

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
SETOR DE ENGENHARIAS, CIÊNCIAS AGRÁRIAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE
MATERIAIS

SELAUCO VUROBI JUNIOR

FERRO NODULAR TEMPERADO E PARTICIONADO APÓS RECOZIMENTOS
INTERCRÍTICOS: CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA

PONTA GROSSA
2025

SELAUCO VUROBI JUNIOR

FERRO NODULAR TEMPERADO E PARTICIONADO APÓS RECOZIMENTOS
INTERCRÍTICOS: CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA

Tese apresentada para a obtenção do título de Doutor em Engenharia e Ciência de Materiais, no Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, da Universidade Estadual de Ponta Grossa, Área de Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Marcio Ferreira Hupalo

PONTA GROSSA
2025

V994 Vurobi Junior, Selaucó
Ferro nodular temperado e particionado após recozimentos intercríticos: caracterização microestrutural e mecânica / Selaucó Vurobi Junior. Ponta Grossa, 2025.
215 f.

Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais - Área de Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais), Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. Marcio Ferreira Hupalo.

1. Ferro nodular. 2. Recozimento intercrítico. 3. Ferrita proeutetoide. 4. Têmpera e partição. 5. Propriedades mecânicas. I. Hupalo, Marcio Ferreira. II. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Desenvolvimento e Caracterização de Materiais. III.T.

CDD: 620.11

SELAUCO VUROBI JUNIOR

FERRO NODULAR TEMPERADO E PARTICIONADO APÓS RECOZIMENTOS
INTERCRÍTICOS: CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA

Tese apresentada para a obtenção do título de Doutor em Engenharia e Ciência de Materiais, no Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Área de Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais.

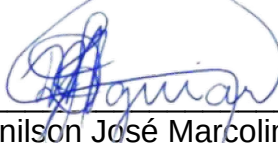
Ponta Grossa, 4 de abril de 2025.



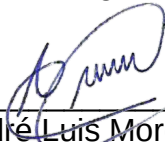
Prof. Dr. Marcio Ferreira Hupalo – Orientador
Doutor em Engenharia de Materiais
Universidade Estadual de Ponta Grossa



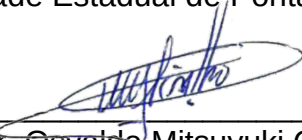
Prof. Dr. Hélio Goldenstein
Doutor em Engenharia Metalúrgica
Universidade de São Paulo



Prof. Dr. Denilson José Marcolino de Aguiar
Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais
Universidade Tecnológica Federal do Paraná



Prof. Dr. André Luis Moreira de Carvalho
Doutor em Engenharia de Materiais
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho
Doutor em Engenharia Metalúrgica
Universidade Estadual de Ponta Grossa

Ao meu pai, Selaucó Vurobi
(*in memoriam*),

à minha mãe, Dejanira,
à minha irmã, Solange,
à minha esposa, Flávia,
à minha filha, Valentina.

Com a sua ajuda cheguei até aqui, para
sempre poder ajudá-las, seguirei em frente.

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao professor Marcio Ferreira Hupalo pela orientação, amizade, colaboração na aquisição do material e de outros insumos para este trabalho, pelas horas dedicadas às reuniões online e presenciais, às sessões de MEV-FEG e EBSD, e, principalmente, pelo incentivo, paciência e confiança depositados no meu trabalho.

Ao Departamento de Engenharia de Materiais e ao Conselho de Administração da UEPG, pela aprovação do meu afastamento integral para cursar o doutorado.

Aos professores Adilson, Adriane, André, Benjamim, Evaldo, Marcio, Osvaldo, Pianaro e Zara (*in memoriam*), por assumirem minhas aulas nas disciplinas de Introdução à Engenharia de Materiais, Introdução à Ciência de Materiais, Materiais Metálicos 1 e Materiais Metálicos 2, permitindo o meu afastamento integral das atividades de docência.

Ao professor Gerson Kniphoff da Cruz, pelo acesso irrestrito ao Laboratório de Apoio ao Ensino, à Pesquisa e à Inovação (LAEPI) da UEPG, viabilizando cortes e usinagem do material para a confecção de corpos de prova.

Ao professor Osvaldo Mitsuyuki Cintho, pela amizade, incentivo, compartilhamento de materiais consumíveis de metalografia e pela disposição em ajudar, inclusive durante férias, quando usinou dispositivos de fixação de corpos de prova para os ensaios de tração.

Ao professor Hélio Goldenstein, pela permissão para realizar os ensaios de dilatométrica de têmpera no dilatômetro Bähr DIL805A, sob sua responsabilidade; e ao Dany Michell Andrade Centeno, pela dedicação na condução dos ensaios e pelo auxílio na interpretação dos resultados em reuniões online.

Ao Alisson Kwiatkowski da Silva, pelas simulações realizadas no Thermo-Calc[®]; ao professor Kahl Dick Zilnyk, pelas simulações adicionais no Thermo-Calc[®] e pelos ensaios adicionais de DRX; e ao João Vitor Oliveira, pela preparação de amostras destinadas aos ensaios de medição de tensões residuais por raios X.

Ao professor Denilson José Marcolino de Aguiar, por me ensinar o refinamento de Rietveld nos *softwares* GSAS-I e GSAS-II, além de socorrer-me nos refinamentos mais complexos.

Ao professor Mariano Arbelo, pelo detalhado treinamento de operação da máquina servo-hidráulica MTS no ITA; e ao professor André Luis Moreira de Carvalho, pelo suporte essencial no uso do extensômetro da máquina servo-hidráulica MTS do C-LABMU durante os ensaios de tração.

Ao Dair Gabriel Ditzel, pelos ensaios de nanoindentação prospectivos realizados no início do trabalho; e ao Gustavo Luiz Walchaki, pelo treinamento no uso da politriz semiautomática e pelo suporte no tratamento dos dados de EBSD.

Ao Luciano Laranjeira, pela valiosa orientação na instalação de relés de proteção nos circuitos elétricos dos controladores de temperatura dos fornos dos banhos de têmpera e partição.

Ao CNPEM/LNNano, pelo aceite da proposta de pesquisa submetida para uso do simulador termomecânico Gleeble® 3800; e à Maysa Terada e à Cinthia Cristina Calchi Kleiner, pela atenção e pelo atendimento prestados durante a execução dos ensaios.

À empresa KRAS Engenharia, Consultoria e Inspeção Ltda., e a Alexsandro dos Santos e Dione Souza, pelos ensaios de ferritoscopia realizados sem custos.

Ao José Carlos Martins Delgado, pela amizade, pelo projeto de novos dispositivos de fixação dos corpos de prova de tração, pelos ajustes e usinagens, pelas valiosas sugestões e pela constante disposição em ajudar.

Ao Milton Domingos Michel, pela amizade, pelo incentivo, pela disponibilidade em ajudar, e pela captura de 240 imagens de MEV das indentações de microdureza Vickers, em tempo recorde.

Ao Douglas Wellington Migliorini, pelos ensaios de dilatometria prospectivos realizados no início do trabalho; ao Dirceu Klemba e ao Miroslav Antonio de Jesus, pelo suporte no atendimento aos fornos de tratamento térmico quando precisei me ausentar.

Aos professores Luís Antonio Pinheiro e Evaldo Toniolo Kubaski, pelo auxílio nas análises estatísticas dos resultados; ao C-LABMU da UEPG e a todos os seus técnicos, pelas análises e ensaios executados.

Aos meus pais, Selaucio (*in memoriam*) e Dejanira, e à minha irmã, Solange, por não medirem esforços para que eu estudasse, me formasse em Engenharia de Materiais, cursasse o mestrado e iniciasse minha carreira de professor.

À minha esposa, Flávia, e à minha filha, Valentina, pelo amor, carinho, paciência, apoio nos momentos difíceis e pela compreensão diante da minha ausência em diversas ocasiões prioritárias ao desenvolvimento deste trabalho.

A Deus, por ter aumentado minha resiliência nos momentos difíceis dessa jornada, e a todos que, de alguma forma, contribuíram para a realização deste trabalho, meu mais sincero obrigado!

Faça o teu melhor, na condição
que você tem, enquanto você não
tem condições melhores para fazer
melhor ainda.

(Mario Sergio Cortella)

RESUMO

Nos últimos dez anos, o tratamento térmico de têmpera e partição surgiu como uma rota alternativa para a produção de ferros nodulares com resistência mecânica superior e ductilidade comparável às das classes de ferro nodular austemperado (ADI) 1 a 5. No entanto, os efeitos de diferentes frações volumétricas de ferrita proeutetoide sobre as propriedades mecânicas desses materiais ainda não haviam sido sistematicamente investigados. Nesse contexto, este trabalho foi desenvolvido com o objetivo de correlacionar os aspectos microestruturais com o comportamento mecânico de um ferro nodular FUCO® FE 45012 temperado e particionado, contendo ferrita proeutetoide. Para tanto, o material foi submetido ao tratamento térmico de têmpera e partição após recozimentos intercríticos, seguido de caracterização microestrutural e mecânica. Inicialmente, realizou-se a caracterização da microestrutura bruta de solidificação, a determinação das temperaturas críticas do campo trifásico estável e a avaliação das cinéticas de formação da ferrita proeutetoide e da transformação martensítica. Na sequência, para obter microestruturas com frações volumétricas de 10, 20 e 30% de ferrita proeutetoide; 25, 35, 45 e 55% de martensita particionada; e 15, 25, 35 e 45% de ausferrita, foram projetados oito tratamentos térmicos variando o tempo de recozimento intercrítico e a temperatura de têmpera. Após os tratamentos térmicos, as microestruturas foram caracterizadas por microscopia óptica (MO), difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (MEV-FEG) e mapeamentos de fases por difração de elétrons retroespalhados (EBSD). As propriedades mecânicas foram avaliadas via ensaios de tração, dureza Brinell, microdureza Vickers e impacto Charpy. A microestrutura bruta de solidificação apresentou heterogeneidades ao longo da seção transversal das barras do material, relacionadas à distribuição, ao tamanho e ao espaçamento médio dos nódulos de grafita. Os tratamentos térmicos projetados resultaram em microestruturas compostas por martensita particionada, ausferrita, placas laterais de ferrita de Widmanstätten e frações volumétricas de ferrita proeutetoide variando de 2,3 a 33,2%. Em tempos de recozimento intercrítico superiores a 30 min, grãos poligonais de ferrita proeutetoide envolveram os nódulos de grafita, resultando em uma morfologia do tipo "olho de boi". O aumento das frações volumétricas de ferrita proeutetoide resultou na redução dos limites de escoamento e de resistência à tração, da dureza Brinell, e no aumento da energia absorvida no impacto. O limite de resistência à tração variou de 1077 a 1462 MPa; o limite de escoamento, de 833 a 1292 MPa; a dureza Brinell, de 291 a 396 HBW; a energia absorvida, de 55,6 a 79,3 J, com alongamentos percentuais de no máximo 2%. As heterogeneidades relacionadas aos nódulos de grafita e os grãos de ferrita proeutetoide distribuídos preferencialmente ao redor dos nódulos contribuíram para os baixos níveis de alongamento percentual observados. As microestruturas contendo ferrita proeutetoide apresentaram um mecanismo misto de fratura, caracterizado por *dimples*, clivagem e *quasi-clivagem*. O FUCO® FE 45012 temperado e particionado após recozimentos intercríticos apresentou limites de resistência à tração e alongamentos percentuais comparáveis aos dos ADI de média resistência e baixa ductilidade, além de limites de resistência à tração superiores e alongamentos percentuais inferiores aos dos ADI duais.

Palavras-chave: ferro nodular; recozimento intercrítico; ferrita proeutetoide; têmpera e partição; propriedades mecânicas.

ABSTRACT

Over the past ten years, Quenching and Partitioning (Q&P) heat treatment has emerged as an alternative route for producing ductile irons with superior mechanical strength and ductility comparable to that of Austempered Ductile Iron (ADI) grades 1 to 5. However, the effects of different volume fractions of proeutectoid ferrite on the mechanical properties of these materials had not yet been systematically investigated. Accordingly, this study was conducted to correlate microstructural aspects with the mechanical behavior of a quenched and partitioned FUCO[®] FE 45012 ductile iron containing proeutectoid ferrite. To achieve this, the material was subjected to Q&P heat treatment after intercritical annealing, followed by microstructural and mechanical characterization. Initially, the as-cast microstructure was characterized, the critical temperatures of the stable three-phase field were determined, and the formation kinetics of proeutectoid ferrite and martensitic transformation were evaluated. Subsequently, to obtain microstructures with volume fractions of 10, 20, and 30% proeutectoid ferrite; 25, 35, 45, and 55% partitioned martensite; and 15, 25, 35, and 45% ausferrite, eight heat treatments were designed by varying the intercritical annealing time and quenching temperature. Following the heat treatments, the microstructures were characterized by optical microscopy (OM), X-ray diffraction (XRD), field emission scanning electron microscopy (FE-SEM), and phase mapping by electron backscatter diffraction (EBSD). The mechanical properties were evaluated by tensile, Brinell hardness, Vickers microhardness, and Charpy impact tests. The as-cast microstructure exhibited heterogeneities along the cross-section of the material bars, related to the graphite nodule distribution, size, and mean spacing. The designed heat treatments produced microstructures consisting of partitioned martensite, ausferrite, Widmanstätten ferrite side plates, and volume fractions of proeutectoid ferrite ranging from 2.3 to 33.2%. At intercritical annealing times longer than 30 min, polygonal proeutectoid ferrite grains enveloped the graphite nodules, resulting in a "bull's-eye" morphology. An increase in the volume fractions of proeutectoid ferrite led to lower yield strength, tensile strength, and Brinell hardness, and higher absorbed impact energy. The ultimate tensile strength ranged from 1077 to 1462 MPa; yield strength ranged from 833 to 1292 MPa; Brinell hardness ranged from 291 to 396 HBW; and impact energy ranged from 55.6 to 79.3 J, with elongation not exceeding 2%. Heterogeneities associated with the graphite nodules and proeutectoid ferrite grains preferentially distributed around them were found to contribute to the observed low percentage elongation. Microstructures containing proeutectoid ferrite exhibited a mixed-mode fracture mechanism, characterized by dimples, cleavage, and quasi-cleavage. The FUCO[®] FE 45012 quenched and partitioned after intercritical annealing exhibited tensile strengths and percentage elongations comparable to those of medium-strength, low-ductility ADIs, as well as higher tensile strengths and lower percentage elongations than those of dual-phase ADIs.

Keywords: ductile iron; intercritical annealing; proeutectoid ferrite; quenching and partitioning; mechanical properties.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 3.1 – Exemplos de microestruturas de ferros cinzento e nodular. Em (a) e (b) estão ilustradas microestruturas de um ferro cinzento, enquanto em (c) e (d) estão ilustradas microestruturas de um ferro nodular, ambos com matriz perlítica. Em (b) e (d) são apresentadas regiões de (a) e (c), respectivamente, com maior ampliação. As microestruturas foram reveladas com ataque em uma solução de nital 2% e as imagens foram obtidas por meio de microscopia óptica. Examinando-se as imagens nota-se a diferença de morfologia da grafita nos ferros cinzento (veios) e nodular (nódulos).40
- Figura 3.2 – Etapas do processo de fundição contínua: vazamento do metal líquido (1) em um forno alimentador (3), onde uma coquilha ou molde de grafite refrigerada à água (4) confere a forma e a dimensão desejada a perfis metálicos (13). As barras são entalhadas com disco de corte (8) e quebradas por punção (9), de acordo com o comprimento desejado (10).44
- Figura 3.3 – Diagrama de equilíbrio de fases do sistema binário ferro-carbono (Fe-C), no qual as linhas cheias representam o sistema estável ferro-grafita (Fe-grafita), enquanto as linhas tracejadas representam o sistema metaestável ferro-cementita (Fe-Fe₃C).47
- Figura 3.4 – Isopletras do diagrama ferro-carbono-silício, para um teor de silício de 3,0%. Em (a) está ilustrada a seção do diagrama referente ao sistema de equilíbrio estável (Fe-grafita), enquanto em (b) está ilustrada a seção do diagrama referente ao sistema de equilíbrio metaestável (Fe-cementita).50
- Figura 3.5 – Isopletras do diagrama ferro-carbono-silício, para um teor de 3,0% de silício, limitadas à região do eutetoide. Em (a), está ilustrada a seção do diagrama referente ao sistema de equilíbrio estável (Fe-grafita), no qual as temperaturas T_{α}^0 e T_{α} representam respectivamente os limites superior e inferior do campo trifásico formado por austenita, ferrita e grafita. Em (b), as temperaturas T_p^0 e T_p são respectivamente os limites superior e inferior do campo trifásico formado por austenita, ferrita e cementita, referente ao sistema de equilíbrio metaestável (Fe-cementita).51
- Figura 3.6 – (a) Ciclo térmico proposto por Basso *et al.*¹⁸ para a produção do ADI dual, envolvendo austenitização plena, recozimento intercrítico e austêmpera. (b) Imagem de microscopia óptica de uma microestrutura de ferro nodular, com ferrita proeutetoide formando uma fina e contínua rede de grãos alotriomórficos.53

- Figura 3.7 – Microestruturas austeníticas esquemáticas de ferros nodulares. (a) Austenita formada durante o processo de solidificação. (b) Grãos de austenita formados durante a austenitização plena.....54
- Figura 3.8 – Diagrama TTT esquemático de um ferro nodular e o ciclo térmico do tratamento de austêmpera. Onde: T_γ é a temperatura de austenitização; $A_{1\text{ sup}}$ e $A_{1\text{ inf}}$ são, respectivamente, as temperaturas críticas superior e inferior do campo intercrítico; T_{aust} é a temperatura de austêmpera; T_{amb} é a temperatura ambiente; M_I é a temperatura de início da transformação martensítica; α_b é a ferrita bainítica; γ_{EC} é a austenita enriquecida em carbono. A etapa 1 é a austenitização; a etapa 2 é o resfriamento até a temperatura de austêmpera; 3-I é o 1º estágio da austêmpera e 3-II é o 2º estágio da austêmpera.57
- Figura 3.9 – Diagramas esquemáticos de energia livre de Gibbs (G) em função da composição química (X) para o sistema binário ferro-carbono (Fe-C), a uma determinada temperatura. Em (a) está representado o equilíbrio (EQ) entre ferrita (α) e austenita (γ), com as respectivas composições nas quais os potenciais químicos (μ) do ferro e do carbono são iguais. Em (b) estão ilustradas condições de equilíbrio constricto de carbono (ECC) para duas composições (I e II) de ferrita e de austenita, nas quais apenas os potenciais químicos de carbono são iguais.....63
- Figura 3.10 – Ciclo esquemático do tratamento térmico de têmpera e partição aplicado aos aços, onde: A_{c3} é a temperatura crítica superior do campo bifásico ($\gamma + \alpha$); M_I e M_F são, respectivamente, as temperaturas de início e fim da transformação martensítica; γ representa a austenita; α' é a martensita formada na têmpera; γ_{EC} é a austenita enriquecida em carbono; α'_p representa a martensita particionada; α'_f é a martensita fresca, que pode ser formada no resfriamento após partição; C_i , C_γ , $C_{\alpha'}$, $C_{\gamma_{\text{EC}}}$, $C_{\alpha'_p}$ e $C_{\alpha'_f}$ são, respectivamente, as concentrações de carbono da liga, da austenita, da martensita, da austenita enriquecida em carbono, da martensita particionada e da martensita fresca.65
- Figura 3.11 – Ciclo esquemático do tratamento térmico de têmpera e partição aplicado em ferros nodulares, onde: $A_{1\text{ sup}}$ e $A_{1\text{ inf}}$ são, respectivamente, as temperaturas críticas superior e inferior do campo intercrítico; M_I é a temperatura de início da transformação martensítica; γ representa a austenita; α' é a martensita formada na têmpera; γ_{EC} é a austenita enriquecida em carbono; α_b é a ferrita bainítica; α'_p representa a martensita particionada; α'_f é a martensita fresca, que pode ser formada no resfriamento após partição; C_i , C_γ , $C_{\alpha'}$, $C_{\gamma_{\text{EC}}}$, C_{α_b} , $C_{\alpha'_p}$ e $C_{\alpha'_f}$ são, respectivamente, as concentrações de carbono da liga, da austenita, da martensita, da austenita enriquecida em carbono, da ferrita bainítica, da martensita particionada e da

martensita fresca; T_γ e t_γ são, respectivamente, a temperatura e o tempo de austenitização.....68

Figura 3.12 – Microestruturas de ferros nodulares submetidos a tratamentos térmicos de têmpera e partição: em (a), (b) e (c), têmpera a 170 °C e partição a 375 °C por 15 min; em (d), têmpera a 160 °C e partição a 300 °C por 2 min. A microestrutura de (a) foi revelada com um pré-ataque em solução de nital 2%, seguido de ataque com reagente de Beraha (3 g de $K_2S_2O_5$, 10 g de $Na_2S_2O_3$ em 100 ml de água destilada) por 60 s, e a imagem foi obtida por meio de microscopia óptica. As microestruturas em (b), (c) e (d) foram reveladas com ataque em solução de nital 2%, e as imagens foram obtidas por meio de microscopia eletrônica de varredura via elétrons secundários. Em destaque nas imagens: α'_p representa a martensita particionada; α'_f indica regiões com martensita fresca e AF indica regiões com ausferrita.70

Figura 3.13 – Diagrama comparativo entre diferentes classes de ferros nodulares, apresentando o limite de resistência à tração (MPa) em função do alongamento (%). Os pontos experimentais dos temperados e particionados foram adaptados por Melado *et al.*³³ no diagrama de Blackmore e Harding⁹⁷. O campo dos ADI duais foi adaptado no presente trabalho com base em várias publicações^{14,15,17,98-101}.74

Figura 3.14 – Gráficos de energia absorvida no impacto (J) e fração volumétrica de austenita (%) em função do tempo (min). O gráfico (a) representa tempo de partição a 375 °C, após têmpera a 170 °C. O gráfico (b) é referente ao tempo de austêmpera a 375 °C.....75

Figura 3.15 – Gráficos de vida em fadiga para ferros nodulares submetidos a diferentes condições de tratamento térmico. Em (a), tensão máxima (MPa) *versus* número de ciclos para falha; em (b), tensão máxima normalizada pelo limite de escoamento *versus* número de ciclos para falha. Os corpos de prova que não romperam após 10⁶ ciclos estão indicados por setas. Nas legendas, os valores anteriores às barras referem-se às temperaturas de têmpera (austenitização para o ADI), os valores após as barras referem-se às temperaturas de partição (austêmpera para o ADI), e os números entre parênteses correspondem às frações volumétricas de austenita retida. Todos os corpos de prova foram particionados/austemperados por 15 min, com exceção do marcado com 2h.76

Figura 4.1 – Microestruturas de duas posições diferentes da seção transversal da barra 1 do FUCO FE 45012. A microestrutura ilustrada em (a) é referente à região central da barra, enquanto a microestrutura apresentada em (b) representa uma região próxima à borda. Ambas foram reveladas com ataque em solução de nital 2%.80

Figura 4.2 – Fluxograma das etapas desenvolvidas durante a execução dos métodos do trabalho.	81
Figura 4.3 – Representação esquemática dos quadrantes e círculos concêntricos desenhados na superfície do disco, mostrando a distribuição dos locais de captura das imagens.	83
Figura 4.4 – Padrão de corte do material das barras para a usinagem de corpos de prova. As áreas em verde correspondem às seções transversais dos corpos de prova de impacto (a) e tração (b); em vermelho, o sobremetal retirado na usinagem; em azul, os cortes longitudinais; e em amarelo, a superfície coquilhada (unidade: mm).	85
Figura 4.5 – Capela e os fornos de têmpera (à direita) e partição (à esquerda) construídos para o desenvolvimento do trabalho.	87
Figura 4.6 – Parte do ciclo térmico executado para a avaliação da cinética de formação da ferrita proeutetoide a 810 °C, mostrando as etapas de aquecimento até 900 °C, patamar de austenitização, resfriamento até 810 °C e patamar de recozimento intercrítico.	90
Figura 4.7 – Curva de dilatação relativa (%) <i>versus</i> temperatura (°C), mostrando a dilatação linear causada pela transformação martensítica. As linhas tracejadas representam as dilatações térmicas da austenita (γ) e da martensita (α'), extrapoladas abaixo de M_I e acima de M_F , respectivamente. As medidas A e B são os braços de alavanca utilizados para calcular a fração volumétrica de martensita ($f_{\alpha'}$) em função da temperatura de têmpera (T_I).	93
Figura 4.8 – Frações volumétricas percentuais de ferrita proeutetoide, martensita particionada e ausferrita esperadas nas microestruturas resultantes dos oito tratamentos projetados.	95
Figura 4.9 – Ciclos térmicos esquemáticos e parâmetros dos tratamentos térmicos: (a) TT 1; (b) TT 2; (c) TT 3, TT 4 e TT5; (d) TT6, TT7 e TT8. Destacam-se a ausência da etapa de recozimento intercrítico nos tratamentos 1 e 2, o resfriamento controlado até 810 °C antes da têmpera no tratamento 2 e as diferentes temperaturas de têmpera utilizadas nos tratamentos 3 ao 8.	97
Figura 4.10 – (a) Conjunto de corpos de prova montado para o teste de homogeneização de temperatura. (b) Curvas de temperatura ao longo do tempo para o banho de têmpera e o corpo de prova monitorado.	99
Figura 4.11 – Geometria e dimensões do corpo de prova de tração do tipo B, <i>sub-size</i> , conforme norma técnica DIN EN 50125:2014-01 ¹²³ . Esse tipo de corpo de prova possui roscas do tipo M12 nas extremidades para sua fixação nas garras da máquina de ensaio.	102

- Figura 4.12 – Geometria e dimensões do corpo de prova para ensaio de impacto Charpy, sem entalhe, conforme as especificações da norma ASTM E23-16b¹²⁶. A utilização de corpos de prova sem entalhe segue a recomendação da norma ASTM A897/A897M-16⁸¹ para ferros nodulares austemperados.....104
- Figura 5.1 – Fotos da distribuição dos nódulos de grafita ao longo da seção transversal da barra 1 do FUCO FE 45012. A foto (a) refere-se ao centro do disco, enquanto as fotos (b), (c), (d), (e) e (f) foram tiradas, respectivamente, a 5, 10, 15, 20 e 25 mm do centro. Todas as imagens foram capturadas antes do ataque metalográfico. Os detalhes destacados pelas elipses e círculos estão descritos no texto a seguir.106
- Figura 5.2 – Mapas de distribuição das características da grafita ao longo da seção transversal da barra 1 do FUCO FE 45012. (a) Nodularidade; (b) diâmetro médio dos nódulos; (c) número de nódulos por unidade de área; (d) fração volumétrica percentual de grafita; (e) distância média entre nódulos.109
- Figura 5.3 – Fotos de regiões com baixa nodularidade de grafita. As fotos (a), (b) e (c) foram capturadas, respectivamente, nos raios de 15, 20 e 25 mm do primeiro quadrante, enquanto a foto (d) foi capturada no raio de 10 mm do segundo quadrante. Os detalhes destacados pelas elipses e círculos estão descritos no texto a seguir.....110
- Figura 5.4 – Fotos da distribuição das colônias de perlita ao longo da seção transversal da barra 1 do FUCO FE 45012. A foto (a) refere-se ao centro do disco, enquanto as fotos (b), (c), (d), (e) e (f) foram tiradas, respectivamente, a 5, 10, 15, 20 e 25 mm do centro. Todas as imagens foram capturadas após ataque metalográfico com solução de nital 2%. Os detalhes destacados pelas elipses e círculos estão descritos no texto a seguir.....112
- Figura 5.5 – Mapas de distribuição de perlita e ferrita ao longo da seção transversal da barra 1 do FUCO FE 45012. (a) Fração volumétrica percentual de perlita; (b) fração volumétrica percentual de ferrita.....115
- Figura 5.6 – Isopleta do sistema ferro-carbono-silício-manganês do FUCO FE 45012, para teores de 3,62% de silício e 0,17% de manganês. Diagrama gerado por simulação termodinâmica no *software* Thermo-Calc, utilizando a base de dados TCFE9.116
- Figura 5.7 – Gráfico das frações volumétricas de ferrita e austenita em função da temperatura na condição de equilíbrio termodinâmico. Este diagrama foi gerado a partir dos resultados obtidos por simulação termodinâmica no *software* Thermo-Calc, utilizando a base de dados TCFE9.....117

- Figura 5.8 – Gráficos de dilatação linear (μm) *versus* temperatura ($^{\circ}\text{C}$) referentes aos ensaios de dilatométrica. Os gráficos (a) e (b) representam os ciclos de aquecimento e resfriamento à taxa de $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$, enquanto os gráficos (c) e (d) representam os ciclos à taxa de $12^{\circ}\text{C}/\text{min}$. As temperaturas críticas $A_{c1\text{ inf}}$ e $A_{c1\text{ sup}}$ correspondem ao campo trifásico no aquecimento, enquanto $A_{r1\text{ inf}}$ e $A_{r1\text{ sup}}$ referem-se ao campo trifásico no resfriamento; $T_{cp\text{ inf}}$ indica a temperatura de início de decomposição da perlita, e $T_{rp\text{ sup}}$, a temperatura de início de formação da perlita.118
- Figura 5.9 – Microestruturas do FUCO FE 45012 resultantes da avaliação da cinética de formação de ferrita proeutetoide, recozidas a 810°C por 10 min. (a) Amostra da barra 1; (b) amostra da barra 2. Os detalhes destacados pelas setas, elipses e círculos, nestas imagens e nas das Figuras 5.10 e 5.11, estão descritos no texto a seguir.123
- Figura 5.10 – Microestruturas do FUCO FE 45012 resultantes da avaliação da cinética de formação de ferrita proeutetoide, recozidas a 810°C por 30 min. (a) Amostra da barra 1; (b) amostra da barra 2.124
- Figura 5.11 – Microestruturas do FUCO FE 45012 resultantes da avaliação da cinética de formação de ferrita proeutetoide. (a) Amostra da barra 1, recozida a 810°C por 75 min; (b) amostra da barra 2, recozida a 810°C por 80 min.125
- Figura 5.12 – Gráficos de fração volumétrica percentual de ferrita proeutetóide em função do tempo de recozimento intercrítico a 810°C . (a) Ajuste dos dados para a barra 1; (b) ajuste dos dados para a barra 2. Os pontos experimentais representam os valores medidos, enquanto as retas de ajuste correspondem aos valores previstos pelos modelos, obtidos por meio de regressão linear simples.129
- Figura 5.13 – Curvas de dilatação relativa (%) em função da temperatura ($^{\circ}\text{C}$), construídas a partir dos dados dos ensaios de dilatométrica de têmpera. (a) Ciclo 1; (b) ciclo 2; (c) ciclo 3; (d) ciclo 4. Aq.: aquecimento; Resf.: resfriamento; RI: recozimento intercrítico; M_i : temperatura de início da transformação martensítica; *Blip*: ruído, oscilação ou flutuação. A descrição de cada ciclo térmico executado encontra-se no item 4.2.6 do capítulo de Materiais e Métodos.132
- Figura 5.14 – Microestruturas das amostras da barra 1 do FUCO FE 45012 submetidas aos ensaios de dilatométrica de têmpera. (a) Ciclo 1; (b) ciclo 2; (c) ciclo 3; (d) ciclo 4. Os detalhes destacados pelas setas e círculos estão descritos no texto.133
- Figura 5.15 – Trechos finais das curvas de dilatação relativa (%) em função da temperatura ($^{\circ}\text{C}$), construídas a partir dos dados dos ensaios de dilatométrica de têmpera. (a) Ciclo 1; (b) ciclo 2; (c) ciclo 3; (d) ciclo 4.

