidade de se aplicar o tratamento de têmpera e partição em aço e ferro fundido nodular para melhorar a resistência mecânica. Podendo ser aplicado em escala industrial; utilizando um único forno para têmpera e partição.

O tratamento de T&P permite um maior refinamento da microestrutura tanto em aço quanto no ferro fundido nodular.

- **Em relação ao aço fundido**

No processo de T&P foi obtido uma microestrutura mais refinada composta de ferrita bainítica e austenita rica em carbono e martensita.

Considerando os valores de limite de resistência, escoamento, alongamento e tenacidade apresentados no processo por T&P, é possível reduzir o tempo consideravelmente de tratamento térmico e obter resultados compatíveis com aços conformados. Para a aplicação na área industrial reduzir tempo, impacta também na redução de custos.

Os resultados de resistência mecânica apresentados para a condição de IBT, embora inferiores aos obtidos por T&P, ainda assim são consideráveis, uma vez que não foi utilizado nenhuma atmosfera controlada para a fusão da liga e nenhum processamento mecânico.

A tenacidade obtida no aço fundido processado por T&P foi superior devido ao maior refinamento da microestrutura e austenita mais estável com maior teor de carbono.

A tenacidade obtida no aço fundido processado por IBT foi inferior ao resultado apresentado pelas amostras de T&P, mesmo com maior quantidade de austenita. No entanto a austenita apresentou menor teor de carbono, portanto menos estabilidade podendo se transformar em martensita quando submetida a solicitação mecânica.

- **Em relação ao ferro fundido nodular**

No ferro fundido nodular, a segregação de elementos influi de forma mais significativa na microestrutura formada, devido aos diferentes  $M_i$  nas regiões próximas aos nódulos de grafita e regiões intercelulares.

Os tratamentos de partição em temperaturas de  $375^{\circ}\text{C}$ , favorecem a obtenção de maiores frações de martensita, reduzindo a quantidade de austenita retida. Este comportamento é observado tanto na condição de dois fornos, quanto em rampa.

Comparando com os valores de resistência mecânica definido em norma para produção de ferro fundido nodular, para classes de maiores resistência, o ferro fundido nodular tratado por T&P em rampa ou dois fornos, apresentou valores superiores de resistência e alongamento.

Comparando com os valores de resistência mecânica definido em norma para produção de ferro fundido nodular tratado termicamente, o ferro fundido nodular tratado por T&P em rampa ou dois fornos, apresentou valores superiores de resistência, com alongamento com valores próximos ou superiores.

O processo de T&P em rampa, ou seja, utilizando um único forno, possibilita a obtenção de uma microestrutura mais refinada. O maior refinamento permite mais interfaces austenita/martensita para nucleação da ferrita bainítica favorecendo a obtenção de maior resistência mecânica.

Os valores de tenacidade à fratura na condição T&P convencional foram superiores as de T&P em rampa e das classes de ferro fundido nodular tratado termicamente. A austenita retida nesta condição tem maior estabilidade a temperatura ambiente, devido ao maior teor de carbono.

O aumento de número de nódulos contribuiu para um aumento do alongamento comparando as mesmas condições de tratamento para a partição a 375°C. No entanto, a quantidade de nódulos de grafita não foi suficiente para evitar o efeito da segregação de elementos estabilizadores da austenita (manganês), levando a formação de martensita nova.

O tratamento de partição em rampa teve um maior tempo de partição com elevados valores de resistência. No tratamento em dois fornos com um tempo menor obteve-se uma boa relação de resistência mecânica de alongamento. Sendo assim, é possível reduzir o tempo de partição no tratamento de T&P em rampa e manter uma boa relação de resistência versus ductilidade.

## **7 Sugestões para trabalhos futuros**

Avaliar o impacto do aumento de número de nódulos nas propriedades mecânicas do ferro fundido nodular no tratamento térmico de T&P em rampa e convencional.

Adicionar elementos de liga no ferro fundido nodular como por exemplo o níquel para melhorar a temperabilidade do material, aumentando a partição de carbono da martensita supersaturada para a austenita.

Avaliar a influência de uma maior temperatura de austenitização na quantidade de austenita com maior teor de carbono e propriedades mecânicas.

Fazer o ensaio de dilatométrica nas amostras de ferro fundido nodular processadas por T&P em rampa e convencional para avaliar a cinética de transformação de fases.