M_F : temperatura de fim da transformação martensítica; *Blip*: ruído, oscilação ou flutuação.135

Figura 5.16 – Gráfico de difração de raios X da amostra tratada termicamente para determinar a fração volumétrica de austenita retida. γ : austenita; α' : martensita. As linhas verticais em azul e vermelho indicam a localização dos picos de difração indexados no refinamento dos dados, realizado pelo método de Rietveld^{114,115} no *software* GSAS-II¹¹⁶ ($\chi^2=1,06$).136

Figura 5.17 – (a) Curva de dilatação relativa em função da temperatura, destacando a expansão linear associada à transformação martensítica no ciclo 1 e os braços de alavanca A e B. (b) Dados experimentais e curva de ajuste da fração volumétrica de martensita formada no ciclo 1 em função da temperatura de têmpera, evidenciando a diferença entre o parâmetro teórico M_I' e a temperatura M_I137

Figura 5.18 – Curvas de dilatação relativa em função da temperatura, destacando a expansão linear associada à transformação martensítica e os braços de alavanca A e B: (a) ciclo 2; (c) ciclo (3); (e) ciclo 4. Dados experimentais e curvas de ajuste da fração volumétrica total transformada em função da temperatura de têmpera, evidenciando a diferença entre o parâmetro teórico M_I' e a temperatura M_I , além da fração volumétrica de ferrita proeutetoide ($f_{\alpha p}$): (b) ciclo 2; (d) ciclo (3); (f) ciclo 4.139

Figura 5.19 – Micrografias das amostras submetidas aos tratamentos térmicos projetados. Destaca-se a distribuição da ferrita proeutetoide formada na etapa de recozimento intercrítico. As micrografias estão agrupadas da seguinte forma: (a) TT 1 e (b) TT 2; (c) TT 3 e (d) TT 6; (e) TT 4 e (f) TT 7; (g) TT 5 e (h) TT 8. Microestruturas reveladas com pré ataque em nital 2% por 5 s, seguido de ataque em metabissulfito de sódio 1% por 60 s. Os detalhes destacados pelas setas e pelo círculos estão descritos no texto.142

Figura 5.20 – Micrografias das amostras submetidas aos tratamentos térmicos projetados. Destaca-se a morfologia dos grãos de ferrita proeutetoide formados ao redor dos nódulos de grafita e nas regiões entre os nódulos. (a) TT 1; (b) TT 2; (c) TT 3; (d) TT 6; (e) TT 4; (f) TT 7; (g) TT 5; (h) TT 8. Microestruturas reveladas com pré ataque em nital 2% por 5 s, seguido de ataque em metabissulfito de sódio 1% por 60 s. Os detalhes destacados por setas, círculos e pela elipse estão descritos no texto.143

Figura 5.21 – Gráficos de difração de raios X das amostras submetidas aos tratamentos térmicos projetados. γ : austenita; α : ferrita. As linhas verticais em azul e vermelho indicam a localização dos picos de

difração indexados no refinamento dos dados, realizado pelo método de Rietveld^{114,115} no software GSAS-II¹¹⁶.....145

Figura 5.22 – Frações volumétricas percentuais de ferrita proeutetoide, martensita particionada e ausferrita resultantes dos oito tratamentos projetados. As frações de ferrita proeutetoide para os tratamentos térmicos 2 ao 8 foram extraídas da Tabela 5.7. As frações de martensita particionada e ausferrita foram recalculadas por meio da Equação 4.7, utilizando os valores experimentais de fração volumétrica de ferrita proeutetoide.....148

Figura 5.23 – Imagens de MEV-FEG de microestruturas de amostras tratadas termicamente: (a) e (b) TT 1; (c) e (d) TT 2. AF: ausferrita; α'_p : martensita particionada; θ : carbonetos; α_b : ferrita bainítica; γ : austenita; *midrib*: espinha central da placa de martensita; α_W : ferrita de Widmanstätten; α_p : ferrita proeutetoide. Microestruturas reveladas com ataque em solução de nital 2% por 20 s. Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.150

Figura 5.24 – Mapas de EBSD de uma região da microestrutura da amostra submetida ao tratamento térmico 1. Mapas de: (a) contraste; (b) fases: em azul, fase com estrutura CFC (austenita); em vermelho fases com estrutura CCC (martensita particionada e ferrita bainítica); (c) distribuição da austenita; (d) distribuição da martensita e da ferrita; (e) orientações da austenita; (f) orientações da martensita e da ferrita.153

Figura 5.25 – Imagens de MEV-FEG de microestruturas de amostras tratadas termicamente: (a) e (b) TT 3; (c) e (d) TT 6. γ : austenita; AF: ausferrita; α_W : ferrita de Widmanstätten; α_p : ferrita proeutetoide; α'_p : martensita particionada; θ : carbonetos; α_b : ferrita bainítica. Microestruturas reveladas com ataque em solução de nital 2% por 20 s. Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto. 156

Figura 5.26 – Imagens de MEV-FEG de microestruturas de amostras tratadas termicamente: (a) TT 4; (b) TT 5; (c) TT 7 (d) TT 8. γ : austenita; α'_p : martensita particionada; θ : carbonetos; α_p : ferrita proeutetoide; AF: ausferrita; α_b : ferrita bainítica; α_W : ferrita de Widmanstätten. Microestruturas reveladas com ataque em solução de nital 2% por 20 s. Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto. 158

Figura 5.27 – Mapas de EBSD de uma região da microestrutura da amostra submetida ao tratamento térmico 4. Mapas de: (a) contraste; (b) fases: em azul, fases com estrutura CFC (austenita); em vermelho fases com estrutura CCC (martensita particionada, ferrita bainítica e ferrita proeutetoide); (c) distribuição da austenita; (d) distribuição da martensita e das ferritas; (e) orientações da austenita; (f) orientações da martensita e das ferritas.160

- Figura 5.28 – Limite de escoamento e frações volumétricas em função dos tratamentos térmicos projetados. No gráfico principal, estão representados o limite de escoamento (σ_{LE}) e a fração volumétrica de austenita retida (γ), no secundário, as frações volumétricas de ausferrita (AF), ferrita proeutetoide (α_p) e martensita particionada (α'_p). Ambos os gráficos estão em função dos tratamentos térmicos 1 ao 8.166
- Figura 5.29 – Limite de resistência à tração e frações volumétricas em função dos tratamentos térmicos projetados. No gráfico principal, estão representados o limite de resistência à tração (σ_{LRT}) e a fração volumétrica de austenita retida (γ), no secundário, as frações volumétricas de ausferrita (AF), ferrita proeutetoide (α_p) e martensita particionada (α'_p). Ambos os gráficos estão em função dos tratamentos térmicos 1 ao 8.169
- Figura 5.30 – Mapas de distribuição do número de nódulos por unidade de área ao longo da seção transversal da barra 1 do FUCO FE 45012, com as posições dos cortes do material e das seções transversais dos corpos de prova sobrepostas. (a) Seções transversais correspondentes ao comprimento útil dos corpos de prova de tração; (b) Seções transversais dos corpos de prova de impacto.171
- Figura 5.31 – Imagens de microscopia óptica de regiões do contorno de células de solidificação de amostras submetidas aos tratamentos térmicos projetados. (a) TT 1; (b) TT 3. Microestruturas reveladas com pré-ataque em nital 2% por 5 s, seguido de ataque com metabissulfito de sódio 1% por 60 s. Na captura da imagem (b), utilizou-se o filtro Nomarski. Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.173
- Figura 5.32 – Dureza Brinell e frações volumétricas em função dos tratamentos térmicos projetados. No gráfico principal, estão representadas a dureza Brinell (HBW) e a fração volumétrica de austenita retida (γ), no secundário, as frações volumétricas de ausferrita (AF), ferrita proeutetoide (α_p) e martensita particionada (α'_p). Ambos os gráficos estão em função dos tratamentos térmicos 1 ao 8.175
- Figura 5.33 – Dureza Vickers e frações volumétricas em função dos tratamentos térmicos projetados. No gráfico principal, estão representadas a dureza Vickers (HV) e a fração volumétrica de austenita retida (γ), no secundário, as frações volumétricas de ausferrita (AF), ferrita proeutetoide (α_p) e martensita particionada (α'_p). Ambos os gráficos estão em função dos tratamentos térmicos 1 ao 8.177
- Figura 5.34 – Imagens de MEV das indentações do ensaio de microdureza Vickers. (a) Matriz de indentações na amostra do TT 1; (b) matriz de

indentações na amostra do TT 6. Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.	178
Figura 5.35 – Imagens de MEV de uma indentação do ensaio de microdureza Vickers realizada na amostra do TT 6. (a) Indentação destacada pelo círculo amarelo na imagem (b) da Figura 5.34; (b) marcações feitas no <i>software</i> Image-Pro Plus 5.1 para a medida das diagonais da indentação apresentada em (a). Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.	179
Figura 5.36 – Energia absorvida no impacto e frações volumétricas em função dos tratamentos térmicos projetados. No gráfico principal, estão representadas a energia absorvida no impacto (E_{abs}) e a fração volumétrica de austenita retida (γ), no secundário, as frações volumétricas de ausferrita (AF), ferrita proeutetoide (α_p) e martensita particionada (α'_p). Ambos os gráficos estão em função dos tratamentos térmicos 1 ao 8.	181
Figura 5.37 – Imagens de MEV-FEG das superfícies de fratura de corpos de prova do material bruto de solidificação, submetidos aos ensaio de: (a) tração ($A_{\%} = 19,5\%$); (b) Impacto ($E_{abs} = 114,8$ J). Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.	182
Figura 5.38 – Imagens de MEV-FEG das superfícies de fratura de corpos de prova submetidos a ensaio de tração: (a) TT 1 ($A_{\%} = 1,7\%$); (c) TT 2 ($A_{\%} = 1,5\%$); e a ensaio de impacto: (b) TT 1 ($E_{abs} = 83,7$ J); (d) TT 2 ($E_{abs} = 62,2$ J). Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.	184
Figura 5.39 – Imagens de MEV-FEG das superfícies de fratura de corpos de prova submetidos a ensaio de tração: (a) TT 3 ($A_{\%} = 1,7\%$); (c) TT 4 ($A_{\%} = 1,4\%$); (e) TT 5 ($A_{\%} = 1,3\%$); e a ensaio de impacto: (b) TT 3 ($E_{abs} = 67,1$ J); (d) TT 4 ($E_{abs} = 66,3$ J); (f) TT 5 ($E_{abs} = 72,8$ J). Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.	186
Figura 5.40 – Imagens de MEV-FEG das superfícies de fratura de corpos de prova submetidos a ensaio de tração: (a) TT 6 ($A_{\%} = 1,5\%$); (c) TT 7 ($A_{\%} = 2,0\%$); (e) TT 8 ($A_{\%} = 2,8\%$); e a ensaio de impacto: (b) TT 6 ($E_{abs} = 77,6$ J); (d) TT 7 ($E_{abs} = 81,3$ J); (f) TT 8 ($E_{abs} = 83,2$ J). Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.	187
Figura 5.41 – Diagrama de resistência à tração (MPa) versus alongamento (%), comparando várias classes de ferros nodulares. Aos dados previamente apresentados na Figura 3.13, foram adicionados os resultados obtidos neste trabalho para os temperados e particionados após recozimentos intercríticos.	189

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – Classificação dos ferros nodulares segundo a norma ABNT NBR 6916-17. As duas primeiras letras representam o tipo de ferro fundido (FE, ferro fundido de grafita esferoidal), os três algarismos seguintes representam o limite mínimo de resistência à tração (em MPa), enquanto os dois últimos representam o alongamento mínimo (em %).	41
Tabela 3.2 – Ferros nodulares classificados de acordo com a norma ASTM A536-84. Os algarismos localizados à esquerda do primeiro traço representam o limite mínimo de resistência à tração (em psi), os algarismos do meio representam o limite mínimo de escoamento (em psi), enquanto os algarismos posicionados à direita do segundo traço representam o alongamento mínimo (em %).	42
Tabela 3.3 – Faixa de composição química típica do ferro nodular FUCO FE 45012, considerando o percentual de ferro em balanço com os outros elementos da composição.	43
Tabela 3.4 – Classes dos ferros nodulares austemperados, classificadas de acordo com a norma ASTM A897/A897M-16. As classes são especificadas pelos valores mínimos de limite de resistência à tração (MPa), limite de escoamento (MPa) e alongamento (%). A faixa aproximada de dureza é apresentada apenas como informação.	59
Tabela 4.1 – Composição química e propriedades mecânicas do FUCO FE 45012, segundo certificado de qualidade fornecido pela Aços Favorit Distribuidora Ltda., com base no original emitido pela Fundição Tupy S.A. O percentual de ferro está em balanço com os demais elementos da composição e o carbono equivalente (CE) foi calculado por meio da Equação 3.2.	79
Tabela 5.1 – Resultados da caracterização da grafita da barra 1 do FUCO FE 45012. N: nodularidade; d_{nod} : diâmetro médio dos nódulos; N_A : número de nódulos por unidade de área; $\%f_{gr}$: fração volumétrica percentual de grafita; D_{nod} : distância média entre nódulos.	108
Tabela 5.2 – Resultados da quantificação da perlita na barra 1 do FUCO FE 45012. P_p : percentual de pontos incididos sobre a perlita; 95% CI: intervalo de confiança; $\%RA$: precisão relativa; $\%f_p$: fração vol. percentual de perlita.	114
Tabela 5.3 – Valores de $A_{1\ inf}$ e $A_{1\ sup}$ determinados para a condição de equilíbrio por meio de simulação termodinâmica no <i>software</i> Thermo-Calc, e valores médios obtidos por meio de dilatometria em ciclos de aquecimento e resfriamento realizados às taxas de 3 e 12 °C/min.	120

Tabela 5.4 – Resultados da avaliação da cinética de formação de ferrita proeutetoide nas barras 1 e 2 do FUCO FE 45012, realizada a 810 °C. P_p : percentual de pontos incididos sobre a fase; 95% CI: intervalo de confiança; %RA: precisão relativa; % $f_{\alpha p}$: fração vol. percentual de ferrita proeutetoide.	121
Tabela 5.5 – Frações volumétricas percentuais de ferrita proeutetoide formada durante o recozimento intercrítico dos ciclos de dilatométrica de têmpera. P_p : percentual de pontos incididos sobre a fase; 95% CI: intervalo de confiança; %RA: precisão relativa; % $f_{\alpha p}$: fração vol. percentual de ferrita proeutetoide.	134
Tabela 5.6 – Resultados da avaliação da cinética da transformação martensítica. M_I e M_F : temperaturas de início e de fim da transformação martensítica; M_I' : temperatura teórica de início da transformação; β : parâmetro relativo à taxa de transformação; R^2 : coeficiente de determinação das curvas de ajuste.....	140
Tabela 5.7 – Valores de fração volumétrica percentual de ferrita proeutetoide formada nos tratamentos térmicos projetados. P_p : percentual de pontos incididos sobre a fase; 95% CI: intervalo de confiança; %RA: precisão relativa; % $f_{\alpha p}$: fração vol. percentual de ferrita proeutetoide.	145
Tabela 5.8 – Resultados dos refinamentos dos dados de difração de raios X pelo método de Rietveld ^{114,115} no <i>software</i> GSAS-II ¹¹⁶ . % f_γ : fração vol. percentual de austenita retida; a_γ : parâmetro de rede da austenita; %C γ : teor de carbono da austenita; χ^2 : fator chi-quadrado.....	146
Tabela 5.9 – Resumo das propriedades mecânicas investigadas, associadas às frações volumétricas de ferrita proeutetoide (% $f_{\alpha p}$), martensita particionada (% $f_{\alpha' p}$), ausferrita (% f_{AF}) e austenita retida (% f_γ). E: módulo de elasticidade; σ_{LE} : limite de escoamento; σ_{LRT} : limite de resistência à tração; $A_\%$: alongamento percentual; HBW: dureza Brinell; HV: dureza Vickers; E_{abs} : energia absorvida no impacto (J). As frações volumétricas de martensita particionada e ausferrita foram estimadas por meio da Equação 4.6 para o TT 1, e da Equação 4.7 para os TT 2 ao 8, a partir dos valores experimentais que resultaram nas médias de fração volumétrica de ferrita proeutetoide listadas aqui e na Tabela 5.7. As frações volumétricas de austenita retida foram extraídas da Tabela 5.8.....	163
Tabela 5.10 – Comparação entre as médias do módulo de elasticidade (E) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Todas as médias pertencem ao mesmo grupo (A), indicando que não há diferenças estatisticamente significativas entre elas.	164
Tabela 5.11 – Comparação entre as médias do limite de escoamento (σ_{LE}) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Valores	

que não compartilham uma mesma letra possuem diferenças estatisticamente significativas.	165
Tabela 5.12 – Comparação entre as médias do limite de resistência à tração (σ_{LRT}) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Valores que não compartilham uma mesma letra possuem diferenças estatisticamente significativas.	168
Tabela 5.13 – Comparação entre as médias do alongamento percentual ($A_{\%}$) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Valores que não compartilham uma mesma letra possuem diferenças estatisticamente significativas.	170
Tabela 5.14 – Comparação entre as médias da dureza Brinell (HBW) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Valores que não compartilham uma mesma letra possuem diferenças estatisticamente significativas.	174
Tabela 5.15 – Comparação entre as médias da dureza Vickers (HV) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Valores que não compartilham uma mesma letra possuem diferenças estatisticamente significativas.	176
Tabela 5.16 – Comparação entre as médias da energia absorvida no impacto (E_{abs}) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Valores que não compartilham uma mesma letra possuem diferenças estatisticamente significativas.	180

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ADI	Austempered Ductile Iron
AF	Ausferrita
AFS	American Foundry Society
AISI	American Iron and Steel Institute
ANOVA	Análise de Variância
ANSI	American National Standards Institute
ASTM	American Society for Testing and Materials
CAMI	Coated Abrasives Manufacturers Institute
CBN	Nitreto de Boro Cúbico
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CCE	Constrained Carbon Equilibrium
CE	Carbono Equivalente
CFC	Cúbica de Faces Centradas
CIF	Crystallographic Information File
C-LABMU	Complexo de Laboratórios Multiusuários
CPE	Constrained Paraequilibrium
DIN EN	Deutsches Institut für Normung European Standards
DEMA	Departamento de Engenharia de Materiais
DRX	Difração de Raios X
EBSD	Electron Backscatter Diffraction
ECC	Equilíbrio Constrito de Carbono
EPUSP	Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
FE	Ferro Fundido de Grafita Esferoidal ou Ferro Fundido Nodular
FUCO®	Fundição Contínua
GSAS	General Structure Analysis System
IQ	Índice de Qualidade
ISO/TR	International Organization for Standardization/Technical Report
ISO/WD	International Organization for Standardization/Working Draft
LAEPI	Laboratório de Apoio ao Ensino, à Pesquisa e à Inovação
LTF	Laboratório de Transformações de Fases
MA	Microconstituente MA – Martensita-Austenita

MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MEV-FEG	Microscopia Eletrônica de Varredura com Emissão por Campo
MO	Microscopia Óptica
MR	Microrrechupes
NBR	Norma Brasileira
PMT	Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais
Q&PDI	Quenched and Partitioned Ductile Iron
RI	Recozimento Intercrítico
SAE	Society of Automotive Engineers
TRIP	Transformation-Induced Plasticity
TT	Tratamento Térmico
TTT	Tempo-Temperatura-Transformação
UEPG	Universidade Estadual de Ponta Grossa

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação (3.1)	49
Equação (3.2)	49
Equação (4.1)	92
Equação (4.2)	93
Equação (4.3)	94
Equação (4.4)	95
Equação (4.5)	95
Equação (4.6)	98
Equação (4.7)	98
Equação (4.8)	101
Equação (5.1)	130
Equação (5.2)	131

LISTA DE SÍMBOLOS

$\sigma_{\max}$	Tensão máxima atuante na matriz metálica
σ_n	Tensão nominal aplicada ao material
α_p	Ferrita proeutetoide
γ	Austenita
α	Ferrita
M_I	Temperatura de início de transformação martensítica
$A_{1\text{ inf}}$	Temperatura superior do campo intercrítico (ou trifásico) estável
$A_{1\text{ sup}}$	Temperatura inferior do campo intercrítico (ou trifásico) estável
β	Parâmetro relacionado à taxa de transformação martensítica
M_I'	Temperatura teórica de início da transformação martensítica
Fe-C	Ferro-carbono
Fe-C-Si	Ferro-carbono-silício
Fe-Fe ₃ C	Ferro-cementita
Fe ₃ C	Cementita
T_{EE}	Temperatura eutética estável
T_{EM}	Temperatura eutética metaestável
A_1	Temperatura eutetoide
T_{α}^0	Limite superior do campo trifásico estável
T_{α}	Limite inferior do campo trifásico estável
T_p^0	Limite superior do campo trifásico metaestável
T_p	Limite inferior do campo trifásico metaestável
K_{IC}	Tenacidade à fratura
α_b	Ferrita bainítica
γ_{EC}	Austenita enriquecida em carbono
T_{γ}	Temperatura de austenitização
T_{aust}	Temperatura de austêmpera
T_{amb}	Temperatura ambiente
γ_b	Austenita em blocos
G	Energia livre de Gibbs
X_{EQ}^{α}	Composição química de equilíbrio da ferrita

X_{EQ}^{γ}	Composição química de equilíbrio da austenita
μ_c^{α}	Potencial químico do carbono na ferrita
μ_c^{γ}	Potencial químico do carbono na austenita
μ_{Fe}^{α}	Potencial químico do ferro na ferrita
μ_{Fe}^{γ}	Potencial químico do ferro na austenita
X_{ECC}^{α}	Composição química de equilíbrio constrito de carbono da ferrita
X_{ECC}^{γ}	Composição química de equilíbrio constrito de carbono da austenita
A_{c3}	Temperatura crítica superior do campo bifásico ($\gamma + \alpha$) dos aços
C_{γ}	Concentração de carbono da austenita
C_i	Concentração de carbono da liga
M_F	Temperatura de fim da transformação martensítica
α'	Martensita
α'_p	Martensita particionada
α'_f	Martensita fresca
$C_{\alpha'}$	Concentração de carbono da martensita
$C_{\gamma EC}$	Concentração de carbono da austenita enriquecida em carbono
$C_{\alpha'p}$	Concentração de carbono da martensita particionada
$C_{\alpha'f}$	Concentração de carbono da martensita fresca
t_{γ}	Tempo de austenitização
$C_{\alpha b}$	Concentração de carbono da ferrita bainítica
ε	Carboneto ε
η	Carboneto η
N	Nodularidade ou percentual de nodularidade
d_{nod}	Diâmetro médio dos nódulos
N_A	Número de nódulos por unidade de área
$\%f_{gr}$	Fração volumétrica percentual de grafita
D_{nod}	Distância média entre nódulos
A_{gr}	Área da grafita
d_{gr}	Diâmetro médio da grafita
d_F	Diâmetro máximo de Feret
F_{gr}	Fator de forma da grafita

$\%f_p$	Fração volumétrica percentual de perlita
$f_{\alpha'}$	Fração volumétrica de martensita
f_{γ}	Fração volumétrica de austenita retida ou não transformada
β	Parâmetro relacionado à taxa de transformação martensítica
M_i'	Temperatura teórica de início da transformação martensítica
T_t	Temperatura de Têmpera
A	Braço de alavanca associado à fração volumétrica de martensita
B	Braço de alavanca associado à fração volumétrica de austenita
Cu-K α_1	Linha característica da radiação de cobre
λ	Comprimento de onda da radiação
$\%C_{\alpha'}$	Teor de carbono da martensita
$c_{\alpha'}$	Parâmetro de rede c da martensita
$f_{\alpha p}$	Fração volumétrica de ferrita proeutetoide
f_t	Fração volumétrica total transformada
$\%C_{\gamma}$	Teor de carbono da austenita
a_{γ}	Parâmetro de rede da austenita
E	Módulo de elasticidade
σ_{LE}	Limite de escoamento
σ_{LRT}	Limite de resistência à tração
$A_{\%}$	Alongamento percentual
E_{abs}	Energia absorvida no impacto
P_P	Percentual de pontos incididos
95%CI	Intervalo de confiança
$\%RA$	Precisão relativa
Fe-C-Si-Mn	Ferro-carbono-silício-manganês
$T_{cp\ inf}$	Temperatura de início de decomposição da perlita
$A_{c1\ inf}$	Temperatura crítica inferior do campo trifásico no aquecimento
$A_{c1\ sup}$	Temperatura crítica superior do campo trifásico no aquecimento
$A_{r1\ inf}$	Temperatura crítica inferior do campo trifásico no resfriamento
$A_{r1\ sup}$	Temperatura crítica superior do campo trifásico no resfriamento
$T_{rp\ sup}$	Temperatura de início de formação da perlita
$\%f_{\alpha p}$	Fração volumétrica percentual de ferrita proeutetoide

$\%f_{\alpha'}$	Fração volumétrica percentual de martensita
R^2	Coeficiente de determinação
a	Coeficiente angular da reta de ajuste
b	Coeficiente linear da reta de ajuste
t	Tempo de recozimento intercrítico
χ^2	Fator qui-quadrado ou teste qui-quadrado
θ	Carbonetos de transição
α_w	Ferrita de Widmanstätten
$\%f_{\alpha AF}$	Fração volumétrica percentual de ausferrita

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	32
2	OBJETIVOS	38
2.1	OBJETIVO GERAL	38
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	38
3	REVISÃO DE LITERATURA	39
3.1	FERROS FUNDIDOS NODULARES	39
3.1.1	Microestrutura e Classificações	39
3.1.2	Ferro Nodular FUCO FE 45012	42
3.1.3	Processo de Fabricação dos Perfis de FUCO FE 45012	43
3.2	SISTEMAS FERRO-CARBONO E FERRO-CARBONO-SILÍCIO	47
3.3	RECOZIMENTO INTERCRÍTICO EM FERROS NODULARES	52
3.4	AUSTÊMPERA EM FERROS NODULARES	55
3.5	TRATAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA E PARTIÇÃO	61
3.5.1	Equilíbrio Constrito de Carbono (ECC)	61
3.5.2	Têmpera e Partição em Aços	64
3.5.3	Têmpera e Partição em Ferros Nodulares	66
3.5.4	Propriedades Mecânicas dos Ferros Nodulares Temperados e Particionados	73
4	MATERIAIS E MÉTODOS	79
4.1	MATERIAL	79
4.2	MÉTODOS	81
4.2.1	Caracterização da Microestrutura Bruta de Solidificação	82
4.2.2	Corte do Material das Barras e Usinagem dos Corpos de Prova	84
4.2.3	Construção do Sistema de Tratamentos Térmicos	85
4.2.4	Determinação das Temperaturas Críticas do Campo Trifásico Estável	88
4.2.5	Avaliação da Cinética de Formação de Ferrita Proeutetoide	89
4.2.6	Avaliação da Cinética da Transformação Martensítica	91
4.2.7	Tratamentos Térmicos	95
4.2.8	Caracterização Microestrutural por Meio de Microscopia Óptica	99
4.2.9	Caracterização Microestrutural por Meio de Difração de Raios X	100
4.2.10	Caracterização Microestrutural por Meio de Microscopia Eletrônica	101
4.2.11	Caracterização Mecânica por Meio de Ensaio de Tração	102
4.2.12	Caracterização Mecânica por Meio de Ensaio de Dureza	103
4.2.13	Caracterização Mecânica por Meio de Ensaio de Impacto Charpy	104
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	105
5.1	MICROESTRUTURA BRUTA DE SOLIDIFICAÇÃO	105
5.1.1	Caracterização da Grafita	105
5.1.2	Quantificação da Fração Volumétrica Percentual de Perlita	111

5.2	TEMPERATURAS CRÍTICAS DO CAMPO TRIFÁSICO ESTÁVEL	115
5.3	CINÉTICA DE FORMAÇÃO DE FERRITA PROEUTETOIDE	120
5.4	CINÉTICA DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA	131
5.5	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL APÓS TRATAMENTOS TÉRMICOS.....	141
5.6	CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA APÓS TRATAMENTOS TÉRMICOS	162
5.7	ANÁLISE DAS SUPERFÍCIES DE FRATURA	182
5.8	SÍNTESE DOS RESULTADOS.....	188
6	CONCLUSÕES	191
	REFERÊNCIAS.....	194
	APÊNDICE A – RESULTADOS DA ANÁLISE DE VARIÂNCIA (ANOVA)	208
	APÊNDICE B – RESULTADOS DO TESTE DE TUKEY.....	213

1 INTRODUÇÃO

Segundo dados do último Censo da Produção Mundial de Fundidos (Census of World Casting Production), publicado pela American Foundry Society (AFS) na edição da revista Casting Source de janeiro-fevereiro de 2022, foram produzidos no mundo, em 2020, 105,5 milhões de toneladas métricas de produtos metálicos fundidos. Desse total, 47,8% eram produtos de ferro cinzento; 22,8%, de ferro nodular; 15,5%, de ligas de alumínio; 10,0%, de aços fundidos; 3,1%, de outras ligas não ferrosas; e 0,8%, de ferro maleável¹.

Ainda de acordo com esse censo, a produção brasileira* de fundidos em 2020 foi de 2,073 milhões de toneladas métricas, sendo 55,4% produtos de ferro cinzento; 22,6%, de ferro nodular; 13,0%, de aços fundidos; 7,7%, de ligas de alumínio; e 1,3%, de outras ligas não ferrosas. Ou seja, 71,4% da produção mundial e 78,0% da produção brasileira, em 2020, foram baseadas em ligas de ferro fundido, demonstrando a importância dessa classe de material para a produção de artefatos fundidos no Brasil e no mundo¹.

No entanto, embora as produções brasileira e mundial de artefatos metálicos em ferro cinzento sejam maiores do que as de ferro nodular, quando as aplicações exigem resistência mecânica associada à capacidade de alongamento, os nodulares são mais recomendados do que os cinzentos. Isso ocorre devido à morfologia apresentada pela grafita na microestrutura desses materiais. A grafita, cuja resistência mecânica é baixíssima, caracteriza-se como uma descontinuidade na matriz metálica e atua como concentradora de tensões².

Contudo, quando se apresenta na forma de nódulos, a grafita resulta em menor efeito de concentração de tensões ($\sigma_{\max}/\sigma_n = 1,7$)[†] do que na forma de veios ($\sigma_{\max}/\sigma_n = 5,4$). A grafita na forma de veios, presente na microestrutura dos ferros cinzentos, praticamente elimina a capacidade de alongamento desses materiais^{2,3}. Por outro lado, dependendo da microestrutura predominante na matriz metálica, os ferros nodulares podem apresentar valores mínimos de limite de resistência à tração na faixa de 380 a 1600 MPa, com alongamento percentual entre 1 e 18%[‡].

* De acordo com o referido censo, em 2020 o Brasil manteve-se entre os 10 maiores produtores de fundidos no mundo, ocupando a 10ª posição no ranking.

† Onde: $\sigma_{\max}$ é a máxima tensão atuante na matriz metálica próxima aos concentradores de tensões, e σ_n é a tensão nominal aplicada ao material.

‡ Valores baseados nos dados apresentados nas Tabelas 3.1, 3.2 e 3.4.

Assim, esses materiais vêm substituindo o ferro cinzento, o ferro maleável, o aço fundido e o aço forjado em diversas aplicações industriais. Entre elas, destacam-se a produção de virabrequins, eixos comando de válvulas, componentes hidráulicos, pinças e suportes de freio, mangas de ponta de eixo, placas de apoio ferroviárias, cubos de roda, engrenagens, coletores de exaustão, carcaças de turbocompressores, suportes de feixes de mola e braços de suspensão de veículos^{2,4}.

Uma rota alternativa à fundição convencional em moldes de areia para a produção de peças de ferro cinzento e nodular é a fundição contínua, que se caracteriza por resultar em produtos de qualidade similar ou até mesmo superior à das peças produzidas pelo método convencional. Esse processo* consiste no vazamento do metal líquido em um forno alimentador, no qual uma coquilha de grafite refrigerada à água confere a forma e as dimensões desejadas a perfis de ferro fundido. O nome FUCO® (fundição contínua) é uma marca registrada pela Tupy S.A. para os perfis obtidos por meio desse processo⁵⁻⁷.

Defeitos típicos dos métodos tradicionais de fundição, como bolhas de gás, rechupes e inclusões de escória, ocorrem com menor frequência no processo de fundição contínua, reduzindo as principais fontes de refugo de peças após a usinagem. Nesse método, são produzidas barras de ferro cinzento e nodular de seção redonda, quadrada ou hexagonal, com microestrutura refinada. Além disso, ele oferece vantagens como menor necessidade de remoção de sobremetal, melhor usinabilidade e eliminação de custos relacionados à ferramentaria, incluindo modelos e caixas de machos^{5,6}.

O FUCO pode substituir os ferros fundidos convencionais, alguns tipos de aços, ligas de alumínio e bronzes em várias aplicações. Ele possibilita tanto a fabricação de componentes simples, como arruelas, engrenagens e polias, quanto a de peças complexas, como moldes para a indústria de vidro e corpos de válvulas para sistemas hidráulicos^{5,6}.

No início da década de 1970, o desenvolvimento do ferro nodular austemperado (austempered ductile iron – ADI) impulsionou significativamente as aplicações dos ferros nodulares. Esse material é obtido ao submeter o ferro nodular

* As etapas do processo de fundição contínua estão esquematizadas na Figura 3.2.

bruto de solidificação a um tratamento térmico de austêmpera*, com o objetivo de produzir em sua matriz uma microestrutura conhecida como ausferrita†. Os índices de resistência mecânica atingidos por essa microestrutura, aliados à tenacidade e à ductilidade, são superiores àqueles da microestrutura bruta de solidificação^{4,8-11}.

Por isso, em muitas aplicações de engenharia, o ADI passou a ser uma alternativa viável para substituir os aços fundidos, os forjados e os tratados termicamente, devido ao seu menor custo de fabricação, à sua massa específica cerca de 10% inferior‡ e às propriedades mecânicas frequentemente equivalentes. Os ferros nodulares submetidos ao tratamento térmico de austêmpera são recomendados para a fabricação de engrenagens, eixos comando de válvulas, pinos, buchas e outros componentes que demandem resistência mecânica, capacidade de alongamento e tenacidade^{2,4,9}.

Uma nova classe de ADI foi desenvolvida no início dos anos 2000, buscando novas combinações de resistência mecânica, ductilidade e tenacidade. Essa classe foi denominada ADI dual devido à microestrutura composta por diferentes frações volumétricas de ferrita proeutetoide (α_p) e ausferrita. A combinação da resistência mecânica e tenacidade da ausferrita com a ductilidade da ferrita é a principal característica dessas microestruturas. O ADI dual é obtido por meio de uma etapa de austenitização parcial no campo intercrítico (austenita + ferrita + grafita)[§], seguida de austêmpera¹²⁻¹⁶.

A presença de ferrita proeutetoide nos ferros nodulares austemperados é desejada em aplicações que exigem maior ductilidade do que a obtida a partir de microestruturas convencionais, desde que a consequente redução nos valores de resistência mecânica seja aceitável. O ADI dual apresenta resistência mecânica e tenacidade superiores às dos ferros nodulares ferríticos e ferrítico-perlíticos, além de oferecer maior ductilidade e melhor usinabilidade em comparação aos ferros nodulares austemperados convencionais¹³⁻¹⁵.

* Um ciclo esquemático do tratamento térmico de austêmpera em ferro nodular pode ser visualizado na Figura 3.8.

† O termo ausferrita foi criado para distinguir esse microconstituente da bainita, pois, diferentemente do que ocorre nos aços, no ferro nodular a austêmpera deve resultar em uma mistura de ferrita bainítica e austenita enriquecida em carbono, em vez de um agregado formado por ferrita bainítica e carbonetos.

‡ A presença de grafita na microestrutura é a responsável pela massa específica cerca de 10% inferior.

§ Também representado como ($\gamma + \alpha + \text{grafita}$), conforme ilustrado nas Figuras 3.3 (a) e 3.5 (a).

Essa classe de ADI tem sido utilizada em peças de sistemas de suspensão e direção de veículos. As combinações de propriedades mecânicas apresentadas por esse material permitem substituir o ferro nodular ferrítico, possibilitando o projeto de componentes com menor dimensionamento e, assim, promovendo a redução de peso dos sistemas^{15,17}.

Um ciclo alternativo* para a produção do ADI dual foi proposto por Basso *et al.*¹⁸, no qual a austêmpera é realizada após austenitização plena†, seguida de uma etapa de recozimento no campo intercrítico ($\gamma + \alpha +$ grafita). Como resultado, obtém-se uma microestrutura distinta das tradicionalmente encontradas nos ADI duais, caracterizada pela ausferrita formada na etapa de austêmpera, envolvida por uma fina e contínua rede de grãos de ferrita proeutetoide, formada ao longo dos contornos austeníticos durante o recozimento intercrítico.

No entanto, embora os autores tenham proposto esse ciclo, eles não o aplicaram efetivamente na produção do ADI dual, nem avaliaram as propriedades mecânicas resultantes. Curiosamente, não há registros na literatura especializada de investigações posteriores sobre sua aplicação.

Galarreta *et al.*¹⁹ relataram que corpos de prova com microestruturas predominantemente perlíticas, contendo uma rede contínua de grãos de ferrita proeutetoide, apresentaram maiores valores de tenacidade e ductilidade em comparação aos corpos de prova com microestruturas perlíticas sem essa característica, mantendo, entretanto, a dureza e a resistência mecânica praticamente inalteradas.

Os autores atribuíram esse comportamento à presença da rede contínua de grãos de ferrita. No entanto, Galarreta e seus colaboradores não investigaram os possíveis efeitos dessa rede de ferrita proeutetoide nas propriedades mecânicas de ferros nodulares austemperados. As contribuições científicas de Basso *et al.*¹⁸ e Galarreta *et al.*¹⁹ sugerem o desenvolvimento de novos trabalhos relacionados ao tema.

O tratamento térmico de têmpera e partição foi proposto por Speer *et al.*²⁰ com base em um modelo termodinâmico para a partição de carbono entre martensita e

* O ciclo proposto por Basso *et al.*¹⁸ e um exemplo da microestrutura resultante podem ser observados, respectivamente, nas imagens (a) e (b) da Figura 3.6.

† O termo austenitização plena para ferros fundidos refere-se ao aquecimento do material até o campo bifásico formado por austenita e grafita ($\gamma +$ grafita), diferentemente dos aços, que são aquecidos até o campo austenítico.

austenita. Esse tratamento passou a ser empregado no desenvolvimento de aços com microestruturas que apresentam frações volumétricas controladas de martensita e austenita não transformada (ou retida), caracterizadas pelo enriquecimento em carbono da austenita e pelo empobrecimento da martensita. O enriquecimento em carbono promove a estabilização da austenita, conferindo a esses aços o efeito TRIP (transformation-induced plasticity), ou efeito de plasticidade induzida por transformação²⁰⁻²⁵.

Devido aos elevados teores de silício (1,0% a 2,0% em peso) desses aços, sua microestrutura apresenta-se isenta de cementita e com percentuais de austenita retida geralmente entre 5% e 10%, podendo, em alguns casos, alcançar até 30%. Os ferros nodulares, por sua vez, apresentam teores de silício ainda mais elevados (1,8% a 4,5% em peso), tornando o conceito de têmpera e partição uma rota tecnológica promissora para o tratamento térmico desses materiais²⁰⁻²⁵.

Em contraste com a austêmpera, na têmpera e partição*, após a etapa de austenitização, o ferro nodular é resfriado abaixo da temperatura de início da transformação martensítica (M_I) para a formação de uma fração volumétrica desejada de martensita. Em seguida, o material é reaquecido a uma temperatura intermediária, acima de M_I , para permitir a partição de carbono da martensita para a austenita e a transformação de parte dessa austenita em ferrita bainítica²⁶⁻³⁷.

Assim, além de ausferrita e grafita, a microestrutura do ferro nodular temperado e particionado apresenta placas de martensita particionada, as quais não estão presentes na microestrutura do ADI. Caso a austenita não seja suficientemente estabilizada durante a etapa de partição, pode ocorrer a formação de martensita secundária (ou fresca) durante o resfriamento do material até a temperatura ambiente. Essa martensita, por não passar pela partição, mantém elevado teor de carbono, resultando na fragilização do ferro nodular temperado e particionado²⁶⁻³⁷.

No processo de têmpera e partição, os parâmetros experimentais desempenham papéis importantes na definição da microestrutura final. A temperatura e o tempo de austenitização interferem na temperatura M_I , ao passo que a temperatura de têmpera determina a quantidade de martensita formada. Essa quantidade, por sua vez, afeta o total de carbono disponível para a partição²⁶⁻³⁷.

* Um ciclo esquemático do tratamento térmico de têmpera e partição aplicado aos ferros nodulares, juntamente com a evolução microestrutural resultante, pode ser visualizado na Figura 3.11.

Já a temperatura e o tempo de partição definem a morfologia da ferrita bainítica, determinam sua fração volumétrica, afetam a estabilização da austenita e condicionam a possibilidade de formação de martensita fresca após a partição. A variação desses parâmetros pode gerar microestruturas com níveis de resistência mecânica, tenacidade e ductilidade distintos, até mesmo em relação aos obtidos por meio do tratamento térmico de austêmpera²⁶⁻³⁷.

Em 2013, Anderson José Saretta Tomaz da Silva defendeu a primeira dissertação de mestrado no Brasil sobre a aplicação do tratamento térmico de têmpera e partição em ferro nodular. Em 2018, André Caetano Melado e Arthur Seiji Nishikawa defenderam as primeiras teses de doutorado no Brasil relativas ao tema. Esses trabalhos foram desenvolvidos no grupo de pesquisa liderado pelo Prof. Dr. Hélio Goldenstein, do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT), da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP).

Com base na caracterização mecânica de um ferro nodular submetido a tratamentos térmicos de têmpera e partição, Melado *et al.*³³ propuseram uma nova classe de material, denominada Q&PDI (quenched and partitioned ductile iron), ou ferro nodular temperado e particionado. Segundo os autores, em um diagrama *banana plot** de limite de resistência à tração (MPa) *versus* alongamento (%), o Q&PDI se posiciona à esquerda e acima do ADI, exibindo maiores valores de limite de resistência à tração e menores valores de alongamento percentual.

As contribuições científicas geradas e as oportunidades de pesquisa sugeridas pelos trabalhos de Basso *et al.*¹⁸, Galarreta *et al.*¹⁹, Silva²⁶, Melado³⁵ e Nishikawa³⁶, somadas à ausência de registros na literatura especializada sobre a produção de ferros nodulares temperados e particionados contendo ferrita proeutetoide, motivaram o desenvolvimento deste trabalho. Para tanto, o ferro nodular FUCO FE 45012 foi submetido ao tratamento térmico de têmpera e partição após recozimentos intercríticos, seguido de caracterização microestrutural e determinação das propriedades mecânicas. Assim, foram obtidos resultados que permitem correlacionar os aspectos microestruturais com o comportamento mecânico do FUCO FE 45012 temperado e particionado, contendo ferrita proeutetoide.

* Esse diagrama pode ser visualizado na Figura 3.13.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Este trabalho foi desenvolvido com o objetivo de correlacionar os aspectos microestruturais com o comportamento mecânico de um ferro nodular FUCO FE 45012 temperado e particionado após recozimentos intercríticos.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 1) Projetar tratamentos térmicos para obter microestruturas compostas por uma matriz de martensita particionada e ausferrita, com frações volumétricas de ferrita proeutetoide de aproximadamente 10, 20 e 30%.
- 2) Avaliar o efeito dos tratamentos térmicos projetados na microestrutura do FUCO FE 45012.
- 3) Avaliar o efeito das microestruturas obtidas nas propriedades mecânicas do FUCO FE 45012.
- 4) Avaliar o efeito das microestruturas obtidas nos mecanismos de fratura do FUCO FE 45012.

3 REVISÃO DE LITERATURA

Este trabalho refere-se à aplicação do tratamento térmico de têmpera e partição em um ferro nodular FUCO FE 45012, após recozimentos intercríticos. Os efeitos desses tratamentos foram avaliados por meio de caracterizações microestruturais e mecânicas de corpos de prova padronizados. A seguir, são abordados conceitos relativos à microestrutura e à classificação dos ferros nodulares, ao FUCO FE 45012 e seu processo de fabricação por meio de fundição contínua, aos sistemas ferro-carbono (Fe-C) e ferro-carbono-silício (Fe-C-Si), e aos tratamentos térmicos de recozimento intercrítico, austêmpera, e têmpera e partição.

3.1 FERROS FUNDIDOS NODULARES

3.1.1 Microestrutura e Classificações

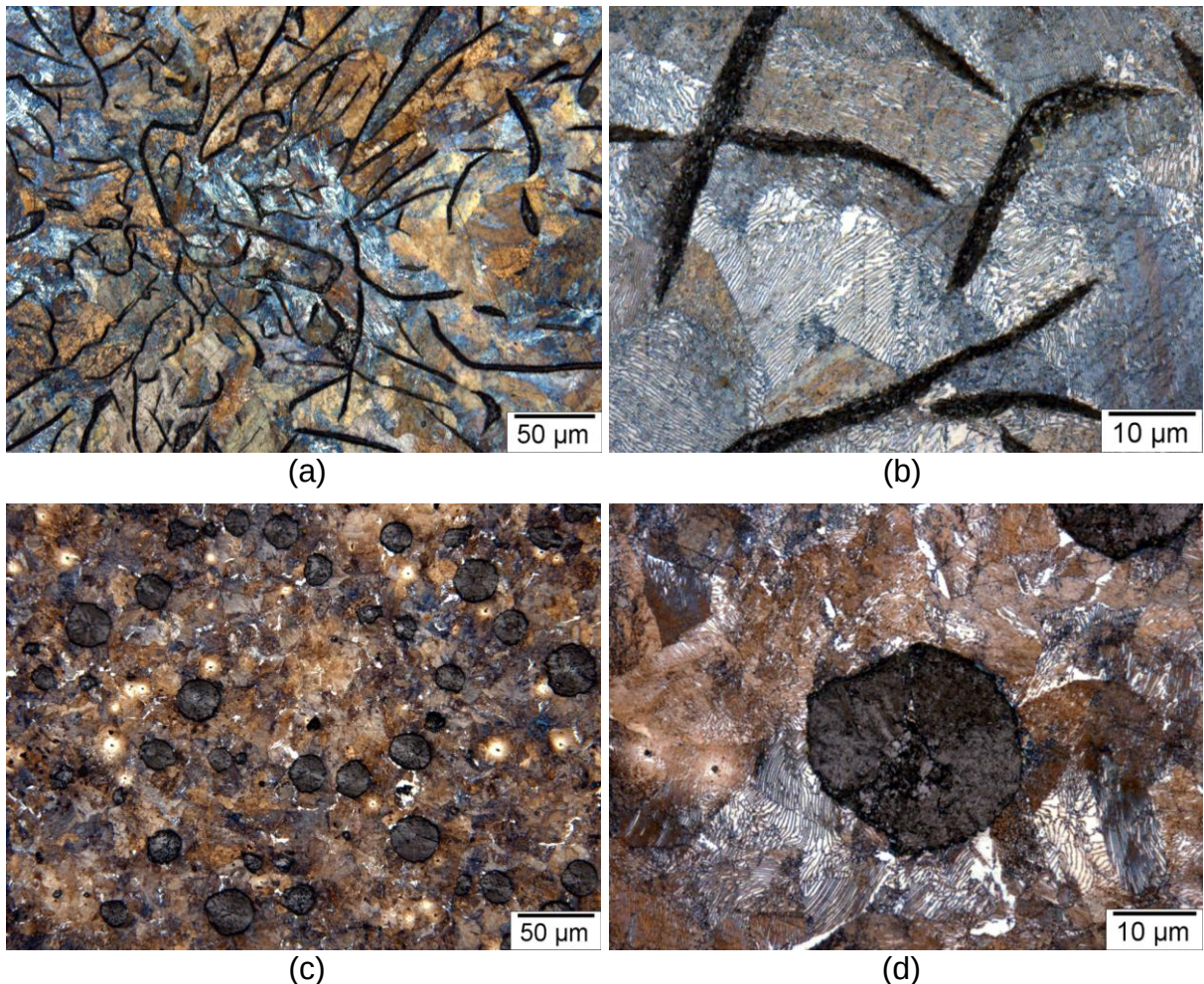
Os ferros fundidos nodulares, também conhecidos como ferros fundidos dúcteis ou ferros fundidos de grafita esferoidal, em quantidade de produtos fundidos só perdem para os ferros cinzentos*, representando em torno de 23% de todas as peças ferrosas e não ferrosas fabricadas mundialmente em 2020. No entanto, embora a produção mundial de ferro nodular seja menor do que a de ferro cinzento, o ferro nodular é mais indicado para as aplicações que exigem resistência mecânica associada à capacidade de alongamento. Isso ocorre devido à morfologia que a grafita apresenta na microestrutura desses materiais. Em comparação aos veios presentes no ferro cinzento, os nódulos proporcionam aumento nos valores de módulo elástico, resistência mecânica, resistência ao impacto e alongamento percentual, pois resultam em menor efeito de concentração de tensões na matriz metálica circunvizinha a eles; em contrapartida, reduzem a condutividade térmica e a capacidade de amortecimento de vibrações^{1-3,38-40}.

A modificação da morfologia da grafita, de veios para nódulos, é realizada por meio da adição de agentes nodularizantes durante o tratamento do ferro líquido. Isso foi descoberto por Keith Millis, no laboratório de pesquisa da Companhia Internacional de Níquel (International Nickel Company), em 1943. Com a adição de magnésio na panela de vazamento, na forma de uma liga cobre-magnésio, ele fez com que a grafita

* Os ferros cinzentos também são conhecidos como ferros fundidos de grafita lamelar ou ferros fundidos com grafita na forma de veios.

nucleada no ferro líquido crescesse com morfologia esferoidal, desenvolvendo o ferro nodular. Em outro trabalho independente, conduzido na Associação Britânica de Pesquisa em Ferro Fundido (British Cast Iron Research Association), Henton Morrogh, em 1948, descobriu que a adição de cério ao ferro líquido também resultava na nodularização da grafita^{39,41,42}. As morfologias apresentadas pela grafita nos ferros cinzento e nodular estão ilustradas na Figura 3.1.

Figura 3.1 – Exemplos de microestruturas de ferros cinzento e nodular. Em (a) e (b) estão ilustradas microestruturas de um ferro cinzento, enquanto em (c) e (d) estão ilustradas microestruturas de um ferro nodular, ambos com matriz perlítica. Em (b) e (d) são apresentadas regiões de (a) e (c), respectivamente, com maior ampliação. As microestruturas foram reveladas com ataque em uma solução de nital 2% e as imagens foram obtidas por meio de microscopia óptica. Examinando-se as imagens nota-se a diferença de morfologia da grafita nos ferros cinzento (veios) e nodular (nódulos).



Fonte: o autor.

As imagens da Figura 3.1 foram obtidas por meio de microscopia óptica após a microestrutura ter sido revelada com ataque em solução de nital 2%. Nelas observa-se as morfologias da grafita em um ferro cinzento e em um ferro nodular,

ambos de matriz perlítica. Em (a) e (b) estão ilustradas microestruturas do ferro cinzento, nelas fica evidente a morfologia lamelar (ou na forma de veios) que a grafita apresenta nesse tipo de material. Por sua vez, nas imagens (c) e (d), fica nítido que no ferro nodular a grafita apresenta a forma de nódulos (ou esferoides). As imagens ilustradas em (b) e (d) são ampliações de regiões das microestruturas apresentadas respectivamente em (a) e (c).