Avaliar por meio de microscopia eletrônica de transmissão, a presença de carbonetos de transição nas amostras de aço fundido processadas por T&P.



## 8 Referências

AKANDE, I. G. *et al.* Overview of mechanical, microstructural, oxidation properties and high-temperature applications of superalloys. **Materials Today: Proceedings**, v. 43, p. 2222–2231, 2021.

ALLAIN, Sébastien YP *et al.* In Situ Investigation of the iron carbide precipitation process in a Fe-C-Mn-Si Q&P steel. **Materials**, v. 11, n. 7, p. 1087, 2018.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E795-13: Standard practice for X-ray determination of retained austenite in steel with near random crystallographic orientation**. In: Annual Book of ASTM Standards, 2013.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM A370: Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products**, In: Annual Book of ASTM Standards, 2014.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM 897M/A897-16: Standard Specification for Austempered Ductile Iron Castings**, In: Annual Book of ASTM Standards, 2016.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM A536-84: Standard Specification for Ductile Iron Casting**, In: Annual Book of ASTM Standards, 2019

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM A781. Standard Specification for Castings, Steel and Alloy, common requirements, for general industrial use**, In: Annual Book of ASTM Standards, 2016

BHADESHIA, H. K. D. H. The lower bainite transformation and the significance of carbide precipitation. **Acta metallurgica**, v. 28, n. 8, p. 1103-1114, 1980.

BHADESHIA, H. K. D. H.; EDMONDS, D. V. The bainite transformation in a silicon steel. **Metallurgical Transactions A**, v.10, n.7, p. 895-907, 1979.

BHADESHIA, H. K. D. H.; EDMONDS, D. V. Bainite in silicon steels: new composition–property approach Part 2. **Metal Science**, v. 17, n. 9, p. 420–425, 1983.

GARCIA-MATTEO, Carlos, FG, Caballero; HKDH, Bhadeshia. Development of Hard Bainite. **ISIJ International**, v. 43, n. 8, p. 1238–1243, 2003.

CARMO, D. J. **Desenvolvimento do processo tecnológico de fabricação de peças em ferro fundido nodular austemperado (ADI)**. 2003 Dissertação (mestrado) — Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte.2003.

CARMO, D. J. **Obtenção e caracterização de aço fundido bainítico com elevada resistência à fadiga mecânica de alto ciclo**. 2011 Tese (doutorado) — Departamento

de Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de de Minas Gerais, Belo Horizonte.2011.

CHEN, Kui; *et al.* Multiphase microstructure formation and its effect on fracture behavior of medium carbon high silicon high strength steel. **Journal of Materials Science & Technology**, v. 72, p. 81–92, 2021.

CONG, Z. H.; *et al.* Stress and strain partitioning of ferrite and martensite during deformation. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 40, n. 6, p. 1383–1387, 2009.

CULLITY, B. D. **Elements of X-Ray Diffraction**. Addison-Wesley Publishing.

INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON THE SCIENCE AND PROCESSING OF CAST IRON, 2014, Proceedings [...] Simposium on the science and processing of cast iron, Argentina: Mardelplata, 2014.p. 29.

SILVA, E.P. *et al.* **Microstructural evolution of a low-carbon steel during the austenite decomposition below MS**. METAL, p. 528–533, 2014.

DE OLIVEIRA, et al. Effect of low-temperature austempering and quenching and partitioning treatments on adhesive wear resistance of high-silicon multiphase steels. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 29, n. 6, p. 3542–3550, 2020.

DONG, K. *et al.* Wear behavior of a multiphase ductile iron produced by quenching and partitioning process. **Engineering Failure Analysis**, v. 123, p. 105290, 2021.

DU, Y. *et al.* Tribological behavior of austempered ductile iron (ADI) obtained at different austempering temperatures. **Wear**, v. 456–457, n. June, p. 203396, 2020.

DU, Y. *et al.* A superior strength and sliding-wear resistance combination of ductile iron with nanobainitic matrix. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 11, p. 1175–1183, 2021.

EBEL, A. *et al.* High-temperature oxidation of a high silicon SIMO spheroidal cast iron in air with in situ change in H<sub>2</sub>O content. In: **Materials Science Forum**, Trans Tech Publication Ltd, p. 353–360, 2018.

ELMASRY, N. *et al.*, A. Influence of austempering temperature on microstructure and properties of ductile irons. **Journal of Al Azhar University Engineering Sector**, v. 8, n. 26, p. 122–128, 2013.