As classes de ferros nodulares são geralmente definidas em função de suas propriedades mecânicas. A norma ABNT NBR 6916-17⁴³, por exemplo, especifica as classes em função dos valores mínimos requeridos para o limite de resistência à tração (em MPa) e alongamento (em %)². As classes de ferros nodulares especificadas nessa norma estão apresentadas na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Classificação dos ferros nodulares segundo a norma ABNT NBR 6916-17. As duas primeiras letras representam o tipo de ferro fundido (FE, ferro fundido de grafita esferoidal), os três algarismos seguintes representam o limite mínimo de resistência à tração (em MPa), enquanto os dois últimos representam o alongamento mínimo (em %).

Classes	Limite mínimo de resistência à tração (MPa)	Limite mínimo de escoamento a 0,2% (MPa)	Alongamento mínimo (%)	Somente como informação	
				Faixa aproximada de dureza Brinell	Microestrutura predominante
FE 38017	380	240	17	140 - 180	Ferrítica
FE 42012	420	280	12	150 - 200	Ferrítica
FE 50007	500	350	7	170 - 240	Ferrítica Perlítica
FE 60003	600	400	3	210 - 280	Perlítica
FE 70002	700	450	2	230 - 300	Perlítica
FE 80002	800	550	2	240 - 312	Perlítica
FE 38017*	380	240	17	140 - 180	Ferrítica

(*) Classe com requisito de impacto, conforme item 8.4.3 da norma NBR 6916-17.

Fonte: adaptado de ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 6916-2017:** Ferro fundido nodular ou ferro fundido com grafita esferoidal - Especificação. São Paulo: ABNT, 2018. 24 p.

Nota-se que a classe FE 42012, por exemplo, caracteriza-se como um ferro nodular com 420 MPa de limite de resistência à tração e 12% de alongamento. A

norma americana ASTM A536-84⁴⁴, por sua vez, especifica as classes em relação aos valores mínimos de limite de resistência à tração (em psi), limite de escoamento (em psi) e alongamento (em %). A classificação dos ferros nodulares segundo essa norma está apresentada na Tabela 3.2. A classe 65-45-12, por exemplo, trata-se de um ferro nodular com 65.000 psi de limite de resistência à tração, 45.000 psi de limite de escoamento e 12% de alongamento^{2,38-40}.

Tabela 3.2 – Ferros nodulares classificados de acordo com a norma ASTM A536-84. Os algarismos localizados à esquerda do primeiro traço representam o limite mínimo de resistência à tração (em psi), os algarismos do meio representam o limite mínimo de escoamento (em psi), enquanto os algarismos posicionados à direita do segundo traço representam o alongamento mínimo (em %).

Classes	Limite mínimo de resistência à tração		Limite mínimo de escoamento a 0,2%		Alongamento mínimo
	psi	MPa	psi	MPa	%
60-40-18	60.000	414	40.000	276	18
65-45-12	65.000	448	45.000	310	12
80-55-06	80.000	552	55.000	379	6
100-70-03	100.000	689	70.000	483	3
120-90-02	120.000	827	90.000	621	2

Fonte: adaptado de AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **A536-84**: Standard specification for ductile iron castings. West Conshohocken: ASTM International, 2019. 6 p.

Os valores de alongamento percentual das classes de ferros nodulares, combinados com seus respectivos valores de limite de resistência à tração, constituem um grande diferencial desses materiais em relação aos ferros cinzentos. Por exemplo, enquanto o ferro nodular FE 42012 apresenta 420 MPa de limite de resistência à tração e 12% de alongamento, um ferro cinzento com resistência similar apresenta apenas 0,5% de alongamento. Essa diferença de ductilidade é causada pela maior concentração de tensões na matriz metálica do ferro cinzento em comparação ao ferro nodular, devido à presença de grafita lamelar em sua microestrutura^{2,3,38-40}.

3.1.2 Ferro Nodular FUCO FE 45012

O FUCO FE 45012 é um ferro nodular produzido na forma de perfis por meio de fundição contínua. Sua microestrutura é composta por uma matriz ferrítica-perlítica,

contendo até 35% de perlita e no máximo 5% de carbonetos dispersos. A grafita presente é do tipo nodular I e II, com tamanho variando entre 5 e 8, conforme classificação da norma ASTM A247-19⁴⁵. Na condição bruto de solidificação, esse material apresenta limite de resistência à tração e limite de escoamento comparáveis aos do aço SAE 1030 laminado a quente. A classe FE 45012 é similar à classe 65-45-12 da norma ASTM A536-84⁴⁴ e próxima da classe FE 42012 da norma ABNT NBR 6916-17⁴³, apresentando limite de resistência à tração de 450 MPa e alongamento de 12%⁶. A faixa de composição química típica do FUCO FE 45012 é apresentada na Tabela 3.3, na qual o percentual de ferro deve ser considerado em balanço com os outros elementos da composição.

Tabela 3.3 – Faixa de composição química típica do ferro nodular FUCO FE 45012, considerando o percentual de ferro em balanço com os outros elementos da composição.

Composição química (%)					
C	Si	Mn	P	S	Mg
3,30 - 4,00	2,20 - 3,10	0,25 máx.	0,10 máx.	0,02 máx.	0,03 - 0,06

Fonte: TUPY S.A. **FUCO® perfis fundidos**. [S. l.: s. n.], [2011]. Disponível em: http://www.tupy.com.br/imagens/promocional/catalogo_tecnico_fuco.pdf. Acesso em: 28 mar. 2020. (Catálogo técnico - CT1111).

Como o FUCO FE 45012 possui propriedades mecânicas similares às de um aço de baixo carbono, as peças comumente fabricadas em aço SAE 1020 ou em aços de corte fácil, como os resulfurados e ao chumbo, podem ser produzidas alternativamente com esse material. Ele pode ser utilizado, por exemplo, na fabricação de engrenagens, porcas, eixos, componentes de máquinas sujeitos a choques, componentes hidráulicos que operam em alta pressão, como *manifolds* (coletores), êmbolos, guias, tampas, cabeçotes de cilindro, camisas para injetoras, válvulas hidráulicas, placas e coquilhas⁶.

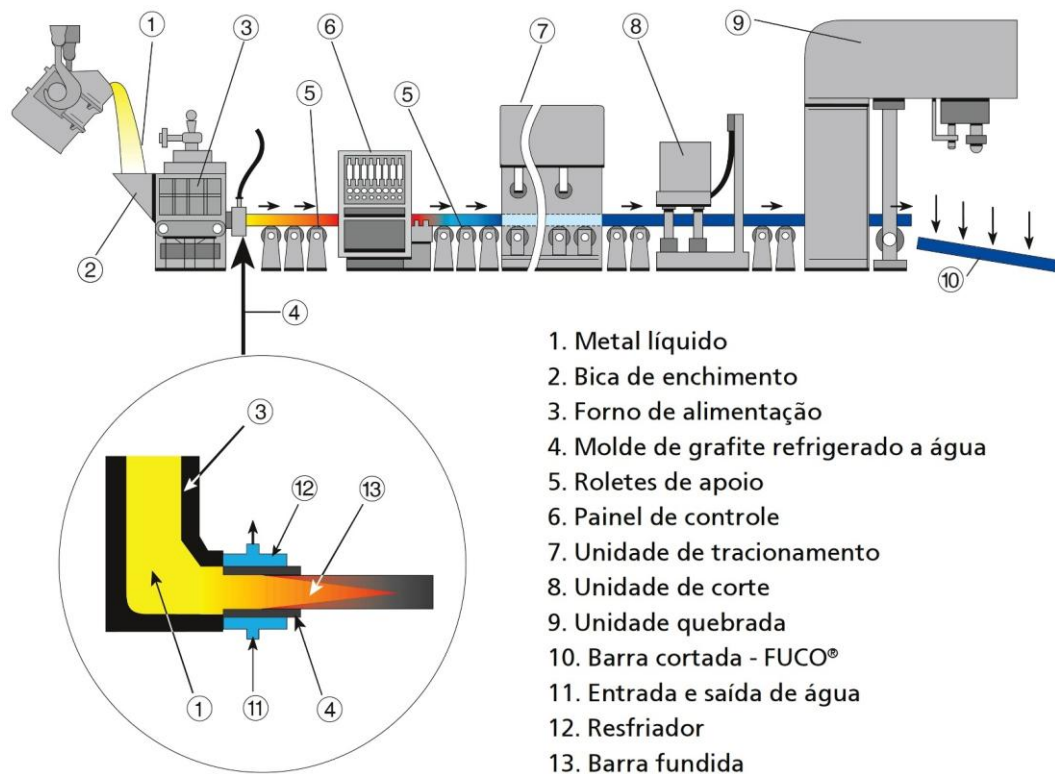
3.1.3 Processo de Fabricação dos Perfis de FUCO FE 45012

O processo de fundição contínua (ou lingotamento contínuo) passou a ser utilizado comercialmente na Alemanha em meados da década de 1930, para a produção de tarugos de latão. No final da década de 2000, esse processo já era responsável por mais de 80% da produção mundial de aço. A produção de perfis de

ferro fundido por meio dessa técnica foi introduzida no Brasil em 1975 pela Tupy S.A., que registrou o nome FUCO como uma marca para esses perfis^{5-7,46-48}.

A fundição contínua é uma alternativa para a produção de peças de ferro cinzento e nodular com qualidade similar, ou até mesmo superior, à das peças produzidas por fundição convencional em moldes de areia. Esse método de fabricação reduz o tempo de processo, resultando em aumento de produtividade e diminuição dos custos de produção. Por meio dessa técnica é possível produzir barras com seção redonda, quadrada e hexagonal, entre outras geometrias, com dimensões próximas às das peças finais e com o comprimento desejado^{5-7,47,49}. O processo de fundição contínua está ilustrado esquematicamente na Figura 3.2.

Figura 3.2 – Etapas do processo de fundição contínua: vazamento do metal líquido (1) em um forno alimentador (3), onde uma coquilha ou molde de grafite refrigerada à água (4) confere a forma e a dimensão desejada a perfis metálicos (13). As barras são entalhadas com disco de corte (8) e quebradas por punção (9), de acordo com o comprimento desejado (10).



Fonte: TUPY S.A. **FUCO® perfis fundidos**. [S. l.: s. n.], [2011]. Disponível em: http://www.tupy.com.br/imagens/promocional/catalogo_tecnico_fuco.pdf. Acesso em: 28 mar. 2020. (Catálogo técnico - CT1111).

Antes que o ferro líquido (1) produzido em um forno cubilô seja despejado na bica de enchimento (2) do forno de alimentação (3), sua composição química e temperatura são ajustadas em um forno de indução a cadinho. Uma vez atingida a composição química desejada, realiza-se a nodularização em panela fechada, com a

temperatura da liga situada entre 1400 °C e 1450 °C. A liga nodularizante (Fe-Si-Mg/6) é adicionada ao reservatório localizado no fundo da panela de tratamento e coberta com granalha de aço, utilizando-se geralmente 1,1% de liga e 1,0% de cobertura. Após o processo de nodularização, realiza-se a inoculação, com a adição de 0,6% da liga Fe-Si/75 durante a transferência do ferro líquido para o forno de alimentação, dando início ao processo de fundição contínua^{7,50}.

O forno de alimentação é reabastecido periodicamente durante o processo, e uma coquilha ou molde de grafite (4), com extremidade aberta e refrigerada à água (12), é montada em sua parte frontal inferior. Essa coquilha confere aos perfis a forma e as dimensões desejadas. Quando o metal líquido entra em contato com ela, forma-se uma casca sólida (13) devido à elevada taxa de extração de calor proporcionada pelo seu resfriamento com água. Quando a casca possui resistência mecânica suficiente para suportar o metal líquido existente no núcleo da barra e a pressão metalostática exercida pela carga de metal líquido no interior do forno, um comando eletrônico (6) é acionado para que motores tracionem a barra na direção horizontal (7). Ao mesmo tempo, a pressão metalostática fornece a alimentação contínua de metal líquido, gerando um perfil de estrutura densa, no qual a presença de cavidades, poros e rechupes é minimizada. Enquanto a barra é tracionada sobre os roletes de apoio (5), o processo de solidificação se completa, permitindo que ela seja entalhada com discos de corte (8) e fraturada no comprimento solicitado (10) por meio de puncionamento (9)^{6,7,47,50,51}.

Ao longo do processo de fundição contínua, variáveis importantes como a temperatura do metal líquido no forno de indução; o tamanho, a forma e a taxa de extração de calor da coquilha de grafite; o tempo de espera do metal líquido dentro da coquilha; e o tempo e a velocidade de tracionamento das barras devem ser controladas a fim de se obter um material fundido dentro dos padrões de qualidade exigidos, com estrutura de solidificação refinada e baixo índice de defeitos⁷.

Por exemplo, o tempo de espera do metal líquido dentro da coquilha e a velocidade de tracionamento da barra devem ser ajustados para minimizar a formação de defeitos de fundição. O tracionamento lento resulta em resfriamento excessivo da barra, o que leva à precipitação de carbonetos e reduz os níveis de ductilidade e tenacidade do material. O tracionamento rápido, por sua vez, faz com que a casca sólida formada não tenha espessura suficiente para garantir a estabilidade dimensional. Neste caso, em barras de seção transversal quadrada e retangular, a

pressão metalostática supera a baixa resistência mecânica da casca sólida e provoca o abaulamento dos lados da seção transversal, originando o defeito chamado de inchamento^{7,51}.

No caso de barras com seção transversal redonda, ocorre a ovalização da seção transversal quando a casca sólida apresenta baixa resistência mecânica. Além dos defeitos causados pelo tracionamento rápido, os perfis podem sofrer alterações dimensionais devido a outros fatores. As tensões térmicas induzidas pelo metal líquido sobre o molde de grafite, por exemplo, resultam em desgastes que afetam as tolerâncias dimensionais. Desse modo, a manutenção periódica do molde é necessária para que o padrão dimensional das barras seja mantido^{7,51}.

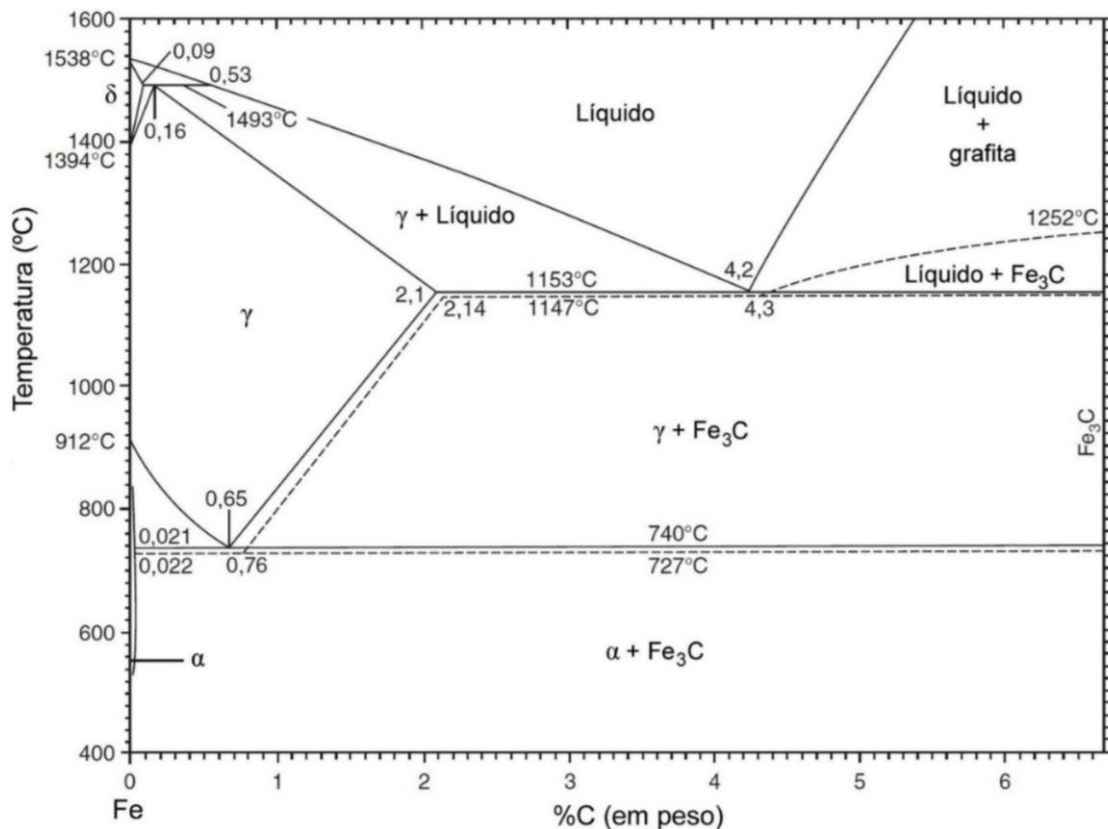
A taxa de extração de calor da coquilha de grafite e o resfriamento após a solidificação são fatores que influenciam a formação de gradientes microestruturais nos perfis de FUCO. Próximo à superfície, os perfis apresentam alta concentração de pequenos nódulos de grafita distribuídos em uma matriz ferrítica (borda ferrítica). No núcleo, esses nódulos são maiores e menos numerosos. A microestrutura do núcleo pode ser ferrítica-perlítica ou completamente perlítica, dependendo das dimensões do perfil e de sua composição química. A borda ferrítica é deslocada em direção à parte superior das barras, pois, devido ao seu peso, o contato com a coquilha de grafite é maior na parte inferior, resultando em maior taxa de extração de calor nessa região. Na borda ainda há carbonetos de solidificação devido ao coquilhamento da superfície, enquanto o núcleo apresenta microrrechupes e segregação. Esses gradientes microestruturais são causados por diferenças nas velocidades de solidificação e resfriamento ao longo do diâmetro (ou espessura) dos perfis. Eles resultam em variações nas propriedades mecânicas, que são mais críticas em barras com diâmetro (ou espessura) superior a 100 mm^{7,48,50-54}.

Os perfis fabricados por meio de fundição contínua possuem microestrutura refinada devido ao resfriamento proporcionado pela coquilha de grafite refrigerada à água. Além disso, os defeitos típicos de fundição convencional, como formação de bolhas de gás, rechupes e inclusões de escória são minimizados, reduzindo as principais fontes de refugo de peças após a usinagem. Outras vantagens associadas a esse método de fabricação incluem a menor necessidade de remoção de sobremetal, uma vez que os perfis podem ser obtidos com dimensões próximas às medidas finais da peça, e a redução de custos com ferramentaria, pois não são necessários modelos e caixas de machos para a produção dos perfis^{5-7,47,49}.

3.2 SISTEMAS FERRO-CARBONO E FERRO-CARBONO-SILÍCIO

O diagrama referente ao equilíbrio de fases do sistema binário ferro-carbono (Fe-C) está ilustrado na Figura 3.3, no qual as linhas cheias representam o sistema estável ferro-grafita (Fe-grafita) e as linhas tracejadas representam o sistema metaestável ferro-cementita (Fe-Fe₃C). Nota-se que há diferenças entre os dois sistemas no que diz respeito às temperaturas e composições eutética e eutetoide, ao limite de solubilidade de carbono na austenita e à estabilidade térmica das fases ricas em carbono, grafita e cementita⁵⁵.

Figura 3.3 – Diagrama de equilíbrio de fases do sistema binário ferro-carbono (Fe-C), no qual as linhas cheias representam o sistema estável ferro-grafita (Fe-grafita), enquanto as linhas tracejadas representam o sistema metaestável ferro-cementita (Fe-Fe₃C).



Fonte: adaptado de STEFANESCU, D. M.; LACAZE, J. Thermodynamics principles as applied to cast iron. In: STEFANESCU, D. M. (ed.). **Cast Iron Science and Technology**. ASM International, v. 1A, 2017. p. 32-45. ISBN 978-1-62708-179-5. DOI: 10.31399/asm.hb.v01a.a0006295.

De acordo com o diagrama da Figura 3.3, no resfriamento de uma liga hipoeutética, entre a temperatura liquidus e 1153 °C, há nucleação e crescimento de austenita. Na sequência, se o resfriamento prosseguir até uma temperatura localizada entre 1153 °C e 1147 °C, ocorre a reação eutética estável, com o líquido remanescente transformando-se em austenita (γ) e grafita. Porém, se a mesma liga

for resfriada diretamente abaixo de 1147 °C, é a reação eutética metaestável que ocorre, com a formação de austenita e cementita (Fe_3C). Em ambos os casos, a continuidade do resfriamento resulta na reação eutetoide, que também se realiza segundo os sistemas estável e metaestável. Em temperaturas localizadas entre 740 °C e 727 °C, a austenita se decompõe em ferrita (α) e grafita, na reação eutetoide estável. Em contrapartida, se o resfriamento for conduzido diretamente a uma temperatura inferior a 727 °C, a austenita transforma-se em ferrita e cementita, na reação eutetoide metaestável^{2,55,56}.

Embora a reação eutética estável se mostre possível no diagrama da Figura 3.3, na prática ela dificilmente ocorre no sistema binário ferro-carbono. Em uma liga contendo apenas ferro e carbono, a formação de cementita (fase metaestável) prevalece em relação à formação de grafita (fase estável), pois nesse sistema o intervalo entre as temperaturas eutética estável (T_{EE}) e eutética metaestável (T_{EM}) é muito pequeno, em torno de 6 °C. Já em uma liga ferro-carbono-silício (Fe-C-Si), o intervalo entre as temperaturas eutéticas estável e metaestável é ampliado pela ação do silício. Com um teor de 2% de silício, por exemplo, essa diferença aumenta para 35 °C, ampliando o intervalo térmico no qual o eutético estável (austenita e grafita) nucleia e cresce preferencialmente em relação ao eutético metaestável (austenita e cementita). Desse modo, os ferros fundidos comerciais são, na verdade, ligas ferro-carbono-silício (Fe-C-Si)^{2,55,57}.

Devido ao seu caráter grafitizante, o silício é adicionado ao sistema ferro-carbono (Fe-C) para promover a formação de grafita e minimizar a formação de cementita (Fe_3C). Elementos como manganês, enxofre e fósforo também estão presentes na composição química desses materiais, os quais ainda podem conter outros elementos de liga e impurezas. A solidificação dos eutéticos estável e metaestável nessas ligas depende de vários fatores, entre eles, o potencial de nucleação do líquido, a composição química e a taxa de resfriamento. Os dois primeiros determinam o potencial de grafitização, que está relacionado à presença de agentes nucleantes (inoculantes) e elementos de liga grafitizantes no metal líquido. Quando o potencial de grafitização é elevado, há nucleação e crescimento de grafita, enquanto a formação de cementita ocorre quando o potencial é baixo. Em relação à taxa de resfriamento, taxas elevadas favorecem a formação de cementita, enquanto resfriamentos mais lentos favorecem a formação de grafita^{2,39,42,55,56}.

Além do silício, os outros elementos de liga e impurezas presentes na composição química dos ferros fundidos também afetam o potencial de grafitação. Os efeitos desses elementos dependem de como eles interferem na solubilidade do carbono no líquido. Elementos estabilizadores de carbonetos, como cromo, vanádio, manganês, molibdênio e tungstênio, aumentam a solubilidade do carbono no líquido e diminuem o potencial de grafitação. Por sua vez, os estabilizadores da grafita, como silício, alumínio, níquel, cobre, fósforo e arsênio, diminuem a solubilidade e aumentam o potencial. Porém, algumas vezes os fenômenos de nucleação se sobrepõem aos critérios de solubilidade. O fósforo, que é um fraco estabilizador de grafita, quando se encontra acima de seu limite de solubilidade* na austenita forma um eutético ternário muito duro, a esteadita. Já o manganês, mesmo sendo um forte estabilizador de carbonetos, combina-se com enxofre e forma sulfetos de manganês, os quais atuam como agentes nucleantes da grafita^{39,55}.

Os elementos de liga e as impurezas presentes na composição química dos ferros fundidos alteram a posição dos pontos eutetoide e eutético, e definem o modo de solidificação dessas ligas. Para prever os efeitos desses elementos químicos na posição dos pontos invariantes do sistema Fe-C, utiliza-se o conceito de carbono equivalente (CE), que pode ser estimado por meio da Equação 3.1:

$$CE = \%C + 0,31 \cdot (\%Si) + 0,33 \cdot (\%P) + 0,40 \cdot (\%S) - 0,027 \cdot (\%Mn) \quad (3.1)$$

ou, mais comumente, por meio da Equação 3.2:

$$CE = \%C + \left(\frac{\%Si + \%P}{3} \right) \quad (3.2)$$

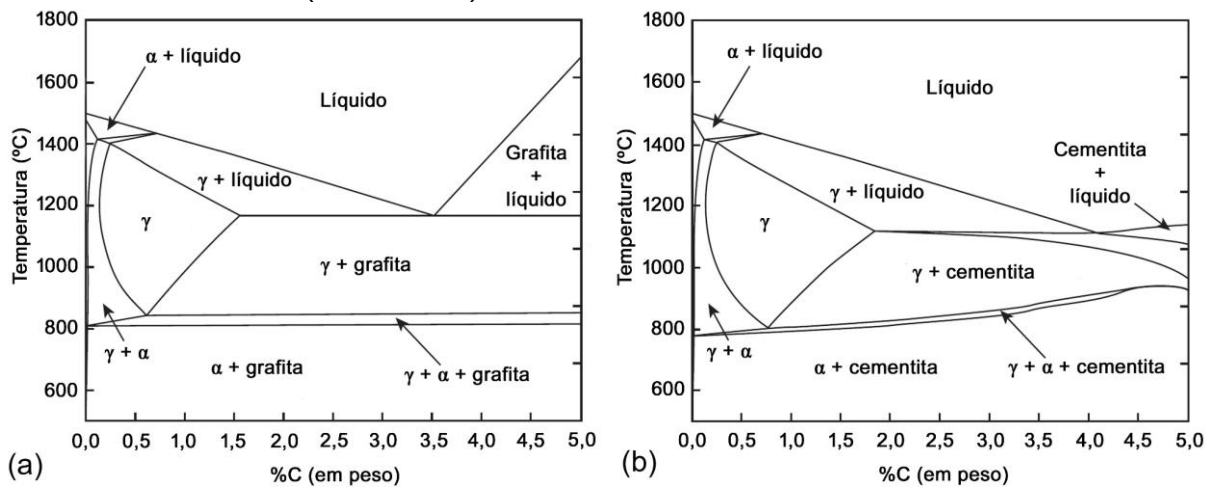
essas equações possuem comprovação empírica e permitem estimar se um ferro fundido irá se solidificar como uma liga eutética, hipoeutética ou hipereutética^{2,55,58}.

Os efeitos do silício no sistema ferro-carbono podem ser observados na Figura 3.4, na qual são apresentadas isopletras de equilíbrio estável e metaestável do sistema ferro-carbono-silício, para um teor de silício de 3%. Comparando os diagramas da Figura 3.4 com o da Figura 3.3, nota-se a mudança de posição dos pontos eutético e eutetoide, além da redução da máxima solubilidade de carbono na

* O limite de solubilidade do fósforo na austenita é de aproximadamente 0,08%. O símbolo de porcentagem (%), quando utilizado para composições químicas neste texto, refere-se sempre ao percentual em peso do elemento.

austenita. O silício eleva a temperatura eutética no sistema estável ($\uparrow T_{EE}$) e a reduz no sistema metaestável ($\downarrow T_{EM}$). A redução da temperatura eutética metaestável é a principal contribuição desse elemento para o aumento da faixa de temperaturas nas quais ocorre a solidificação eutética estável, fato que contribui para a formação de grafita livre nos ferros fundidos comerciais. Outro efeito observado, é a alteração dos teores de carbono das reações eutética e eutetoide, que diminuem à medida que esse elemento é adicionado à liga^{39,55}.

Figura 3.4 – Isopletras do diagrama ferro-carbono-silício, para um teor de silício de 3,0%. Em (a) está ilustrada a seção do diagrama referente ao sistema de equilíbrio estável (Fe-grafita), enquanto em (b) está ilustrada a seção do diagrama referente ao sistema de equilíbrio metaestável (Fe-cementita).



Fonte: adaptado de STEFANESCU, D. M.; LACAZE, J. Thermodynamics principles as applied to cast iron. In: STEFANESCU, D. M. (ed.). **Cast Iron Science and Technology**. ASM International, v. 1A, 2017. p. 32-45. ISBN 978-1-62708-179-5. DOI: 10.31399/asm.hb.v01a.a0006295.

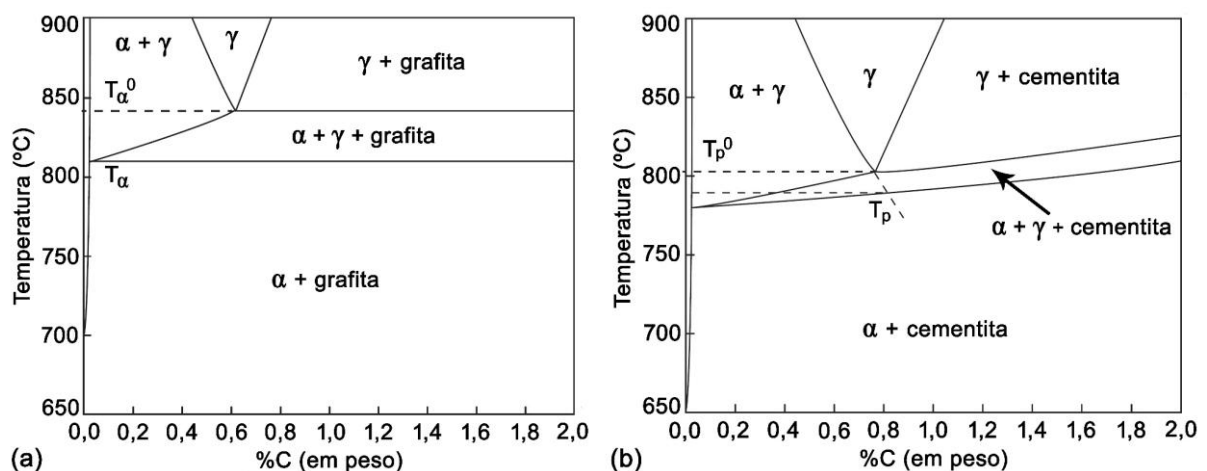
Nota-se que a temperatura eutetoide (A_1), tanto no sistema estável quanto no metaestável, se eleva e se divide em duas temperaturas críticas: uma superior ($A_{1\text{ sup}}$) e outra inferior ($A_{1\text{ inf}}$)^{*}. No sistema estável, essas temperaturas delimitam o campo trifásico formado por austenita, ferrita e grafita ($\gamma + \alpha + \text{grafita}$), enquanto no sistema metaestável, elas delimitam o campo formado por austenita, ferrita e cementita ($\gamma + \alpha + \text{cementita}$). Esses campos também são denominados campo intercrítico, intervalo intercrítico, zona intercrítica ou simplesmente zona crítica^{39,55}.

Na Figura 3.5, as isopletras do sistema ferro-carbono-silício são apresentadas com a região da reação eutetoide ampliada. Na imagem (a), está ilustrada a isopleta referente ao sistema estável, na qual a temperatura T_{α}^0 (correspondente a $A_{1\text{ sup}}$)

^{*} Os símbolos $A_{1\text{ sup}}$ e $A_{1\text{ inf}}$ serão utilizados, daqui em diante, para se referir exclusivamente às temperaturas críticas do campo trifásico estável.

define o limite superior do campo intercrítico, enquanto a temperatura T_α (correspondente a $A_{1\text{ inf}}$) indica o limite inferior. Já na imagem (b), está ilustrada a isopleta relativa ao sistema metaestável, na qual as temperaturas superior e inferior do campo intercrítico são denotadas, respectivamente, por T_p^0 e $T_p^{19,59,60}$.

Figura 3.5 – Isopletas do diagrama ferro-carbono-silício, para um teor de 3,0% de silício, limitadas à região do eutetoide. Em (a), está ilustrada a seção do diagrama referente ao sistema de equilíbrio estável (Fe-grafita), no qual as temperaturas T_α^0 e T_α representam respectivamente os limites superior e inferior do campo trifásico formado por austenita, ferrita e grafita. Em (b), as temperaturas T_p^0 e T_p são respectivamente os limites superior e inferior do campo trifásico formado por austenita, ferrita e cementita, referente ao sistema de equilíbrio metaestável (Fe-cementita).



Fonte: adaptado de LACAZE, J. The austenite-to-pearlite/ferrite transformation. In: STEFANESCU, D. M. (ed.). **Cast Iron Science and Technology**. ASM International, v. 1A, 2017. p. 106-113. ISBN 978-1-62708-179-5. DOI: 10.31399/asm.hb.v01a.a0006300.

Nos diagramas da Figura 3.5, observa-se que, diferentemente do que ocorre no sistema estável, os limites superior (T_p^0) e inferior (T_p) do campo trifásico metaestável se elevam com o aumento do percentual de carbono. Isso ocorre porque o silício diminui a solubilidade de carbono na austenita, estabiliza a ferrita e tem solubilidade praticamente nula na cementita. Esses efeitos favorecem a formação de ferrita e contribuem para a elevação das temperaturas críticas, conforme observado na Figura 3.5 (b)^{8,59,60}.

Para a realização de tratamentos térmicos em ferros fundidos, o conhecimento das temperaturas críticas ($A_{1\text{ sup}}$ e $A_{1\text{ inf}}$) é fundamental, seja para os tratamentos que envolvem austenitização plena ou para aqueles em que a austenitização é parcial. Essas temperaturas podem ser determinadas por meio de simulações termodinâmicas e equações publicadas na literatura^{59,60}, utilizando a composição química do ferro fundido, além de ensaios de dilatométrica.

3.3 RECOZIMENTO INTERCRÍTICO EM FERROS NODULARES

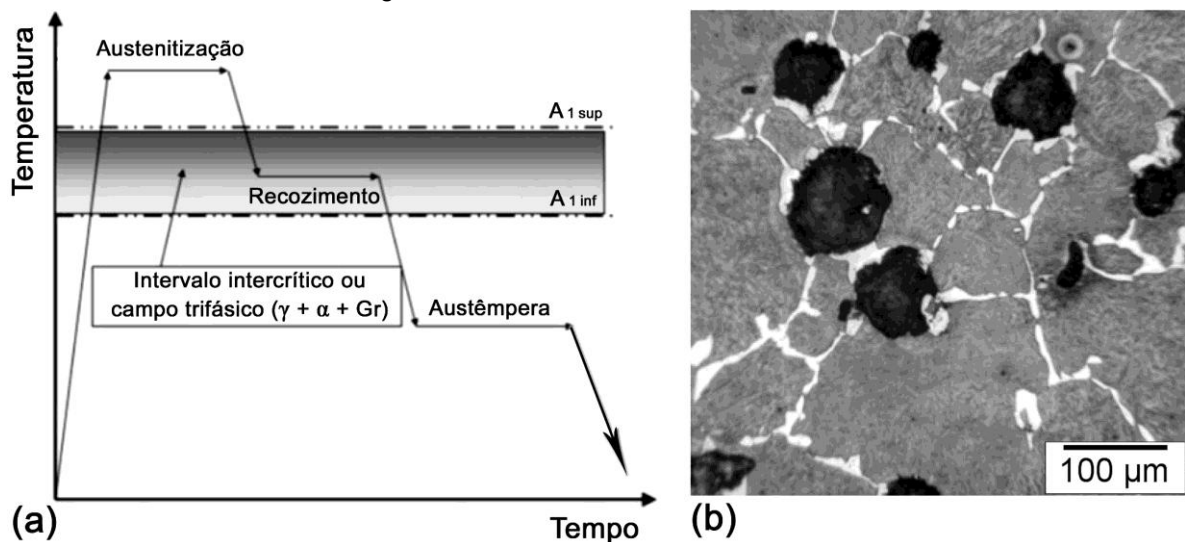
O recozimento intercrítico é um tratamento térmico no qual os ferros nodulares são submetidos a transformações de fase dentro do campo intercrítico estável ($\gamma + \alpha + \text{grafita}$). Pode ser adotado como uma etapa de austenitização parcial nos tratamentos térmicos de ferritização, normalização, austêmpera, e têmpera e revenimento, visando a formação de uma microestrutura composta por austenita e ferrita proeutetoide e grafita. A austenita posteriormente se transforma em ferrita, perlita, ausferrita ou martensita, dependendo do modo de resfriamento aplicado ou de novos ciclos térmicos que sejam realizados^{14,19,61}.

A presença de ferrita proeutetoide nos ferros nodulares normalizados, austemperados, temperados e revenidos é desejada nos casos em que as aplicações requerem ductilidade maior do que aquela que seria obtida a partir das microestruturas convencionais isentas de ferrita livre, desde que a consequente redução nos valores de resistência mecânica seja aceitável. O percentual resultante de ferrita proeutetoide na microestrutura depende da temperatura e do tempo utilizados no ciclo intercrítico. Para tempos fixos de recozimento, temperaturas próximas do limite superior do campo intercrítico ($A_{1 \text{ sup}}$) resultam em menor fração de ferrita proeutetoide, enquanto frações maiores são obtidas em temperaturas próximas do limite inferior ($A_{1 \text{ inf}}$). Para uma temperatura fixa, maiores tempos de recozimento resultam em maiores frações volumétricas de ferrita proeutetoide^{14,18,19,62}.

Na produção do ADI dual, por exemplo, a austenitização é realizada em uma temperatura localizada no campo intercrítico, entre $A_{1 \text{ sup}}$ e $A_{1 \text{ inf}}$. Na etapa de austêmpera, posteriormente, a austenita remanescente se decompõe em ausferrita. As diferentes frações volumétricas de ferrita proeutetoide e ausferrita, obtidas com a variação da temperatura e/ou do tempo de austenitização parcial, proporcionam ao ADI dual várias combinações de resistência mecânica, alongamento e tenacidade. Os teores de elementos de liga, a microestrutura de partida e as dimensões da peça são variáveis que devem ser consideradas na escolha dos parâmetros da austenitização parcial. Os teores de elementos de liga alteram a posição das temperaturas críticas superior e inferior; a microestrutura de partida tem influência na cinética de formação, na morfologia e na distribuição da ferrita proeutetoide; e as dimensões da peça afetam o tempo necessário para sua homogeneização térmica^{14,17,18,61-64}.

Quando a austêmpera é realizada após austenitização no campo intercrítico, a ausferrita tende a se concentrar nas regiões dos contornos de célula de solidificação, enquanto a ferrita tende a envolver os nódulos de grafita, resultando em uma microestrutura heterogênea conhecida como tipo "olho mole"^{2,16,65}. Lopes⁶³ e Guesser *et al.*¹⁷ conseguiram refinar e homogeneizar a distribuição de ferrita e ausferrita ao tratar um ferro nodular com microestrutura inicialmente ausferrítica. Os autores obtiveram ADI duais com propriedades mecânicas superiores às dos obtidos a partir de microestruturas inicialmente ferríticas, perlíticas, ferríticas-perlíticas e martensíticas. Por sua vez, Basso *et al.*¹⁸ propuseram um ciclo alternativo, no qual a austêmpera é realizada após austenitização plena e recozimento intercrítico. Um diagrama esquemático desse ciclo está ilustrado na Figura 3.6 (a).

Figura 3.6 – (a) Ciclo térmico proposto por Basso *et al.*¹⁸ para a produção do ADI dual, envolvendo austenitização plena, recozimento intercrítico e austêmpera. (b) Imagem de microscopia óptica de uma microestrutura de ferro nodular, com ferrita proeutetoide formando uma fina e contínua rede de grãos alotriomórficos.



Fonte: adaptado de BASSO, A.; MARTÍNEZ, R.; SIKORA, J. Influence of chemical composition and holding time on austenite (γ) $\rightarrow$ ferrite (α) transformation in ductile iron occurring within the intercritical interval. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 509, n. 41, p. 9884-9889, 2011. ISSN 0925-8388. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.07.069>.

No ciclo ilustrado na Figura 3.6 (a), o ferro nodular é aquecido acima de $A_{1\text{ sup}}$ e mantido nessa temperatura até que sua matriz seja transformada completamente em austenita. Posteriormente, ele é resfriado e mantido em uma temperatura localizada entre $A_{1\text{ sup}}$ e $A_{1\text{ inf}}$ para a realização do recozimento intercrítico. Nessa etapa, forma-se uma fina e contínua rede de grãos alotriomórficos de ferrita proeutetoide ao longo dos contornos austeníticos, semelhante à ilustrada na Figura 3.6 (b). Na sequência, o material é resfriado rapidamente e mantido na temperatura

de austêmpera para que a austenita remanescente se decomponha em ausferrita. A ausferrita formada fica então envolvida pela rede de grãos alotriomórficos, resultando em uma microestrutura diferente das comumente encontradas nos ADI duais¹⁸.

A formação dessa microestrutura pode ser explicada com base nos conceitos desenvolvidos por Galarreta *et al.*¹⁹, Sikora *et al.*⁶⁶ e Rivera *et al.*⁶⁷ sobre a solidificação e as reações no estado sólido dos ferros nodulares. Segundo esses autores, durante a reação eutetoide, a austenita bruta de solidificação se transforma em ferrita e perlita, com a ferrita se formando preferencialmente ao redor dos nódulos de grafita, resultando na microestrutura conhecida como tipo “olho de boi”.

Partindo-se dessa microestrutura, a realização de austêmpera após austenitização no campo intercrítico resulta em um ADI dual com microestrutura do tipo “olho mole”. Porém, se a microestrutura bruta de solidificação for submetida a uma etapa de austenitização plena antes do ciclo intercrítico, pequenos grãos de austenita são formados, subdividindo as células de solidificação. Esses grãos nucleiam e crescem a partir dos vários sítios de nucleação disponíveis nessa microestrutura, como as interfaces entre ferrita e cementita, os contornos de grão da ferrita e os contornos de célula de solidificação. Nas microestruturas esquemáticas da Figura 3.7, é possível observar que a austenita formada durante a etapa de austenitização é muito mais refinada do que a resultante do processo de solidificação^{14,18,19,66-69}.

Figura 3.7 – Microestruturas austeníticas esquemáticas de ferros nodulares. (a) Austenita formada durante o processo de solidificação. (b) Grãos de austenita formados durante a austenitização plena.



Fonte: adaptado de GALARRETA, I. A.; BOERI, R. E.; SIKORA, J. A. Free ferrite in pearlitic ductile iron - morphology and its influence on mechanical properties. **International Journal of Cast Metals Research**, v. 9, n. 6, p. 353-358, 1997. ISSN 1364-0461. DOI: 10.1080/13640461.1997.11819677.

No ciclo de tratamento proposto por Basso *et al.*¹⁸, durante o recozimento intercrítico, os contornos de grão da austenita formada na austenitização plena atuam como sítios preferenciais para a nucleação heterogênea de ferrita proeutetoide. Como resultado, obtém-se a fina e contínua rede de grãos alotriomórficos ilustrada na Figura 3.6 (b). Os autores afirmam que a morfologia da ferrita proeutetoide presente na microestrutura final depende da composição química da liga. Se o teor de elementos de liga do ferro nodular for baixo, a ferrita nucleia e cresce com morfologia equiaxial ao redor dos nódulos de grafita. Por outro lado, se o teor de elementos de liga for aumentado, a ferrita passa a nuclear e crescer preferencialmente nos contornos de grão da austenita, formando a rede contínua.

Galarreta *et al.*¹⁹ ensaiaram corpos de prova com matriz predominantemente perlítica, contendo uma rede contínua de grãos de ferrita, e corpos de prova com matriz completamente perlítica. Os autores relataram que os corpos de prova com matriz predominantemente perlítica apresentaram maior tenacidade e maior capacidade de alongamento, mantendo a dureza e a resistência mecânica praticamente inalteradas. Eles atribuíram tal comportamento à presença da rede contínua de grãos de ferrita proeutetoide na microestrutura. No entanto, Galarreta e seus colaboradores não investigaram os possíveis efeitos dessa rede de ferrita em corpos de prova austemperados.

Basso *et al.*¹⁸ investigaram exclusivamente a influência da composição química na formação da rede contínua de grãos de ferrita. Eles não executaram o tratamento térmico de austêmpera após as etapas de austenitização plena e recozimento intercrítico. Portanto, também não avaliaram as propriedades mecânicas resultantes dessa ação. Curiosamente, não há registros na literatura especializada de que o ciclo proposto por eles tenha sido investigado em outros trabalhos relacionados à produção do ADI dual. Essa lacuna na literatura motiva a aplicação desse ciclo de recozimento intercrítico em ferros nodulares, antes dos tratamentos térmicos de austêmpera e têmpera e partição.

3.4 AUSTÊMPERA EM FERROS NODULARES

No início dos anos 1970, o ferro nodular passou a concorrer com os aços tratados termicamente em muitas aplicações de engenharia, devido ao desenvolvimento do ferro nodular austemperado, conhecido como ADI. Esse material

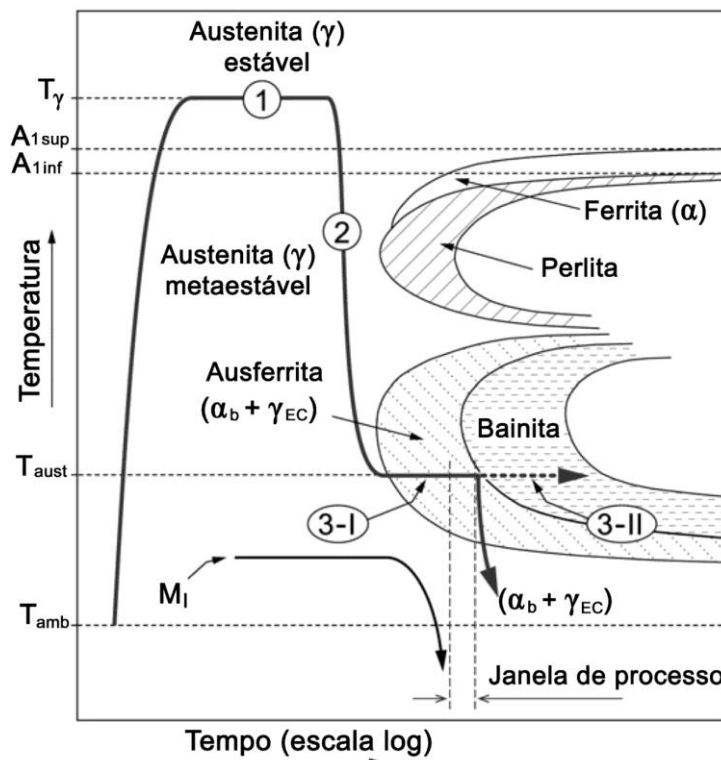
apresenta um conjunto de propriedades mecânicas com diferentes níveis de resistência à tração, ao desgaste e à fadiga, combinados com capacidade de alongamento e tenacidade. Seus valores de tenacidade à fratura ($45 \text{ MPa.m}^{1/2} \leq K_{IC} \leq 80 \text{ MPa.m}^{1/2}$) são comparáveis aos dos aços de médio carbono e baixa liga, temperados e revenidos. Em relação aos aços fundidos, aos forjados e aos tratados termicamente, apresenta menor custo de fabricação, massa específica cerca de 10% menor e propriedades mecânicas geralmente equivalentes. Desse modo, o ADI se apresenta como um material adequado para diversas aplicações na indústria automobilística, incluindo engrenagens, virabrequins, pinos, buchas, eixos de comando de válvulas, suportes de feixes de molas de caminhão e braços de suspensão^{2,9,10,42,70-72}.

O ADI é produzido submetendo-se o ferro nodular a um tratamento térmico de austêmpera, que resulta na formação de uma microestrutura ausferrítica. É essa microestrutura que proporciona ao material a resistência mecânica combinada à ductilidade e à tenacidade, com os níveis de resistência superiores aos exibidos na condição bruto de solidificação. O termo ausferrita foi adotado para distinguir esse microconstituente da bainita, pois, em contraste com os aços, no ferro nodular a austêmpera deve resultar em uma microestrutura composta por ferrita bainítica* (α_b) e austenita enriquecida em carbono (γ_{EC}), em vez de um agregado de ferrita e cementita (ou carbonetos formados por elementos de liga). O silício presente na composição química do ferro nodular retarda a formação de cementita, permitindo que a austenita mantenha um elevado teor de carbono em solução sólida (acima de 1,0%). Isso a torna estável à temperatura ambiente, caracterizando-a como austenita retida^{2,8,9,70-76}.

Um exemplo de ciclo térmico de austêmpera em ferro nodular é apresentado no diagrama TTT esquemático da Figura 3.8. Inicia-se o tratamento com o aquecimento do ferro nodular até uma temperatura (T_γ) localizada acima de $A_{1 \text{ sup}}$, na faixa de 850 °C a 950 °C, seguido de permanência nesse patamar para que ocorra a austenitização (etapa 1). Na sequência, realiza-se o resfriamento rápido (etapa 2) em um banho de sal mantido na temperatura de austêmpera (T_{aust}), localizada entre 250 °C e 450 °C. O material é mantido nessa temperatura (etapa 3-I) até que a austenita se decomponha em ausferrita, sendo posteriormente resfriado até a temperatura ambiente (T_{amb})^{10,71,77}.

* Composta por feixes de subunidades de ferrita, porém isenta de cementita e outros carbonetos.

Figura 3.8 – Diagrama TTT esquemático de um ferro nodular e o ciclo térmico do tratamento de austêmpera. Onde: T_γ é a temperatura de austenitização; $A_{1\text{sup}}$ e $A_{1\text{inf}}$ são, respectivamente, as temperaturas críticas superior e inferior do campo intercrítico; T_{aust} é a temperatura de austêmpera; T_{amb} é a temperatura ambiente; M_I é a temperatura de início da transformação martensítica; α_b é a ferrita bainítica; γ_{EC} é a austenita enriquecida em carbono. A etapa 1 é a austenitização; a etapa 2 é o resfriamento até a temperatura de austêmpera; 3-I é o 1º estágio da austêmpera e 3-II é o 2º estágio da austêmpera.



Fonte: adaptado de MEIER, L. et al. In-situ measurement of phase transformation kinetics in austempered ductile iron. **Materials Characterization**, v. 85, p. 124-133, 2013. ISSN 1044-5803. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.09.005>.

Como ilustrado na Figura 3.8, o tratamento térmico de austêmpera em ferros nodulares possui 2 estágios (3-I e 3-II). Durante o primeiro estágio (3-I), parte da austenita se transforma em ferrita bainítica (α_b), enquanto a austenita remanescente é enriquecida em carbono (γ_{EC}). O elevado teor de silício, presente nos ferros nodulares, retarda a precipitação de cementita, enquanto o carbono é redistribuído na austenita. Isso estabiliza a austenita, possibilitando que o material seja resfriado até a temperatura ambiente sem a formação de martensita. Porém, se o tratamento prosseguir por tempos mais longos, as transformações microestruturais entram no segundo estágio (3-II), no qual a austenita enriquecida em carbono passa a se decompor em um agregado de ferrita e cementita (ou outros carbonetos), resultando na microestrutura bainítica^{2,9-11,70-78}.

Tanto a formação de martensita, que pode ocorrer se o material for resfriado antes da conclusão do primeiro estágio, quanto a precipitação de carbonetos

resultante da decomposição da austenita no segundo estágio, são prejudiciais às propriedades mecânicas do ADI. Os melhores resultados são alcançados entre o fim do primeiro estágio, quando ocorre a maximização do enriquecimento de carbono que promove a estabilização da austenita, e o início do segundo estágio, antes que a decomposição da austenita se inicie e promova a precipitação de carbonetos. Esse intervalo entre os dois estágios é chamado de janela de processo do ADI. Quando a austêmpera é realizada dentro dessa janela, obtém-se a microestrutura ausferrítica, evita-se a bainítica e alcança-se a combinação de propriedades mecânicas citada anteriormente^{2,9-11,70-78}.

A ferrita bainítica consiste em agrupamentos de plaquetas (ou ripas) geradas sucessivamente por meio de nucleação simpática, na qual um cristal nucleia na interface de outro da mesma fase, quando esses possuem composição química diferente da fase originária. Conforme a nomenclatura proposta por Aaronson e Wells⁷⁹, os agrupamentos são chamados de feixes, e as plaquetas são denominadas subunidades. Ao serem formados, os feixes subdividem a austenita. Enquanto crescem, se interceptam e definem regiões de austenita em blocos (γ_b) entre eles. A austenita também se apresenta na forma de filmes que separam parcialmente as subunidades de ferrita bainítica no interior dos feixes. A ausferrita é composta pelos feixes de subunidades de ferrita bainítica (α_b), com esses filmes de austenita enriquecida em carbono (γ_{EC}) entremeio às subunidades. A austenita em blocos (γ_b) presente entre os feixes de subunidades não faz parte da ausferrita e trata-se de um microconstituente indesejado^{11,74,77-80}.

As morfologias da ferrita bainítica e da austenita enriquecida em carbono, e suas quantidades relativas, também são determinantes para as propriedades mecânicas do ADI. Essas características microestruturais podem ser ajustadas em função da temperatura de austêmpera. Por exemplo, a fração volumétrica de austenita enriquecida em carbono e o percentual de carbono nela solubilizado são maiores quando a austêmpera é realizada em temperaturas mais elevadas. Isso resulta em um ADI com maior capacidade de alongamento. Em contraste, o limite de escoamento, o limite de resistência à tração e a tenacidade à fratura se elevam quando a microestrutura do ADI é refinada, o que ocorre quando a austêmpera é realizada em temperaturas mais baixas^{11,70,74,75,77,78}.

O ADI apresenta uma vasta gama de propriedades mecânicas, variando desde um limite de resistência à tração de 900 MPa com alongamento de 9%, para aplicações que exigem resistência mecânica associada à ductilidade; até um limite de resistência à tração de 1600 MPa, com alongamento de 1% e dureza superior a 60 HRC, para aplicações que requerem resistência ao desgaste. Além disso, no ADI, é possível aumentar simultaneamente o limite de escoamento, o limite de resistência à tração e a tenacidade à fratura. A elevação conjunta dessas propriedades mecânicas é alcançada com o aumento da fração volumétrica de ferrita bainítica. Isso é obtido a partir da redução da temperatura de austêmpera, pois a taxa de nucleação da ferrita bainítica se eleva com a redução de temperatura^{10,70,71,75}.

Os ferros nodulares austemperados são classificados pela norma ASTM A897/A897M-16⁸¹ em função de suas propriedades mecânicas. Essa classificação é apresentada na Tabela 3.4. As classes são especificadas para valores mínimos de limite de resistência à tração (MPa), limite de escoamento (MPa) e alongamento (%)². A faixa aproximada de dureza não é uma especificação, ela é mostrada apenas a título de informação.

Tabela 3.4 – Classes dos ferros nodulares austemperados, classificadas de acordo com a norma ASTM A897/A897M-16. As classes são especificadas pelos valores mínimos de limite de resistência à tração (MPa), limite de escoamento (MPa) e alongamento (%). A faixa aproximada de dureza é apresentada apenas como informação.

Classes de ADI	Limite mínimo de resistência à tração (MPa)	Limite mínimo de escoamento a 0,2% (MPa)	Alongamento mínimo (%)	Energia absorvida mínima (J)*	Faixa aproximada de dureza Brinell
Dual**	750	500	11	110	241 - 302
1	900	650	9	100	269 - 341
2	1050	750	7	80	302 - 375
3	1200	850	4	60	341 - 444
4	1400	1100	2	35	388 - 477
5	1600	1300	1	20	402 - 512

(*) não entalhado, temperatura ambiente, média dos 3 maiores valores de 4 ensaios.

(**) apresenta matriz com microestrutura mista, contendo ferrita proeutetoide e ausferrita.

Fonte: adaptado de AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **A897/A897M-16**: Standard Specification for Austempered Ductile Iron Castings. West Conshohocken: ASTM International, 2016. 11 p.