DIAS, J. F. *et al.*; The effect of reducing the austempering time on the fatigue properties of austempered ductile iron. **Materials Science and Engineering A**, v. 556, p. 408–413, 2012.

GAO, G. *et al.* Concurrent enhancement of ductility and toughness in an ultrahigh strength lean alloy steel treated by bainite-based quenching-partitioning-tempering process. **Materials Science and Engineering A**, v. 702, p. 104–112, 2017.

GAO, G. *et al.* Enhanced ductility and toughness in an ultrahigh-strength Mn-Si-Cr-C steel: The great potential of ultrafine filmy retained austenite. **Acta Materialia**, v. 76, p. 425–433, 2014.

GARCIA-MATEO, C. Bainite and Martensite: Developments and Challenges. **Metals**, v. 8, n. 11, p. 966, 2018.

GIRAULT, E. *et al.* Comparison of the effects of silicon and aluminum on the tensile behaviour of multiphase TRIP-assisted steels. **Scripta Materialia**, v. 44, n. 6, p. 885–892, 2001.

GOLDENSTEIN, H.; AARONSON, H. I. Overall reaction kinetics and morphology of austenite decomposition between the upper nose and the Ms of a hypoeutectoid Fe-C-Cr alloy. **Metallurgical Transactions A**, v. 21, n. 6, p. 1465–1478, 1990.

GUO, H. *et al.* Structure-property relation in a quenched-partitioned low alloy steel involving bainite transformation. **Materials Science and Engineering: A**, v. 667, p. 224–231, 2016.

HAIKO, O. *et al.* Characteristics of carbide-free medium-carbon bainitic steels in high-stress abrasive wear conditions. **Wear**, v. 456–457, 2020.

HAJYAKBARY, F. *et al.* Analysis of the mechanical behavior of a 0.3C-1.6Si-3.5Mn (wt%) quenching and partitioning steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 677, p. 505–514, 2016.

HE, B. B. *et al.* Nanoindentation investigation on the mechanical stability of individual austenite grains in a medium-Mn transformation-induced plasticity steel. **Scripta Materialia**, v. 69, n. 3, p. 215–218, 2013.

HERVAS, I. *et al.* Graphite nodule morphology as an indicator of the local complex strain state in ductile cast iron. **Materials and Design**, v. 52, p. 524–532, 2013.

HOFER, C. *et al.* Structural characterization of “carbide-free” bainite in a Fe-0.2C-1.5Si-2.5Mn steel. **Materials Characterization**, v. 102, p. 85–91, 2015.

HOON, Jae; GEE, In; BHADESHIA, H. K. D. H.  $\epsilon$ -carbide in Alloy Steels : First-principles Assessment, v. 63, p. 121–123, 2010.

HSU, T. Y.; JIN, X. J.; RONG, Y. H. Strengthening and toughening mechanisms of quenching-partitioning-tempering (Q-P-T) steels. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 577, n. SUPPL. 1, p. S568–S571, 2013.

HSU, T. Y.; XU, Zu Yao. Design of Structure, Composition and Heat Treatment Process for High Strength Steel. **Materials Science Forum**, v. 561–565, p. 2283–2286, 2007.

HU, Jun. Low-density nanostructured bainitic steel with fast transformation rate and high impact-toughness. **Materials Letters**, v. 261, p. 127105, 2020.

JOHNSON, W. C.; KOVACS, B. V. The effect of additives on the eutectoid transformation of ductile iron. **Metallurgical Transactions A**, v. 9, n. 2, p. 219–229, 1978.

KANG, J. *et al.* Low cycle fatigue behavior in a medium-carbon carbide-free bainitic steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 666, p. 88–93, 2016.

KICKINGER, C. *et al.* Microstructure and mechanical properties of partially ferritic Q&P steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 815, 2021.

KIRSCH, J.; KYLING, H. Optimized cast components in the drive train of wind turbines and inner ring creep in the main bearing seat. **Forschung im Ingenieurwesen**, v. 85, n. 2, p. 199–210, 2021.

KONCA, E.; TUR, K.; KOÇ, E. Effects of Alloying Elements (Mo, Ni, and Cu) on the Austemperability of GGG-60 Ductile Cast Iron. **Metals**, v. 7, n. 8, p. 320, 2017.