A classe 3, por exemplo, denominada como 1200-850-04, apresenta 1200 MPa de limite de resistência à tração, 850 MPa de limite de escoamento e 4% de alongamento. A classe dual, apresentada na Tabela 3.4, não está incluída na tabela principal da norma ASTM A897/A897M-16⁸¹. Ela aparece em outra tabela da norma e representa o ADI com microestrutura mista na matriz, formada por ferrita proeutetoide e ausferrita. Essa classe é produzida por meio de austenitização no campo intercrítico (entre $A_{1\text{ sup}}$ e $A_{1\text{ inf}}$), seguida de austêmpera a 350 °C, temperatura normalmente utilizada para o tratamento das classes 900-650-09 e 1050-750-07. O resultado é uma microestrutura contendo ferrita proeutetoide e ausferrita, com uma distribuição de ferrita proeutetoide completamente diferente da microestrutura do tipo “olho de boi”, apresentada em ferros nodulares ferríticos-perlíticos^{17,61}.

No ADI dual, a ferrita distribui-se não apenas ao redor dos nódulos de grafita, mas também por outras regiões da microestrutura. Desse modo, sob solicitações mecânicas, a deformação da ferrita não se concentra exclusivamente ao redor dos nódulos de grafita, o que confere ao material maior resistência à nucleação de trincas. Como resultado, em comparação aos ferros nodulares ferríticos-perlíticos, o ADI dual apresenta maiores valores de resistência mecânica, capacidade de alongamento e tenacidade. Em relação ao ADI convencional, possui maior usinabilidade. Uma aplicação potencial para essa classe de ADI está no setor automotivo, especificamente em peças para a suspensão e direção de veículos. Devido à combinação de propriedades mecânicas apresentadas por esse material, é possível substituir o ferro nodular ferrítico na produção dessas peças, projetando-as com menor dimensionamento para promover a redução de peso dos componentes^{2,12,14-17,82-84}.

Dependendo da temperatura de aquecimento e do tempo de permanência empregados na execução da austenitização intercrítica, a ausferrita pode se localizar preferencialmente em contornos de células de solidificação ou em torno dos nódulos de grafita. Essas microestruturas são denominadas “olho mole” e “olho duro”, respectivamente. Elas apresentam propriedades mecânicas monotônicas semelhantes, mas a segunda proporciona maior resistência à fadiga, pois, nessa condição, a nucleação de trincas na matriz em torno dos nódulos é dificultada. A microestrutura do tipo “olho duro” pode ser obtida por meio de uma austenitização parcial de curta duração. Quando a ausferrita se localiza preferencialmente nos contornos de células, mesmo que em pequenas quantidades (cerca de 15%), promove

um aumento na vida útil sob fadiga de baixo ciclo, em comparação com ferros nodulares ferríticos que apresentam limite de resistência à tração semelhante. Isso ocorre porque a nucleação de trincas em torno das microporosidades frequentemente encontradas na região dos contornos de células é dificultada^{2,16,17,65}.

A otimização da distribuição da ausferrita ao longo da microestrutura do ADI dual não é o único desafio na produção dessa classe de material. Outras questões também devem ser consideradas, como o fato de que as temperaturas de austenitização intercrítica são mais baixas do que aquelas utilizadas na produção do ADI convencional. Em temperaturas intercríticas, a dissolução da cementita e a difusão do carbono são processos mais lentos. Além disso, o teor de carbono dissolvido na austenita é mais baixo. A microsegregação de elementos de liga substitucionais durante a solidificação é outro fator a ser considerado, pois esses elementos, comumente presentes nos ferros nodulares, alteram a posição do campo trifásico. Como consequência, diferentes temperaturas locais de austenitização podem ser obtidas. Nas regiões ricas em silício, por exemplo, a austenitização irá ocorrer em temperaturas mais altas, enquanto nas regiões ricas em manganês ela ocorrerá em temperaturas mais baixas. Todas essas questões afetam a microestrutura final do ADI dual e, conseqüentemente, suas propriedades mecânicas resultantes. Além disso, o emprego de fornos de austenitização que garantam um controle de temperatura preciso é fundamental para a obtenção das microestruturas requeridas para essa classe de ferro nodular austemperado^{2,14,17,59,60,63-65}.

3.5 TRATAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA E PARTIÇÃO

3.5.1 Equilíbrio Constrito de Carbono (ECC)

O tratamento térmico de têmpera e partição foi sugerido por Speer *et al.*²⁰, a partir do desenvolvimento de um modelo termodinâmico para tratar da partição de carbono entre martensita e austenita. Segundo os autores, a partição ocorre sob condições nas quais a interface martensita/austenita esteja imóvel e reações* concorrentes sejam suprimidas. O modelo proposto não descreve a cinética do processo de partição, mas define que seu término ocorre quando uma determinada

* Como a reação bainítica e a precipitação de carbonetos secundários, por exemplo.

condição de equilíbrio metaestável é alcançada entre a martensita (isto é, ferrita*) e a austenita. Eles a denominaram inicialmente como condição de paraequilíbrio constrito (CPE – constrained paraequilibrium), nomenclatura proposta com base no conceito de paraequilíbrio definido por Hultgren⁸⁵. O termo paraequilíbrio constrito foi contestado em um artigo publicado por Hillert e Agren⁸⁶, mas defendido por Speer *et al.*⁸⁷ em outro trabalho publicado por eles como resposta. Esse debate fez com que Speer *et al.*²¹ sugerissem o termo equilíbrio constrito de carbono (CCE – constrained carbon equilibrium), que desde então passou a ser adotado.

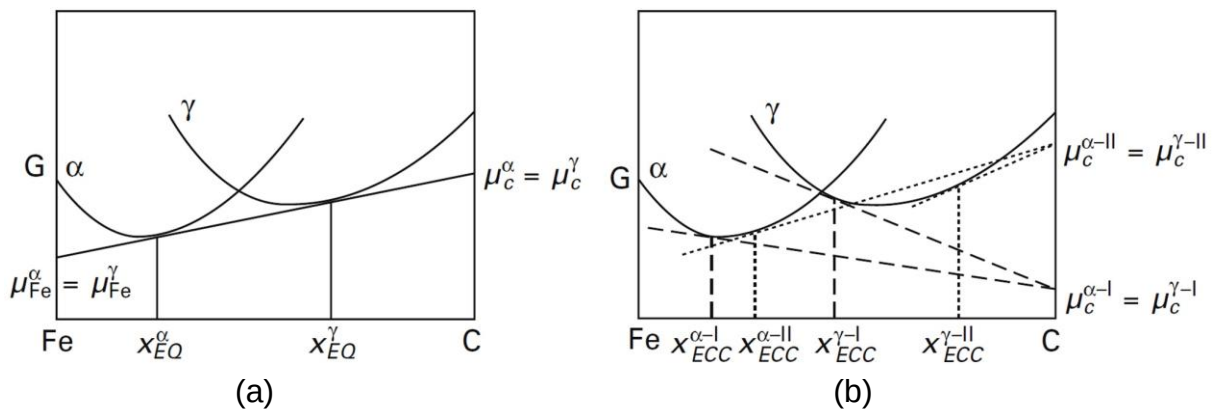
A condição de equilíbrio constrito de carbono (ECC) é caracterizada pela possibilidade de difusão de átomos de carbono em larga escala (partição), enquanto a difusão dos átomos de ferro e elementos substitucionais não ocorre. Em contraste, na condição de paraequilíbrio definida por Hultgren⁸⁵, além da difusão de carbono, há a migração de ferro e elementos substitucionais, mesmo que ao longo de pequenas distâncias. Para que a condição de paraequilíbrio seja atingida, é necessário que os percentuais das fases sejam ajustados, o que ocorre com a migração das interfaces. No caso do equilíbrio constrito de carbono, enquanto esse elemento de liga é redistribuído (particionado) entre as fases, a migração das interfaces é impedida (constrita) e os percentuais das fases se mantêm inalterados. O equilíbrio constrito de carbono ainda difere do paraequilíbrio por ser aplicado tanto em ligas binárias ferro-carbono quanto em ligas de ordem superior que contêm elementos de liga substitucionais^{20-24,85,87}.

A condição básica de equilíbrio constrito de carbono estabelece que a partição estará completa quando o potencial químico do carbono for igual e uniforme em ambas as fases (martensita e austenita). Na Figura 3.9, são apresentados diagramas esquemáticos de energia livre de Gibbs (G) em função da composição química (X) para o sistema binário ferro-carbono, à temperatura e pressão constantes. Nas curvas de energia livre da Figura 3.9 (a), está ilustrada a condição de equilíbrio entre ferrita e austenita, para a qual existe uma única composição de cada fase (X_{EQ}^{α} e X_{EQ}^{γ}) que satisfaz essa condição. A construção de uma tangente comum às duas curvas indica que os potenciais químicos do carbono e do ferro são iguais na ferrita e na austenita

* Devido à perda significativa de carbono até a condição de equilíbrio metaestável, a tetragonalidade da martensita é tão reduzida que ela pode ser caracterizada como ferrita.

($\mu_c^\alpha = \mu_c^\gamma$ e $\mu_{Fe}^\alpha = \mu_{Fe}^\gamma$), caracterizando o equilíbrio entre elas (ou paraequilíbrio, no caso de ligas com mais de dois elementos)²⁰⁻²⁴.

Figura 3.9 – Diagramas esquemáticos de energia livre de Gibbs (G) em função da composição química (X) para o sistema binário ferro-carbono (Fe-C), a uma determinada temperatura. Em (a) está representado o equilíbrio (EQ) entre ferrita (α) e austenita (γ), com as respectivas composições nas quais os potenciais químicos (μ) do ferro e do carbono são iguais. Em (b) estão ilustradas condições de equilíbrio constricto de carbono (ECC) para duas composições (I e II) de ferrita e de austenita, nas quais apenas os potenciais químicos de carbono são iguais.



Fonte: adaptado de SPEER, J. G. Phase transformations in quenched and partitioned steels. In: PERELOMA, E.; EDMONDS, D. V. (ed.). **Phase Transformations in Steels**. Woodhead Publishing, v. 2, 2012. cap. 8, p. 247-270. ISBN 978-1-84569-971-0. DOI: <https://doi.org/10.1533/9780857096111.2.247>.

Em contraste com a condição de equilíbrio ilustrada na Figura 3.9 (a), outras duas condições de equilíbrio constricto de carbono são apresentadas na Figura 3.9 (b). Nelas, as tangentes às curvas de energia livre da ferrita e da austenita indicam que apenas o potencial químico do carbono é igual em ambas ($\mu_c^{\alpha-I} = \mu_c^{\gamma-I}$ e $\mu_c^{\alpha-II} = \mu_c^{\gamma-II}$), enquanto o potencial químico do ferro difere em cada uma delas. Observa-se ainda que as condições de equilíbrio constricto de carbono consideradas apresentam as seguintes composições químicas para cada fase: I) $X_{ECC}^{\alpha-I}$ e $X_{ECC}^{\gamma-I}$; II) $X_{ECC}^{\alpha-II}$ e $X_{ECC}^{\gamma-II}$. Além disso, as composições das fases da condição ECC-I ($X_{ECC}^{\alpha-I}$ e $X_{ECC}^{\gamma-I}$) apresentam concentração de carbono inferior às composições apresentadas pelas fases da condição de equilíbrio (X_{EQ}^α e X_{EQ}^γ), enquanto as composições das fases da condição ECC-II ($X_{ECC}^{\alpha-II}$ e $X_{ECC}^{\gamma-II}$) apresentam concentração de carbono superior²⁰⁻²⁴.

Apesar de haver um conjunto infinito de composições nas quais o potencial químico de carbono é igual nas duas fases, nem todas elas são aplicáveis à martensita e à austenita na condição de ECC para uma determinada situação de partição. As

restrições de equilíbrio de massa, que dependem das frações volumétricas de martensita e austenita presentes na microestrutura, também devem ser consideradas. No entanto, como a interface martensita/austenita é imóvel, o estado final pode ser facilmente calculado resolvendo-se três equações: uma referente ao balanço de massa do ferro (pois a quantidade de átomos de ferro permanece inalterada nas duas fases durante a partição); outra referente ao balanço de massa do carbono; e uma terceira relacionada à exigência de potencial químico de carbono uniforme na martensita e na austenita. A composição final também pode ser estimada aplicando-se um balanço de massa para o carbono, considerando-se que todo o carbono da martensita difunde-se para a austenita durante a partição e levando-se em conta a fração volumétrica de austenita retida após a têmpera²⁰⁻²⁴.

3.5.2 Têmpera e Partição em Aços

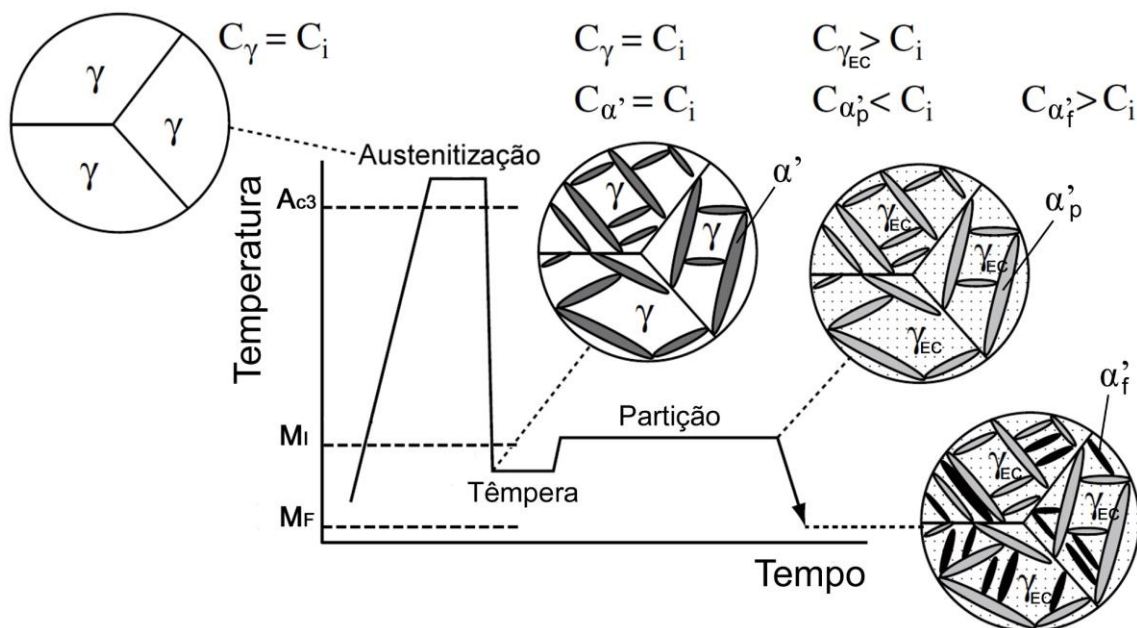
O conceito da partição de carbono foi inicialmente aplicado em estudos de transformação isotérmica de chapas de aços contendo silício, visando à obtenção do efeito TRIP ou efeito de plasticidade induzida por transformação. Esse efeito é proporcionado pela presença de austenita retida, enriquecida em carbono, em meio a uma microestrutura composta por ferrita e bainita. A partir da publicação do trabalho de Speer *et al.*²⁰, o tratamento térmico de têmpera e partição passou a ser utilizado no desenvolvimento de aços com microestruturas contendo frações controladas de martensita e austenita retida, com a austenita enriquecida em carbono e a martensita empobrecida²¹⁻²⁴.

O enriquecimento em carbono promove a estabilização da austenita, devido à redução da temperatura M_s para valores abaixo da temperatura ambiente. No entanto, essa estabilização só ocorre se reações concorrentes, como a precipitação de cementita, forem suprimidas, já que a formação dessa fase consome o carbono que migraria para a austenita durante a partição. A precipitação de cementita pode ser atrasada ou até mesmo evitada durante a partição se elementos de liga como silício e alumínio estiverem presentes, pois eles possuem solubilidade praticamente nula nessa fase, o que dificulta sua formação²⁰⁻²⁵.

As etapas do tratamento térmico de têmpera e partição e a evolução microestrutural resultante estão esquematicamente ilustradas na Figura 3.10. Primeiramente, o aço é aquecido e mantido a uma temperatura acima de A_{c3} até que

ocorra a austenitização e o carbono da liga entre em solução sólida na austenita ($C_\gamma = C_i$). Na sequência, realiza-se a têmpera parcial em um banho de sal fundido, mantido a uma temperatura entre M_I e M_F (temperatura de fim da transformação martensítica). Essa temperatura é selecionada de acordo com as frações volumétricas requeridas de martensita e austenita retida, as quais são obtidas em função da magnitude do resfriamento abaixo de M_I . As frações volumétricas dessas fases são mantidas constantes durante a partição e são o ponto de partida para a migração do carbono^{21-25,88-90}.

Figura 3.10 – Ciclo esquemático do tratamento térmico de têmpera e partição aplicado aos aços, onde: A_{c3} é a temperatura crítica superior do campo bifásico ($\gamma + \alpha$); M_I e M_F são, respectivamente, as temperaturas de início e fim da transformação martensítica; γ representa a austenita; α' é a martensita formada na têmpera; γ_{EC} é a austenita enriquecida em carbono; α'_p representa a martensita particionada; α'_f é a martensita fresca, que pode ser formada no resfriamento após partição; C_i , C_γ , $C_{\alpha'}$, $C_{\gamma_{EC}}$, $C_{\alpha'_p}$ e $C_{\alpha'_f}$ são, respectivamente, as concentrações de carbono da liga, da austenita, da martensita, da austenita enriquecida em carbono, da martensita particionada e da martensita fresca.



Fonte: adaptado de SPEER, J. G. et al. The "quenching and partitioning" process: background and recent progress. **Materials Research**, v. 8, n. 4, p. 417-423, 2005. ISSN 1516-1439. DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/S1516-14392005000400010>.

A martensita formada na têmpera apresenta-se com a mesma composição química da austenita que a originou ($C_{\alpha'} = C_\gamma = C_i$), pois a transformação martensítica é displaciva, ocorre sem que haja a difusão de elementos de liga substitucionais e intersticiais. Após a têmpera, o material é transferido para um banho de sal mantido a uma temperatura situada geralmente acima de M_I , para que ocorra a migração do carbono da martensita supersaturada para a austenita retida, durante a etapa de

partição. Ao final dessa etapa a martensita ficará empobrecida em carbono ($C_{\alpha'p} < C_i$), enquanto a austenita ficará enriquecida ($C_{\gamma EC} > C_i$)^{22,24,91}.

O aço então é resfriado ao ar até a temperatura ambiente, e, caso o enriquecimento da austenita em carbono não tenha sido o suficiente para estabilizá-la, durante esse resfriamento pode ocorrer a formação de martensita fresca (não revenida). Essa martensita possui elevado teor de carbono ($C_{\alpha'f} > C_i$), sendo extremamente frágil e prejudicial à ductilidade e à tenacidade do material. Sua formação deve ser evitada otimizando-se o tempo de partição, de modo que a microestrutura final do aço seja constituída apenas por martensita particionada (α'_p) e austenita enriquecida em carbono (γ_{EC})^{22,23,88,92}.

3.5.3 Têmpera e Partição em Ferros Nodulares

No trabalho referente à partição do carbono entre martensita e austenita, Speer *et al.*²⁰ sugerem que o tratamento térmico de têmpera e partição poderia ser aplicado aos ferros nodulares como uma alternativa ao tratamento térmico de austêmpera. Os autores afirmam que o silício presente na composição química desses materiais poderia evitar a precipitação de cementita durante a etapa de partição, da mesma forma que impede durante a janela de processo da austêmpera. Dessa forma, o ferro nodular temperado e particionado poderia apresentar em sua microestrutura frações de austenita retida estabilizada pelo carbono, assim como apresenta o ADI.

Speer *et al.*²¹ relataram que acadêmicos do 4º ano de graduação da Colorado School of Mines realizaram tratamentos térmicos de têmpera e partição em uma liga comercial de ferro nodular, que continha 3,70% de carbono; 2,50% de silício; 0,34% de manganês; e 0,17% de cobre, em balanço com o ferro. Eles utilizaram uma única temperatura de austenitização (850 °C), três temperaturas de têmpera (137, 157 e 172 °C), cinco temperaturas de partição (230, 270, 310, 350 e 390 °C) e um único tempo (30 min)^{21,22}.

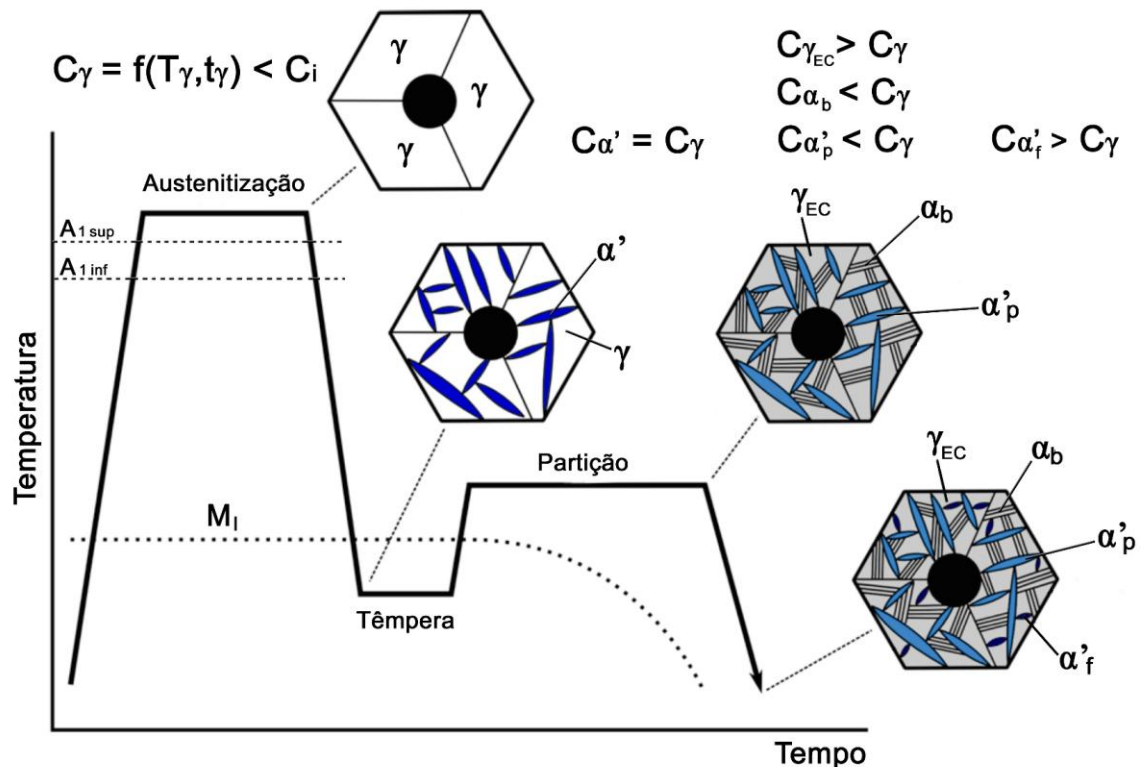
Segundo Speer *et al.*²¹, os resultados obtidos pelos acadêmicos eram difíceis de serem explicados devido à combinação de efeitos relacionados a diferenças nas frações volumétricas das fases obtidas na têmpera, à precipitação de carbonetos e aos procedimentos de partição adotados. Foram obtidas frações volumétricas significativas de austenita retida enriquecida em carbono, porém menores do que

aquelas que são normalmente obtidas por meio de austêmpera. Como consequência, quando comparado ao ferro nodular austemperado, o temperado e particionado apresentou valores de limite de resistência à tração superiores, associados a valores relativamente inferiores de alongamento percentual e energia absorvida no impacto^{21,22}. Os autores sugeriram então a realização de novos trabalhos experimentais sistemáticos a fim de melhorar a compreensão das transformações microestruturais ocorridas e otimizar o processo, visando avaliar a viabilidade de aplicação desse tratamento térmico nos ferros nodulares em escala industrial.

Curiosamente, não há registros na literatura especializada de que Speer e seu grupo de trabalho tenham investigado novamente a aplicação de têmpera e partição em ferros nodulares. Somente em 2013 houve registro de um novo trabalho relacionado ao tema, quando Anderson José Saretta Tomaz da Silva defendeu a primeira dissertação de mestrado do Brasil referente à aplicação de têmpera e partição em ferros nodulares. Depois dessa dissertação, as primeiras teses de doutorado abordando o assunto foram defendidas por André Caetano Melado e Arthur Seiji Nishikawa, em 2018. Os três trabalhos foram orientados pelo professor doutor Hélio Goldenstein, professor titular do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT), da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP). O professor Hélio Goldenstein liderou um grupo de pesquisa que publicou vários trabalhos²⁶⁻³⁷ referentes ao tema, ao longo da década de 2010.

As etapas executadas no tratamento térmico de têmpera e partição dos ferros nodulares e a evolução microestrutural resultante estão esquematicamente ilustradas na Figura 3.11. Inicialmente, o ferro nodular é aquecido e mantido a uma temperatura acima de $A_{1\text{ sup}}$ para que ocorra a austenitização. Nessa etapa existe uma diferença em relação ao que acontece com os aços, pois no caso dos ferros nodulares a maior parte do carbono da liga encontra-se na forma de grafita, de modo que apenas parte do carbono acaba entrando em solução sólida na austenita ($C_\gamma < C_i$). O percentual de carbono solubilizado na austenita é uma função da temperatura (T_γ) e do tempo (t_γ) de austenitização. A temperatura de austenitização depende da composição química da liga, sendo fortemente influenciada pelo teor de silício, o qual eleva as temperaturas $A_{1\text{ sup}}$ e $A_{1\text{ inf}}$. O tempo de austenitização, por sua vez, depende da taxa de difusão de carbono através da austenita, a qual aumenta com a temperatura. Quando a etapa de austenitização é concluída realiza-se a têmpera parcial em um banho de sal fundido, mantido a uma temperatura entre M_1 e M_F ^{26-37,59,93}.

Figura 3.11 – Ciclo esquemático do tratamento térmico de têmpera e partição aplicado em ferros nodulares, onde: $A_{1\text{ sup}}$ e $A_{1\text{ inf}}$ são, respectivamente, as temperaturas críticas superior e inferior do campo intercrítico; M_I é a temperatura de início da transformação martensítica; γ representa a austenita; α' é a martensita formada na têmpera; γ_{EC} é a austenita enriquecida em carbono; α_b é a ferrita bainítica; α'_p representa a martensita particionada; α'_f é a martensita fresca, que pode ser formada no resfriamento após partição; C_i , C_γ , $C_{\alpha'}$, $C_{\gamma_{EC}}$, C_{α_b} , $C_{\alpha'_p}$ e $C_{\alpha'_f}$ são, respectivamente, as concentrações de carbono da liga, da austenita, da martensita, da austenita enriquecida em carbono, da ferrita bainítica, da martensita particionada e da martensita fresca; T_γ e t_γ são, respectivamente, a temperatura e o tempo de austenitização.



Fonte: adaptado de NISHIKAWA, A. S.; GOLDENSTEIN, H.; Quenching and partitioning heat treatment on a ductile cast iron. In: ALEMI meeting, 13. 2014, Kyoto. **Presentations** [...] Kyoto, 2014. p. 1-40. Disponível em: <http://www.alemi.ca/pdf/2014/goldenstein2014.pdf>. Acesso em: 10 abr. 2020.

Como no caso dos aços, a temperatura de têmpera é selecionada de acordo com as frações volumétricas desejadas de martensita e austenita retida, obtidas em função da magnitude do resfriamento realizado abaixo de M_I . A temperatura M_I depende da composição química, sendo fortemente influenciada pelo teor de carbono que a austenita apresenta antes da têmpera. Esse teor de carbono, inclusive, será o mesmo apresentado pela martensita após a têmpera ($C_{\alpha'} = C_\gamma < C_i$). Logo após permanecer no banho de têmpera por um breve intervalo para a estabilização da temperatura, o material é transferido para outro banho de sal mantido a uma temperatura acima de M_I , para que ocorra a partição do carbono da martensita supersaturada para a austenita retida. Essa etapa resulta no enriquecimento da

austenita em carbono ($C_{\gamma EC} > C_{\gamma}$), com o consequente empobrecimento da martensita ($C_{\alpha'p} < C_{\gamma}$)^{20,22,26-37,94,95}.