KONG, H. *et al.* One-step quenching and partitioning treatment of a commercial low silicon boron steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 707, n. September, p. 538–547, 2017.

LAI, J.; YU, J.; WANG, J. Effect of quenching-partitioning treatment on the microstructure, mechanical and abrasive properties of high carbon steel. **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**, v. 28, n. 4, p. 676–687, 2021.

LABRECQUE, C., GAGNÉ, M. "Ductile Iron: Fifty Years of Continuous Development", **Canadian Metallurgical Quarterly**, v. 37, n. 5, p. 343–378, 18 dez. 1998

LI, Q. *et al.* Improved Mechanical Properties of a Quenched and Partitioned Medium-Carbon Bainitic Steel by Control of Bainitic Isothermal Transformation. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 29, n. 1, p. 32–41, 2020.

LI, Y. *et al.* A review of the thermal stability of metastable austenite in steels: Martensite formation. **Journal of Materials Science & Technology**, v. 91, p. 200–214, 2021.

LIU, E. *et al.* Effect of Isothermal Transformation Times below Ms and Tempering on Strength and Toughness of Low-Temperature Bainite in 0.53 C Bainitic Steel. **Materials**, v. 13, n. 10, p. 2418, 2020.

LONG, X. Y. *et al.* Low-temperature bainite in low-carbon steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 594, p. 344–351, 2014.

LONG, X. Y.; ZHANG, F. C.; ZHANG, C. Y. Effect of Mn content on low-cycle fatigue behaviors of low-carbon bainitic steel. **Materials Science and Engineering A**,

v. 697, p. 111–118, 2017.

LU, J. *et al.* Study of microstructure , mechanical properties and impact-abrasive wear behavior of medium-carbon steel treated by quenching and partitioning ( Q & P ) process. **Wear**, v. 414–415, n. May, p. 21–30, 2018.

MAHESWARI, N. *et al.* Influence of alloying elements on the microstructure evolution and mechanical properties in quenched and partitioned steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 600, p. 12–20, 2014.

MATLOCK, D. *et al.* Application of the quenching and partitioning (Q&P) process to a medium-carbon, high-Si microalloyed bar steel. **Materials Science Forum**, v. 426–432, n. 2, p. 1089–1094, 2003.

MELADO, A. C. **Ferros fundidos nodulares de alta resistência obtidos por tratamento térmico de têmpera e partição: microestrutura e comportamento mecânico**. 2018. Tese (doutorado) — Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.

MELADO, A. C. *et al.* Effect of microstructure on fatigue behaviour of advanced high strength ductile cast iron produced by quenching and partitioning process. **International Journal of Fatigue**, v. 104, p. 397–407, 2017.

MELADO, A. C. *et al.* Efeito da porcentagem de austenita retida nas propriedades mecânicas de um ferro fundido nodular submetido ao processo de têmpera e partição out. 2018. **Anais [...]** São Paulo, Editora Blucher, out. 2018. p. 2337–2344

MÉNDEZ, S. *et al.* Effect of Silicon and Graphite Degeneration on High-Temperature Oxidation of Ductile Cast Irons in Open Air. **Oxidation of Metals**, v. 91, n. 1–2, p. 225–242, 2019.

MIETTUNEN, I. *et al.* Competitive mechanisms occurring during quenching and partitioning of three silicon variants of 0.4 wt.% carbon steels. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 11, p. 1045–1060, 2021.

MONDAL, J.; DAS, K; DAS, S. Isothermal transformation kinetics, microstructure and mechanical properties of a carbide free bainitic steel. **Materials Characterization**, v. 177, n. April, 2021.

NAVARRO-LÓPEZ, A. *et al* Characterization of bainitic/martensitic structures formed in isothermal treatments below the Ms temperature. **Materials Characterization**, v. 128, n. March, p. 248–256, 2017.

NAVARRO-LÓPEZ, A.; SIETSMA, J.; SANTOFIMIA, M. J. Effect of Prior Athermal Martensite on the Isothermal Transformation Kinetics Below M<sub>s</sub> in a Low-C High-Si Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 47, n. 3, p. 1028–1039, 2016.

NISHIKAWA, A. *et al.* Phase transformation mechanisms during quenching and

partitioning of a ductile cast iron. **Acta Materialia**, v. 179, p. 1–16, 2019. a.