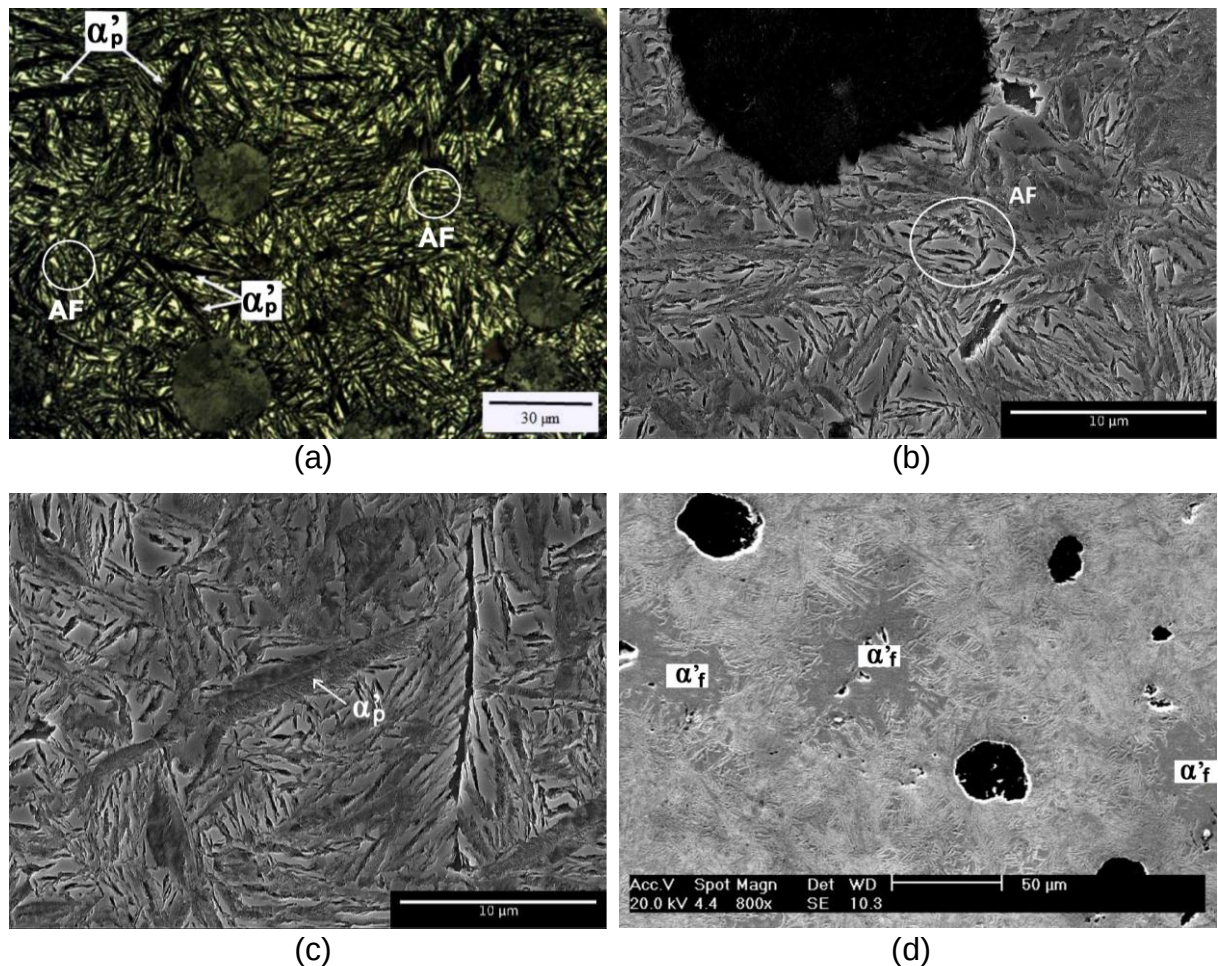
Como as temperaturas de partição são geralmente similares às utilizadas na austêmpera, além da migração do carbono ocorre também a formação dos feixes de ferrita bainítica, assim como acontece durante a produção do ADI. Dessa forma, ao mesmo tempo em que é enriquecida pelo carbono particionado pela martensita, a austenita remanescente também é enriquecida pelo carbono rejeitado pela ferrita bainítica em formação (pois, $C_{\alpha b} < C_{\gamma}$). No entanto, a formação da ferrita bainítica consome austenita, reduzindo parte da fração volumétrica remanescente da têmpera parcial. Ou seja, parte da austenita que poderia ser estabilizada pelo carbono acaba sendo consumida, o que pode resultar em baixos percentuais de austenita retida enriquecida em carbono após partição. Desse modo, deve-se utilizar temperaturas e tempos de partição que maximizem a fração volumétrica de austenita estabilizada, o que indica a existência de uma janela de processo para a etapa de partição, assim como ocorre na austêmpera do ferro nodular^{11,26-37,75}.

Ao se atingir o fim do período de partição, o material é então resfriado ao ar até a temperatura ambiente. Nessa etapa, assim como acontece com os aços, pode ocorrer a formação de martensita fresca (α'_f). Nos ferros nodulares, a martensita fresca geralmente se forma nas regiões dos contornos de célula de solidificação. Isso ocorre por dois fatores: pela presença de elementos de liga segregados durante a solidificação (como manganês, por exemplo) e pelo enriquecimento insuficiente da austenita em carbono durante a partição. O primeiro fator resulta em uma temperatura M_f mais baixa nessas regiões em comparação com o restante da microestrutura. Desse modo, não ocorre a formação de martensita nessas áreas durante a têmpera parcial. O segundo fator faz com que a temperatura M_f dessas regiões fique acima da temperatura ambiente, o que resulta na formação de martensita fresca durante o resfriamento após a etapa de partição^{11,26-37,67,69,74,96}.

Como a martensita fresca tem elevado teor de carbono ($C_{\alpha'f} > C_{\gamma}$), ela exibe elevados níveis de dureza e tensões residuais, o que a fragiliza o material. Sua formação pode ser evitada utilizando-se um ferro fundido com elevado número de nódulos, o que reduz os índices de segregação, e otimizando-se o tempo de partição, para que a austenita presente nessas regiões seja suficientemente enriquecida em carbono. Desse modo, a microestrutura da matriz do ferro nodular temperado e

particionado ficaria constituída apenas por martensita particionada (α'_p) e ausferrita (AF)^{26-37,91,92}. Exemplos de microestruturas de ferros nodulares submetidos a tratamentos térmicos de têmpera e partição são mostrados na Figura 3.12.

Figura 3.12 – Microestruturas de ferros nodulares submetidos a tratamentos térmicos de têmpera e partição: em (a), (b) e (c), têmpera a 170 °C e partição a 375 °C por 15 min; em (d), têmpera a 160 °C e partição a 300 °C por 2 min. A microestrutura de (a) foi revelada com um pré-ataque em solução de nital 2%, seguido de ataque com reagente de Beraha (3 g de $K_2S_2O_5$, 10 g de $Na_2S_2O_3$ em 100 ml de água destilada) por 60 s, e a imagem foi obtida por meio de microscopia óptica. As microestruturas em (b), (c) e (d) foram reveladas com ataque em solução de nital 2%, e as imagens foram obtidas por meio de microscopia eletrônica de varredura via elétrons secundários. Em destaque nas imagens: α'_p representa a martensita particionada; α'_f indica regiões com martensita fresca e AF indica regiões com ausferrita.



Fonte: adaptado de MELADO, A. C. **Ferros fundidos nodulares de alta resistência obtidos por tratamento térmico de têmpera e partição: microestrutura e comportamento mecânico**. 2018. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.

As microestruturas apresentadas nas imagens (a), (b), (c), e (d) representam diferentes condições de têmpera e partição, conforme descrito na legenda da Figura 3.12. A imagem (a) foi obtida por meio de microscopia óptica, após pré-ataque

com uma solução de nital 2% e ataque com o reagente de Beraha, enquanto as imagens (b), (c), e (d) foram obtidas por meio de microscopia eletrônica de varredura, após ataque com uma solução de nital 2%. Na imagem (a), observa-se ao longo da microestrutura a distribuição de ausferrita (AF), martensita particionada (α'_p) e regiões mais claras que evidenciam a presença de austenita em blocos (γ_b). Na imagem (b), está destacada uma região em que há presença de ausferrita (AF). As subunidades de ferrita bainítica (α_b) e os filmes de austenita enriquecida em carbono (γ_{EC}) não são visíveis na ampliação utilizada para obtenção da imagem, pois esses constituintes microestruturais possuem dimensões submicrométricas^{11,35,78}.

Na imagem (c) está destacada uma placa de martensita particionada (α'_p) em meio a regiões contendo ausferrita (AF). Por sua vez, na imagem (d) são destacadas regiões que contêm martensita fresca (α'_f), a qual encontra-se geralmente associada à austenita retida (microconstituente MA – martensita-austenita) nas regiões dos contornos de célula de solidificação, apresentando-se na forma de placas menores e mais finas que as placas de martensita particionada. Nota-se ainda, na imagem (d), a presença de microrrechupes junto às regiões contendo martensita fresca, o que caracteriza essas regiões como contornos de célula de solidificação^{11,35,67,68}.

Os ferros nodulares têm sido submetidos à etapa de partição na mesma faixa de temperatura em que ocorre a transformação bainítica. Ou seja, além da partição de carbono da martensita para a austenita, ocorre também a formação dos feixes de subunidades de ferrita bainítica, e, assim como na austêmpera, o segundo estágio da transformação deve ser evitado²⁶⁻³⁷. Nishikawa *et al.*³⁴ avaliaram a influência da reação bainítica na cinética de redistribuição de carbono durante a etapa de partição. A abordagem foi realizada por meio de um modelo computacional que considerava simultaneamente a partição de carbono entre martensita e austenita e a formação de ferrita bainítica.

Segundo os autores, a taxa de enriquecimento da austenita em carbono é acelerada quando se considera a formação de ferrita bainítica em paralelo à partição de carbono da martensita, pois, durante o crescimento das subunidades de ferrita bainítica, também ocorre rejeição de carbono em direção à austenita. As simulações também indicaram que a cinética de partição entre martensita e austenita é controlada pela difusão de carbono na martensita, sendo pouco afetada pela formação simultânea de ferrita bainítica. Por outro lado, o carbono particionado da martensita

para a austenita inibe o crescimento da ferrita bainítica, causando eventualmente a reversão do movimento da interface. Uma subunidade de ferrita bainítica que tenha nucleado perto de uma placa de martensita pode ser completamente dissolvida devido ao enriquecimento em carbono da austenita dessa região³⁴.

Em outro trabalho, Nishikawa *et al.*³⁷ investigaram as transformações de fase que ocorrem nos ferros nodulares durante a têmpera e partição. Segundo os autores, a transformação bainítica interrompida e o enriquecimento de carbono na austenita foram observados em todas as condições de partição investigadas. No entanto, ocorreu a precipitação de cementita na partição realizada a 450 °C e a precipitação de carbonetos de transição (η e talvez ε) na partição realizada nas temperaturas de 300 °C e 375 °C. Os autores afirmam que tanto a cementita quanto os carbonetos de transição precipitaram na martensita e que essa precipitação ocorreu durante o aquecimento a partir da temperatura de têmpera. Ainda assim, houve migração de carbono da martensita para a austenita durante a partição.

No mesmo trabalho, Nishikawa *et al.*³⁷ desenvolveram um modelo computacional para avaliar a cinética de redistribuição de carbono durante a partição, considerando o efeito combinado da formação de ferrita bainítica e da precipitação de carbonetos na martensita. De acordo com os autores, os resultados mostraram que a cinética de partição de carbono entre martensita e austenita depende da energia livre dos carbonetos eventualmente precipitados. Carbonetos de elevada energia livre (carbonetos de transição) são rapidamente redissolvidos, enquanto os carbonetos de baixa energia livre (cementita), levam mais tempo para se dissolverem ou simplesmente não se dissolvem. Desse modo, enquanto a permanência da cementita impede a fuga de carbono da martensita para a austenita, a dissolução dos carbonetos de transição torna a partição de carbono mais rápida. No entanto, os autores apontam que a partição de carbono a partir da martensita é atrasada à medida que o crescimento da ferrita bainítica avança, devido à sobreposição dos campos de difusão do carbono particionado da martensita e do carbono rejeitado pela ferrita bainítica.

Os autores ainda acompanharam o enriquecimento de carbono na austenita, monitorando a variação do seu parâmetro de rede por meio de difração de raios X *in situ*. Eles afirmam que o papel principal no enriquecimento da austenita é desempenhado pelo carbono rejeitado durante o crescimento da ferrita bainítica. Nishikawa *et al.*³⁷ ainda concluem que a reação bainítica foi acelerada pela presença de martensita, pois foi observado experimentalmente que as interfaces

martensita/austenita atuaram como sítios adicionais para a nucleação de ferrita bainítica.

3.5.4 Propriedades Mecânicas dos Ferros Nodulares Temperados e Particionados

Os ferros nodulares temperados e particionados têm apresentado combinações de limite de resistência à tração e alongamento percentual superiores às combinações apresentadas pelos ferros nodulares austemperados (ADI), conforme evidenciado em vários trabalhos^{26-33,35} publicados desde 2013. No trabalho desenvolvido por Melado³⁵, por exemplo, foram obtidos por meio de têmpera e partição ferros nodulares de elevada resistência mecânica, com limite de resistência à tração entre 1450 MPa e 1750 MPa; limite de escoamento entre 1300 MPa e 1640 MPa; alongamento entre 9% e 2%; e dureza entre 410 HB e 495 HB, respectivamente.

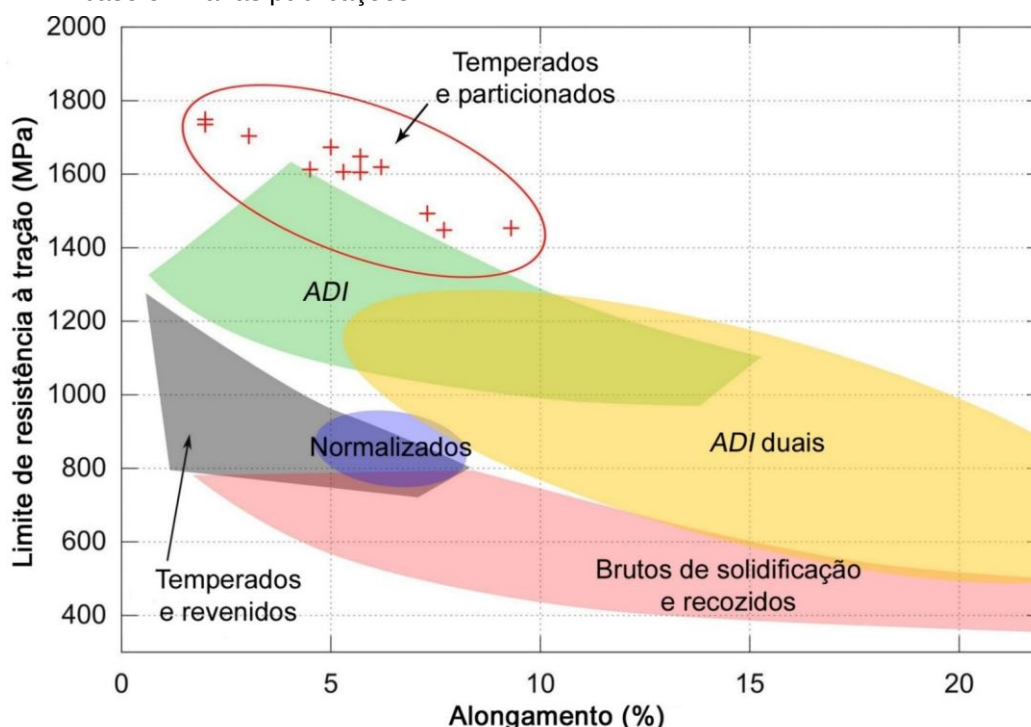
Considerando-se as classes de ADI listadas na Tabela 3.4, a 4 e a 5 são as que possuem as maiores resistências mecânicas, devendo apresentar limite de resistência à tração mínimo igual a 1400 MPa e 1600 MPa; limite de escoamento mínimo igual a 1100 MPa e 1300 MPa; alongamento mínimo igual a 2% e 1%; e dureza média igual a 432 HB e 457 HB, respectivamente. Comparando os valores apresentados, observa-se que os materiais desenvolvidos por Melado³⁵ possuem combinações de limite de resistência à tração e alongamento percentual superiores às das duas classes de ADI mencionadas.

Segundo Melado³⁵, os ferros nodulares temperados e particionados apresentam resistência mecânica superior ao ADI devido à distribuição homogênea de placas de martensita particionada em meio a uma matriz ausferrítica muito mais refinada. Além disso, os níveis de alongamento percentual apresentados são consequência da fração volumétrica de austenita retida presente na ausferrita, que, no caso de seu trabalho, ficou entre 17% e 23%, com o teor de carbono dessa austenita variando entre 1,36% e 1,63%.

Diferentes classes de ferros nodulares tratados termicamente são comparadas na Figura 3.13, em um diagrama *banana plot* de limite de resistência à tração (MPa) em função do alongamento percentual (%). Os pontos experimentais (+) e a elipse que os delimita foram adaptados ao diagrama original de Blackmore e Harding⁹⁷ por Melado *et al.*³³, sendo que esses pontos são referentes aos resultados do seu trabalho. O campo dos ADI duais está sendo adaptado ao diagrama no presente

trabalho, com base em resultados compilados da literatura a partir de várias publicações^{14,15,17,98-101}.

Figura 3.13 – Diagrama comparativo entre diferentes classes de ferros nodulares, apresentando o limite de resistência à tração (MPa) em função do alongamento (%). Os pontos experimentais dos temperados e particionados foram adaptados por Melado *et al.*³³ no diagrama de Blackmore e Harding⁹⁷. O campo dos ADI duais foi adaptado no presente trabalho com base em várias publicações^{14,15,17,98-101}.



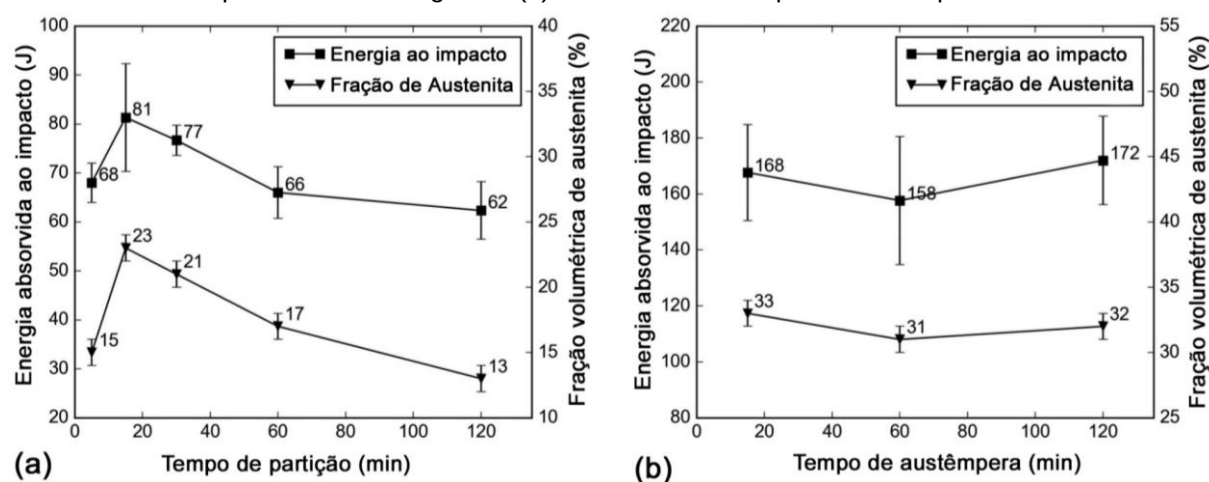
Fonte: adaptado de MELADO, A. C.; NISHIKAWA, A. S.; GOLDENSTEIN, H.; GILES, M. A.; REED, P. A. S. Effect of microstructure on fatigue behaviour of advanced high strength ductile cast iron produced by quenching and partitioning process. **International Journal of Fatigue**, v. 104, p. 397-407, 2017. ISSN 01421123. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2017.07.009.

Comparados às demais classes, os temperados e particionados apresentam níveis superiores de limite de resistência à tração para valores similares de alongamento percentual. De acordo com Melado *et al.*³³, esse comportamento mecânico diferenciado sugere que esses materiais podem ser classificados como uma nova classe de ferro nodular, a classe dos ferros nodulares temperados e particionados (Q&PDI), conforme destacado pela elipse adaptada ao diagrama.

No que diz respeito à energia absorvida no impacto, os materiais desenvolvidos por Melado³⁵ atingiram valores entre 81 J e 40 J. Comparando-se com as classes 4 e 5 do ADI, que devem apresentar energia absorvida no impacto mínima de 35 J e 20 J, respectivamente, os temperados e particionados mostraram-se novamente superiores. Porém, quando Melado³⁵ executou tratamentos de partição e austêmpera na mesma temperatura, em amostras de um mesmo tipo de ferro fundido,

o ADI apresentou energia absorvida no impacto no mínimo duas vezes maior que a apresentada pelo temperado e particionado. Nesse caso, o desempenho superior do ADI está relacionado à maior fração de austenita retida em sua microestrutura. Isso pode ser observado na Figura 3.14, na qual são apresentados gráficos de energia absorvida no impacto (J) e fração volumétrica de austenita (%) em função do tempo (min). O gráfico (a) refere-se ao tempo de partição a 375 °C (após têmpera a 170 °C), enquanto o gráfico (b) refere-se ao tempo de austêmpera a 375 °C^{31,33,35}.

Figura 3.14 – Gráficos de energia absorvida no impacto (J) e fração volumétrica de austenita (%) em função do tempo (min). O gráfico (a) representa tempo de partição a 375 °C, após têmpera a 170 °C. O gráfico (b) é referente ao tempo de austêmpera a 375 °C.



Fonte: adaptado de MELADO, A. C.; NISHIKAWA, A. S.; GOLDENSTEIN, H.; GILES, M. A.; REED, P. A. S. 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. ISSN 01421123. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2017.07.009.

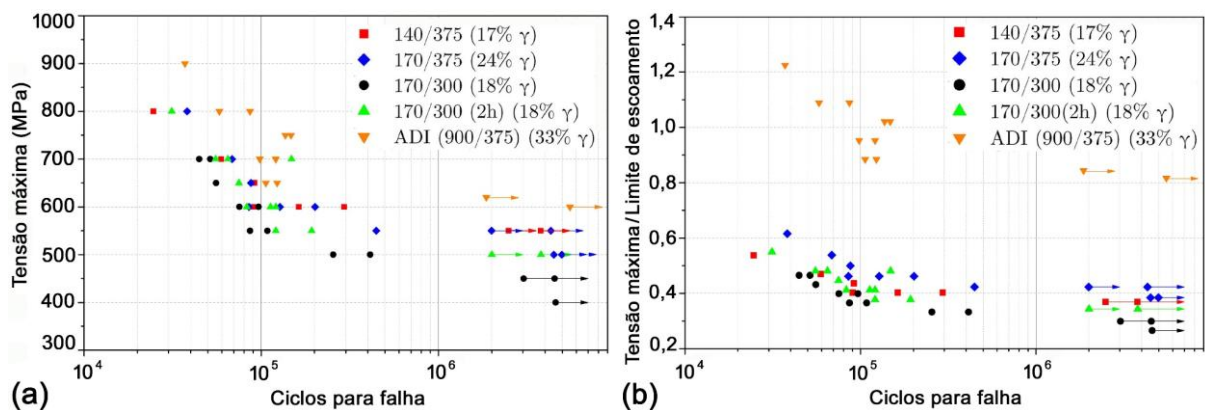
Comparando-se os gráficos da Figura 3.14, nota-se que há semelhança entre os comportamentos da energia absorvida no impacto e da fração volumétrica de austenita retida em função do tempo, tanto no gráfico referente ao tratamento de partição quanto no gráfico referente ao tratamento de austêmpera. Em ambos os tratamentos, as variações nos valores de energia absorvida no impacto acompanharam as variações nos percentuais de austenita retida em função do tempo. No entanto, os percentuais de austenita retida e os valores de energia absorvida no impacto foram sempre maiores no ADI. Além disso, no ADI esses valores não sofreram variação significativa no intervalo compreendido entre 15 e 120 min, indicando que a reação bainítica manteve-se dentro da janela de processo^{29,31,33}.

Por sua vez, no ferro nodular temperado e particionado, a energia absorvida no impacto e a fração volumétrica de austenita retida apresentaram um ponto de

máximo a 15 min, seguido de queda nos respectivos valores até atingir o tempo de 120 min de partição. Segundo Melado *et al.*³³, a redução desses valores após 15 min indica que a partição pode ter atingido o final de sua janela de processo, momento em que a austenita enriquecida em carbono começa a se decompor em ferrita e cementita (ou outros carbonetos), degradando as propriedades mecânicas do ferro nodular. Além disso, Melado³⁵ concluiu que a presença da martensita formada na têmpera parcial acelera a transformação bainítica, contribuindo para o encurtamento da janela de processo^{29,31,33}.

A vida em fadiga do ferro nodular temperado e particionado também foi avaliada por Melado *et al.*³³ em comparação ao ADI. Os autores realizaram ensaios de fadiga sob flexão em quatro pontos em corpos de prova sem entalhe, com dimensões iguais a 10 mm x 10 mm x 75 mm. Os resultados obtidos por Melado *et al.*³³ estão ilustrados nos gráficos da Figura 3.15.

Figura 3.15 – Gráficos de vida em fadiga para ferros nodulares submetidos a diferentes condições de tratamento térmico. Em (a), tensão máxima (MPa) *versus* número de ciclos para falha; em (b), tensão máxima normalizada pelo limite de escoamento *versus* número de ciclos para falha. Os corpos de prova que não romperam após 10^6 ciclos estão indicados por setas. Nas legendas, os valores anteriores às barras referem-se às temperaturas de têmpera (austenitização para o ADI), os valores após as barras referem-se às temperaturas de partição (austêmpera para o ADI), e os números entre parênteses correspondem às frações volumétricas de austenita retida. Todos os corpos de prova foram particionados/austemperados por 15 min, com exceção do marcado com 2h.



Fonte: adaptado de MELADO, A. C.; NISHIKAWA, A. S.; GOLDENSTEIN, H.; GILES, M. A.; REED, P. A. S. 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. ISSN 01421123. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2017.07.009.

Observa-se no gráfico (a) da Figura 3.15 que todos os corpos de prova ensaiados apresentaram o comportamento típico de vida em fadiga, com aumento da vida útil à medida que a tensão aplicada diminui. Nota-se também que todos ultrapassaram a marca de 1 milhão de ciclos (10^6 ciclos). O ferro nodular submetido a

diferentes condições de têmpera e partição apresentou limite de fadiga entre 450 MPa e 550 MPa, enquanto o limite de fadiga do ADI foi de 600 MPa.

No gráfico (b), observa-se que os temperados e particionados foram submetidos a níveis de tensão máxima geralmente inferiores a 60% do limite de escoamento, enquanto o ADI foi submetido a níveis superiores a 80%. Em alguns ensaios, o ADI foi submetido a tensões máximas superiores até mesmo ao limite de escoamento. Conforme descrito no início deste tópico, os ferros nodulares temperados e particionados têm apresentado limite de escoamento significativamente superior aos das classes de ADI. Entre os materiais ensaiados por Melado *et al.*³³, os temperados e particionados apresentaram limites de escoamento na faixa de 1300 MPa a 1500 MPa, enquanto o ADI apresentou um limite de escoamento de 735 MPa³³.