NISHIKAWA, A.S. **Têmpera e partição de ferros fundidos nodulares: microestrutura e cinética**. 2018. Tese (doutorado) — Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.

NISHIKAWA, A.S. *et al* Enhancing mechanical properties of ductile cast iron conrods through different heat treatments. SAE Technical Paper, 2016.

OWHADI, A. *et al*. Microsegregation of manganese and silicon in high manganese ductile iron. **Materials Science and Technology**, v. 13, n. 10, p. 813–817, 1997.

PANNEERSELVAM, S. *et al*. An investigation on the stability of austenite in Austempered Ductile Cast Iron (ADI). **Materials Science and Engineering: A**, v. 626, p. 237–246, 2015.

PEREIRA, L. *et al*. Microstructural and mechanical properties of Cu-Ni-Mn-Mo austempered ductile iron obtained from two-step hot air austempering. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 9, n. 3, p. 3055–3063, 2020.

PIERCE, D. T. *et al*. Quantitative investigation into the influence of temperature on carbide and austenite evolution during partitioning of a quenched and partitioned steel. **Scripta Materialia**, v. 121, p. 5–9, 2016.

PIMENTEL, A. S. O.; GUESSER, W. L. Austempering heat treatment in ductile iron with niobium and chromium additions | Tratamento térmico de austêmpera em ferro fundido nodular com adições de nióbio e de cromo. **Revista Matéria**, 2017.

PUTATUNDA, S.K. Development of austempered ductile cast iron (ADI) with simultaneous high yield strength and fracture toughness by a novel two-step austempering process. **Materials Science and Engineering A**, v. 315, n. 1–2, p. 70–80, 2001.

PUTATUNDA, S. *et al* Development of a high strength high toughness ausferritic steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 513–514, n. C, p. 329–339, 2009.

RAO, P. P. PUTATUNDA, S.K. Influence of microstructure on fracture toughness of austempered ductile iron. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 28, n. 7, p. 1457–1470, 1997.

REFAEY, A.; FATAHAL, N. Effect of microstructure on properties of ADI and low alloyed ductile iron. **Journal of Materials Science**, v. 38, n. 2, p. 351–362, 2003.

ROBERTS, C. S. Effect of Carbon on the Volume Fractions and Lattice Parameters Of Retained Austenite and Martensite. **Jom**, v. 5, n. 2, p. 203–204, 1953.

SANTOFIMIA, M. J.; ZHAO, L.; SIETSMA, J. Microstructural evolution of a low-carbon steel during application of quenching and partitioning heat treatments after

partial austenitization. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 40, n. 1, p. 46–57, 2009.

SHEN, Y. F. *et al* Effects of retained austenite volume fraction, morphology, and carbon content on strength and ductility of nanostructured TRIP-assisted steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 636, p. 551–564, 2015.

SILVA, A.J.S.T. **Têmpera e partição em ferros fundidos nodulares**. 2013. Dissertação (mestrado) — Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.

SILVA, A. J.S.T.*et al*. Quenching and partitioning heat treatment in ductile cast irons. **Materials Research**, v. 17, n. 5, p. 1115–1123, 2014.

SONG, C. *et al*. The stability of retained austenite at different locations during straining of I&Q&P steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 670, p. 326–334, 2016.

SPEER, J. *et al*. Carbon partitioning into austenite after martensite transformation. **Acta Materialia**, v. 51, n. 9, p. 2611–2622, 2003.

SPEER, J. *et al*. Partitioning of carbon from supersaturated plates of ferrite, with application to steel processing and fundamentals of the bainite transformation. **Current Opinion in Solid State and Materials Science**, v. 8, n. 3–4, p. 219–237, 2004.

STAWARZ, M.; NUCKOWSKI, P.M. Effect of Mo addition on the chemical corrosion process of SiMo cast iron. **Materials**, v. 13, n. 7, p. 1–10, 2020.

TAUB, A. *et al*. Materials for Automotive Lightweighting. **Annual Review of Materials Research**, v. 49, p. 327–359, 2019.

TISZA, M. Three Generations of Advanced High Strength Steels in the Automotive Industry. In: **Vehicle and Automotive Engineering**, Springer, Singapore, 2021. p. 81–94.

TOJI, Y.; MATSUDA, H.; RAABE, D. Effect of Si on the acceleration of bainite transformation by pre-existing martensite. **Acta Materialia**, v. 116, p. 250–262, 2016.

TOJI, Y. *et al*. Carbon partitioning during quenching and partitioning heat treatment accompanied by carbide precipitation. **Acta Materialia**, v. 86, p. 137–147, 2015.

TRUDEL, A.; GAGNE, M. Effect of composition and heat treatment parameters on the characteristics of austempered ductile irons. **Canadian Metallurgical Quarterly**, v. 36, n. 5, p. 289–298, 1997.

VAN BOHEMEN, S. M. C.; SANTOFIMIA, M. J.; SIETSMA, J. Experimental evidence for bainite formation below Ms in Fe-0.66C. **Scripta Materialia**, v. 58, n. 6, p. 488–491, 2008.

VARSHNEY, A. *et al*. Super strong and highly ductile low alloy multiphase steels

consisting of bainite, ferrite and retained austenite. **Materials and Design**, v. 95, p. 75–88, 2016.

VAZEHRAD, S.; ELFSBERG, J.; DIÓSZEGI, A. Study of microstructure and silicon segregation in cast iron using color etching and electron microprobe analysis. **Materials Characterization**, v. 104, p. 132–138, 2015.

VICENTE, A. A. *et al.* Nucleation and growth of graphite particles in ductile cast iron. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 775, p. 1230–1234, 2019.

WANG, K. *et al.* Ultrahigh strength-toughness combination in Bainitic rail steel: The determining role of austenite stability during tempering. **Materials Science and Engineering A**, v. 662, p. 162–168, 2016.

WANG, X. D. *et al.* Novel ultrahigh-strength nanolath martensitic steel by quenching – partitioning – tempering process. **Journal of Materials Research**, v.24, n.1, p. 260–267, 2009

WANG, Z. *et al.* The Effect of Quenching and Partitioning Heat Treatment on the Wear Resistance of Ductile Cast Iron. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 29, n. 7, p. 4370–4378, 2020.

XIA, P. *et al.* Effect of alloying and microstructure on formability of advanced high-strength steels processed via quenching and partitioning. **Materials Science and Engineering: A**, v. 831, n. July 2021, p. 142217, 2022.

XIONG, X. C. *et al.* The effect of morphology on the stability of retained austenite in a quenched and partitioned steel. **Scripta Materialia**, v. 68, n. 5, p. 321–324, 2013.

YANG, J.; PUTATUNDA, S. K. Improvement in strength and toughness of austempered ductile cast iron by a novel two-step austempering process. **Materials and Design**, v. 25, n. 3, p. 219–230, 2004a.

YANG, J.; PUTATUNDA, S.K. Influence of a novel two-step austempering process on the strain-hardening behavior of austempered ductile cast iron (ADI). **Materials Science and Engineering A**, v. 382, n. 1–2, p. 265–279, 2004. b.

YESCAS, M. A.; BHADESHIA, H. K. D. H. Model for the maximum fraction of retained austenite in austempered ductile cast iron. **Materials Science and Engineering A**, v. 333, p. 60–66, 2002.

YESCAS, M. A.; BHADESHIA, H. K. D. H.; MACKAY, D. J. Estimation of the amount of retained austenite in austempered ductile irons using neural networks. **Materials Science and Engineering A**, v. 311, p. 162–173, 2001.

ZHANG, X. *et al.* Mechanical Behavior of Carbide-free Medium Carbon Bainitic Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 45, n. 3, p. 1352–1361, 2014.



ZHAO, P. *et al.* The significance of ultrafine film-like retained austenite in governing very high cycle fatigue behavior in an ultrahigh-strength MN-SI-Cr-C steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 645, p. 116–121, 2015.

ZHAO, P. *et al.* Effect of Quenching and Partitioning Heat Treatment on Ductile Cast Irons. In: **MATEC Web of Conferences**. EDP Sciences, 2016.p.05013.

ZHOU, W.T. *et al.* High Performance Unalloyed Ductile Cast Iron with Multiphase Structure. **Solid State Phenomena**, v. 295, p. 43–48, 2019.

ZHOU, W. *et al.* Effect of quenching and partitioning process to low-alloy wear resistant steel. **Journal of Materials Research** v. 31, n. 5, p. 663–669, 2016.

ZHOU, W.; NORTHWOOD, D. O.; LIU, C. A steel-like unalloyed multiphase ductile iron. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 15, p. 3836–3849, 2021.