Segundo os autores, essa diferença de comportamento em relação ao limite de escoamento está principalmente ligada à fração volumétrica de austenita retida. Isso fica evidente quando se correlacionam os percentuais de austenita retida indicados na legenda dos diagramas com o desempenho sob fadiga. O ADI apresentou a maior fração volumétrica de austenita retida (33%) e o melhor desempenho sob fadiga. Entre os temperados e particionados, a condição 170/375 apresentou a maior fração volumétrica de austenita retida (24%) e um desempenho sob fadiga ligeiramente superior às outras condições ensaiadas³³.

De acordo com Melado³⁵, durante a vida sob fadiga a austenita acomoda as deformações plásticas locais de maneira mais eficaz, devido ao seu encruamento e ao efeito TRIP. O encruamento promove o aumento da resistência mecânica do material, enquanto o efeito TRIP gera tensões compressivas nas pontas das trincas. No entanto, é provável que os percentuais de austenita retida não sejam os únicos responsáveis por essa diferença de comportamento mecânico. A possível formação de martensita fresca nas regiões dos contornos de célula de solidificação dos temperados e particionados pode ter contribuído para a perda de desempenho desses materiais durante a sua vida sob fadiga^{33,35}.

O comportamento mecânico do ferro nodular temperado e particionado também é influenciado pelas temperaturas de têmpera e partição. Temperaturas de têmpera mais baixas promovem maior resistência mecânica e menor ductilidade, pois resultam em maiores frações volumétricas de martensita. Maior resistência mecânica e menor ductilidade também são proporcionadas por temperaturas de partição mais

baixas, pois nessas condições o percentual de carbono que migra da martensita para a austenita é menor, fazendo com que a martensita particionada apresente níveis mais altos de dureza e de tensões armazenadas. Além disso, as frações volumétricas resultantes de austenita retida são menores e a ferrita bainítica formada apresenta morfologia mais refinada^{26-33,35}.

Diante do que foi exposto nesta revisão, considerando as lacunas na literatura e as contribuições científicas de Galarreta *et al.*¹⁹, Basso *et al.*¹⁸, Silva²⁶, Melado³⁵ e Nishikawa³⁶, neste trabalho investigou-se a microestrutura e o comportamento mecânico de um ferro nodular FUCO FE 45012 temperado e particionado após recozimentos intercríticos. A metodologia empregada no desenvolvimento da parte experimental desta tese é descrita no capítulo a seguir. Na sequência, são apresentados e discutidos os resultados obtidos, as contribuições científicas e as conclusões resultantes deste trabalho.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, são apresentadas as informações referentes à composição química, às propriedades mecânicas e à microestrutura do ferro nodular utilizado no desenvolvimento deste trabalho. Na sequência, são descritos os métodos empregados para as caracterizações microestrutural e mecânica e para a execução dos tratamentos térmicos de recozimento intercrítico e têmpera e partição.

4.1 MATERIAL

O ferro nodular utilizado neste trabalho é o FUCO FE 45012, produzido por meio de fundição contínua pela Fundição Tupy S.A., em Joinville-SC. Foram adquiridas quatro barras redondas com 53,5 mm de diâmetro e 1880 mm de comprimento, junto à Aços Favorit Distribuidora Ltda., de Curitiba-PR. Todas as barras são provenientes da mesma corrida de produção e foram numeradas de 1 a 4.

A composição química e as propriedades mecânicas do material adquirido, conforme o certificado de qualidade fornecido pela Aços Favorit Distribuidora Ltda., com base no original emitido pela Fundição Tupy S.A., são apresentadas na Tabela 4.1. O percentual de ferro está em balanço com os outros elementos da composição, e o valor de carbono equivalente (CE) foi calculado por meio da Equação 3.2, apresentada no item 3.2.

Tabela 4.1 – Composição química e propriedades mecânicas do FUCO FE 45012, segundo certificado de qualidade fornecido pela Aços Favorit Distribuidora Ltda., com base no original emitido pela Fundição Tupy S.A. O percentual de ferro está em balanço com os demais elementos da composição e o carbono equivalente (CE) foi calculado por meio da Equação 3.2.

Composição química (%)								
C	Si	Mn	P	S	Mg	Cu	Cr	CE
3,60	2,62	0,17	0,06	0,01	0,05	0,04	0,05	4,49
Limite de resistência à tração (MPa)		Limite de escoamento (MPa)		Alongamento (%)		Dureza (HB)		
562		391		19,3		173		

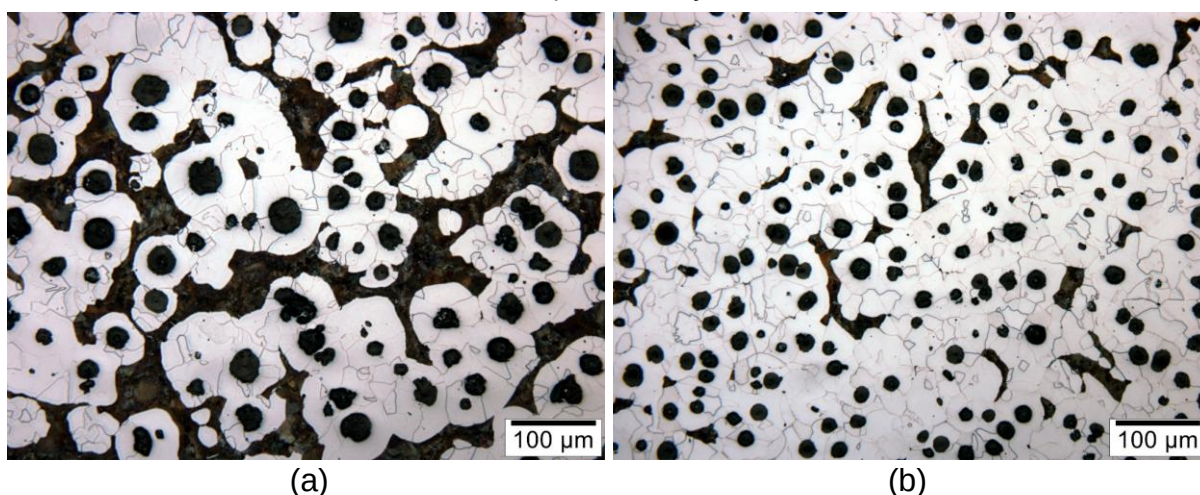
Fonte: Aços Favorit Distribuidora Ltda. **Certificado de qualidade nº 92748/001**. Curitiba-PR, 2018.

De acordo com os valores listados na Tabela 4.1, o FUCO FE 45012 adquirido trata-se de um ferro nodular hipereutético ($CE > 4,3\%$), possui composição química

dentro da faixa de composição comumente apresentada pelos ferros nodulares³⁹ e apresenta propriedades mecânicas que atendem aos requisitos das normas técnicas ABNT NBR 6916-17⁴³ e ASTM A536-84⁴⁴ para as classes FE 42012 e 65-45-12, respectivamente, conforme as Tabelas 3.1 e 3.2.

Microestruturas de duas posições da seção transversal da barra 1 do FUCO FE 45012 são apresentadas na Figura 4.1. Na micrografia (a) está ilustrada a microestrutura da região central da barra, enquanto na (b) é mostrada a microestrutura de uma região próxima à borda, ambas reveladas com uma solução de nital 2%.

Figura 4.1 – Microestruturas de duas posições diferentes da seção transversal da barra 1 do FUCO FE 45012. A microestrutura ilustrada em (a) é referente à região central da barra, enquanto a microestrutura apresentada em (b) representa uma região próxima à borda. Ambas foram reveladas com ataque em solução de nital 2%.



Fonte: o autor.

As microestruturas apresentadas na Figura 4.1 revelam o perfil microestrutural das barras de FUCO FE 45012. A região central apresenta maior fração volumétrica de perlita e nódulos de grafita maiores, enquanto a região próxima à borda exibe uma matriz predominantemente ferrítica, com nódulos menores e em maior quantidade. Esses gradientes microestruturais são típicos dos perfis produzidos por fundição contínua e, como descrito no item 3.1.3, eles resultam das diferentes velocidades de solidificação e resfriamento ao longo do diâmetro da barra^{7,48,50-54}.

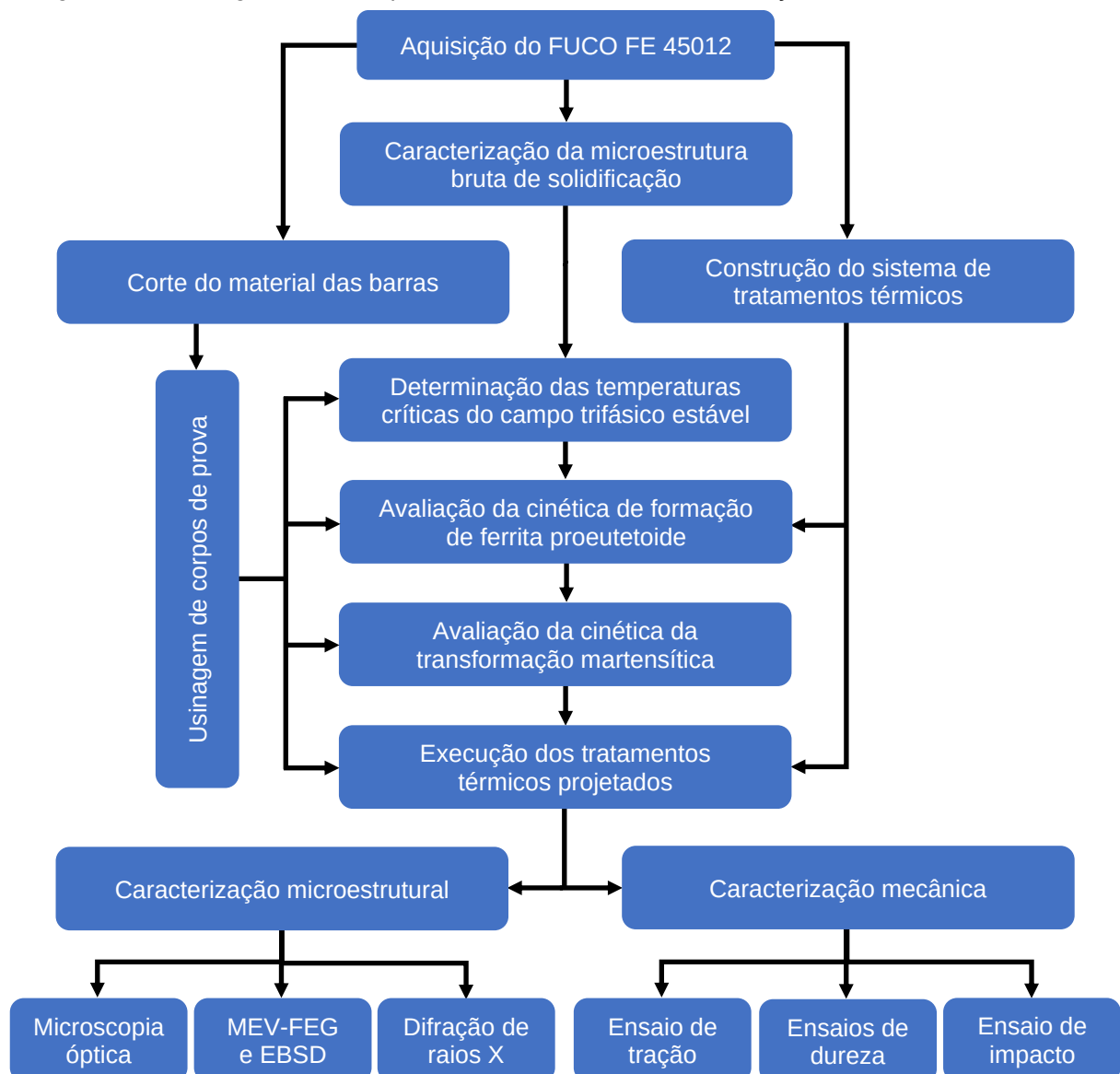
Os gradientes microestruturais da barra 1 foram determinados por meio de metalografia quantitativa. Determinou-se a distribuição dos nódulos de grafita e das colônias de perlita ao longo da seção transversal da barra. A caracterização da grafita foi realizada em relação à nodularidade, ao diâmetro médio dos nódulos, ao número de nódulos por mm², à fração volumétrica percentual de grafita e à distância média

entre nódulos. A partir dos resultados obtidos, foram construídos gráficos de curvas de nível que representam mapas de distribuição das características da grafita e das frações volumétricas de grafita, ferrita e perlita ao longo da seção transversal da barra. Os métodos utilizados para a quantificação desses parâmetros estão apresentados no item 4.2.1 deste capítulo, e os resultados são apresentados e discutidos no item 5.1 do capítulo de Resultados e Discussão.

4.2 MÉTODOS

Um resumo esquemático das etapas desenvolvidas na execução dos métodos deste trabalho é apresentado no fluxograma da Figura 4.2.

Figura 4.2 – Fluxograma das etapas desenvolvidas durante a execução dos métodos do trabalho.



Fonte: o autor.

Após a aquisição das barras de FUCO, realizou-se a caracterização da microestrutura bruta de solidificação. Paralelamente à etapa de corte do material das barras, foi construído o sistema utilizado para os tratamentos térmicos, composto por dois fornos do tipo poço (um para o banho de têmpera e outro para o banho de partição), uma capela com sistema de exaustão para a alocação desses fornos, e um forno do tipo mufla para as etapas de austenitização e recozimento intercrítico. O material cortado foi enviado para a usinagem de corpos de prova de dilatométrica, caracterização microestrutural e ensaios mecânicos. Na sequência, as temperaturas críticas do campo trifásico estável foram determinadas por meio de simulações termodinâmicas e ensaios de dilatométrica.

Baseando-se nos valores das temperaturas críticas, investigou-se a cinética de formação de ferrita proeutetoide para a determinação dos tempos de recozimento intercrítico. Com os parâmetros de recozimento intercrítico definidos, avaliou-se a cinética da transformação martensítica por meio de ensaios de dilatométrica de têmpera. Os tratamentos térmicos foram então projetados e executados nos corpos de prova de metalografia e de ensaios mecânicos. Por fim, foram efetuadas as caracterizações microestrutural e mecânica dos corpos de prova tratados termicamente. Todos esses métodos e técnicas experimentais listados no fluxograma da Figura 4.2 são descritos na sequência deste capítulo.

4.2.1 Caracterização da Microestrutura Bruta de Solidificação

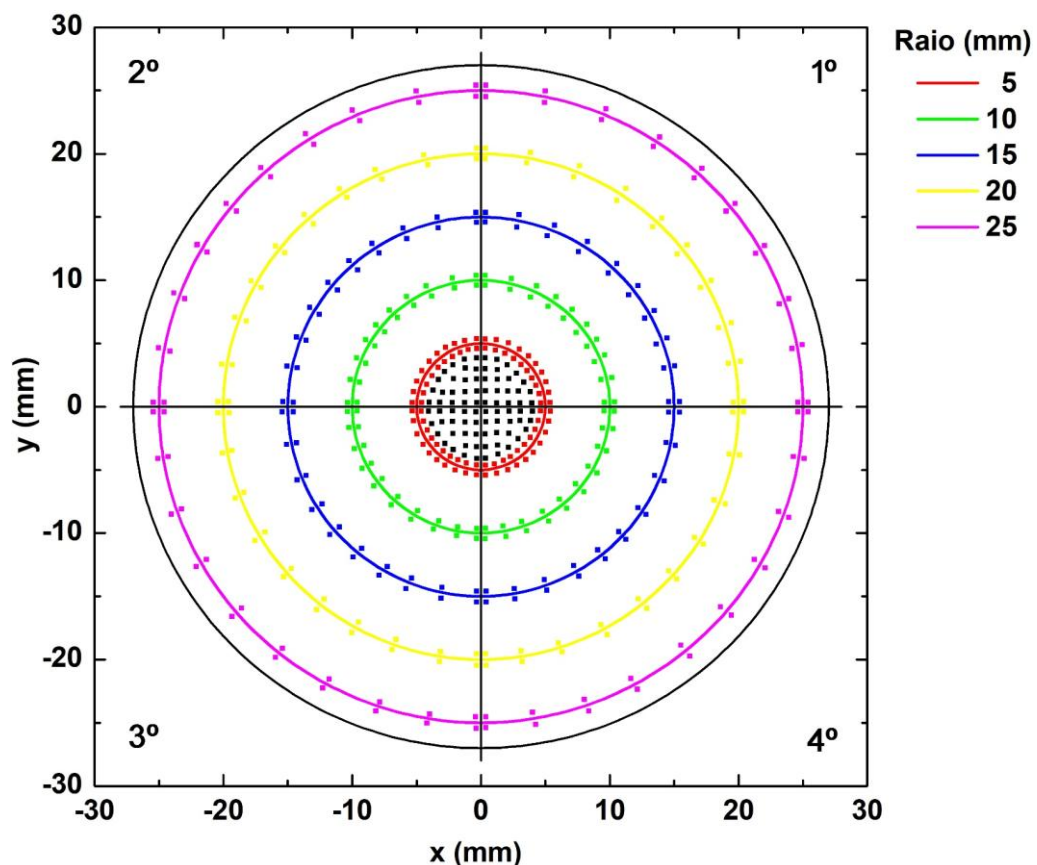
Para a caracterização da microestrutura bruta de solidificação, efetuou-se o corte de um disco com 20 mm de espessura, retirado da barra 1 do FUCO FE 45012. A preparação metalográfica* de uma das superfícies do disco, e de todas as outras amostras de metalografia caracterizadas no trabalho, foi realizada seguindo os procedimentos da norma ASTM E3-11¹⁰². Para tanto, foram utilizadas lixas com grãos número ANSI/CAMI 120, 220, 320, 400, 600 e 1200, em uma lixadeira metalográfica manual com fluxo de água. Em uma politriz metalográfica convencional, utilizou-se pastas diamantadas com partículas de 3 e 1 μm , e dietilenoglicol como lubrificante. Após o polimento, a superfície preparada foi dividida em quatro quadrantes, com

* Todas as etapas dos ensaios de metalografia do trabalho foram realizadas no laboratório de preparação metalográfica do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMA) da UEPG.

círculos concêntricos de raios iguais a 5, 10, 15, 20 e 25 mm desenhados a partir do ponto de interseção dos eixos dos quadrantes.

Na sequência, foram capturadas 80 fotos ao longo da área do círculo central, utilizando microscopia óptica com ampliação de 200x. Nos círculos localizados a 5, 10, 15, 20 e 25 mm do centro do disco, foram capturadas 40 fotos antes e 40 fotos depois de cada linha, conforme ilustrado esquematicamente na Figura 4.3. Em seguida, a superfície de análise foi atacada com uma solução de nital 2%, e novas fotos foram capturadas repetindo-se a sistemática de aquisição. As imagens foram capturadas utilizando-se uma câmera fotográfica digital Olympus Q-Color 3, acoplada a um microscópio óptico Olympus BX-51* e conectada a um microcomputador equipado com o programa de captura e análise de imagens Image-Pro Plus 5.1®.

Figura 4.3 – Representação esquemática dos quadrantes e círculos concêntricos desenhados na superfície do disco, mostrando a distribuição dos locais de captura das imagens.



Fonte: o autor.

Nas imagens capturadas antes da realização do ataque metalográfico, caracterizou-se a grafita do FUCO FE 45012, seguindo-se a metodologia e os cálculos

* Localizado no laboratório de microscopia óptica do DEMA.

recomendados nas normas técnicas ASTM E2567-16a¹⁰³, ISO/TR 945-2:2011¹⁰⁴ e ISO/WD 945-4:2015-05¹⁰⁵. Para tanto, determinou-se a nodularidade (N em %), o diâmetro médio dos nódulos (d_{nod} em μm), o número de nódulos por unidade de área (N_A em nódulos/ mm^2), a fração volumétrica percentual de grafita ($\%f_{gr}$) e a distância média entre nódulos^{106,107} (D_{nod} em μm). Tais parâmetros foram calculados utilizando-se os valores de área (A_{gr} em μm^2), diâmetro médio (d_{gr} em μm), diâmetro máximo de Feret* (d_F em μm) e fator de forma (F_{Gr}) das partículas de grafita, medidos com o programa de captura e análise de imagens Image-Pro Plus 5.1. Para a realização das medidas, as fotos foram submetidas a ajustes de brilho, nitidez e contraste, sendo posteriormente convertidas em escala de tons de cinza com profundidade de 8 bits. Na sequência, baseando-se no histograma de tons de cinza, realizou-se a segmentação das imagens, para então efetuar-se a medição e contagem das grafitas.

A fração volumétrica percentual de perlita ($\%f_p$) foi determinada nas fotos capturadas após o ataque metalográfico. As medidas foram realizadas por meio da contagem manual sistemática de pontos, utilizando, no *software* Image-Pro Plus 5.1, uma malha com 196 pontos e seguindo a metodologia e os cálculos recomendados pela norma técnica ASTM E562-19¹⁰⁸. Conforme mencionado no item 4.1, a partir dos resultados da caracterização da grafita e da determinação da fração volumétrica percentual de perlita, foram construídos mapas de distribuição das características da grafita e das frações volumétricas de grafita, ferrita e perlita ao longo da seção transversal da barra 1. Para a construção desses mapas, os resultados foram organizados em relação ao raio de cada quarto de círculo, conforme a distribuição de locais de captura de fotos apresentada na Figura 4.3.

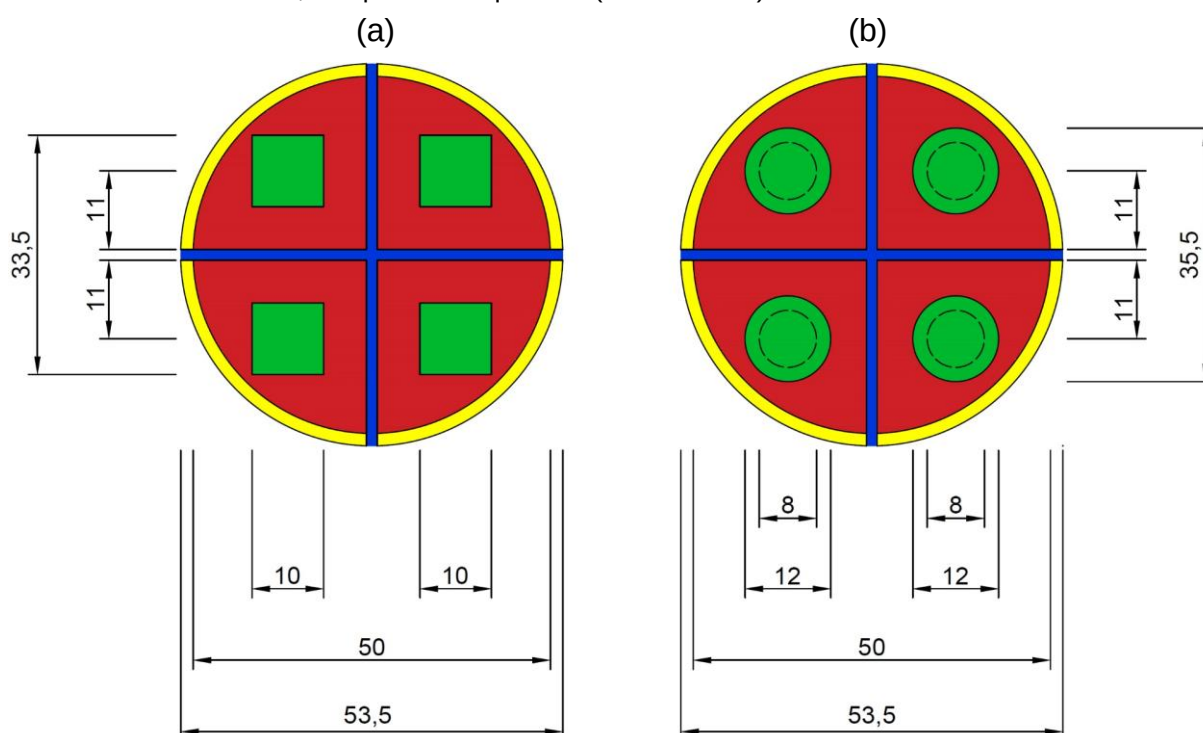
4.2.2 Corte do Material das Barras e Usinagem dos Corpos de Prova

O corte do material das barras 1 e 2 para a usinagem dos corpos de prova foi realizado conforme o padrão apresentado na Figura 4.4 (medidas em mm). Em cada segmento cortado das barras, foram executados cortes longitudinais, dividindo a seção transversal em quartos de círculo para que fossem produzidos quatro corpos

* Máxima dimensão de um objeto independentemente de sua orientação. Para o caso da grafita, trata-se do comprimento máximo do eixo da partícula, ou seja, a máxima distância entre dois pontos do seu perímetro.

de prova por segmento. Nos desenhos (a) e (b), as seções transversais dos corpos de prova de impacto e tração, respectivamente, são representadas pelas áreas em verde; o sobremetal retirado na usinagem é mostrado pelas áreas em vermelho; os cortes longitudinais são indicados pelas linhas em azul; e a superfície coquilhada, região que deve ser evitada devido à elevada concentração de carbonetos de solidificação (cementita livre), é destacada pelas bordas em amarelo.

Figura 4.4 – Padrão de corte do material das barras para a usinagem de corpos de prova. As áreas em verde correspondem às seções transversais dos corpos de prova de impacto (a) e tração (b); em vermelho, o sobremetal retirado na usinagem; em azul, os cortes longitudinais; e em amarelo, a superfície coquilhada (unidade: mm).



Fonte: o autor.

Os cortes foram realizados no Laboratório de Apoio ao Ensino, à Pesquisa e à Inovação (LAEPI) da UEPG, utilizando-se uma serra fita horizontal Allwerk AK501. A usinagem dos corpos de prova foi realizada externamente, na empresa Joviel Ltda. A geometria e as dimensões dos corpos de prova utilizados no trabalho são apresentadas nos itens 4.2.4, 4.2.5, 4.2.6, 4.2.7, 4.2.11 e 4.2.13, deste capítulo.

4.2.3 Construção do Sistema de Tratamentos Térmicos

Para as etapas de têmpera e partição, foram construídos dois fornos do tipo poço para a fusão dos sais dos banhos de tratamento térmico. Os fornos foram

montados com cadinhos de aço carbono, resistências elétricas do tipo coleira, termopares sonda do tipo K, tijolos refratários, mantas de fibra cerâmica, chapas de aço carbono, chapas de aço inoxidável e controladores de temperatura microprocessados.

Os cadinhos foram produzidos com tubos condutores de fluidos, padrão NBR 5580, fabricados em aço carbono SAE 1008/1012, com 320 mm de comprimento; 165,1 mm de diâmetro externo; 154,5 mm de diâmetro interno e 5,3 mm de espessura de parede. Para o fechamento do fundo de cada cadinho, em uma das extremidades do tubo realizou-se a soldagem de um disco de aço carbono SAE 1008/1010, com 175 mm de diâmetro e 8 mm de espessura.

As resistências do tipo coleira foram fabricadas pela Itaquá Resistências Elétricas, com carcaça em aço inoxidável AISI 430, fio Kanthal A1 enrolado em padrão helicoidal, isoladores de porcelana, 165,1 mm de diâmetro interno, 240 mm de comprimento e 4,5 kW de potência. Para o controle e monitoramento da temperatura de cada forno, fixou-se um termopar sonda do tipo K entre a resistência e o cadinho. O termopar foi posicionado à meia altura da resistência e conectado a um controlador de temperatura Novus N110.

No interior de cada cadinho, fixou-se um termopar sonda do tipo K para monitoramento da temperatura do banho. O termopar foi posicionado rente à parede do cadinho, a 10 mm do fundo. Os termopares de monitoramento foram conectados a um termômetro digital de dois canais, Benetech GM-1312, para a leitura das temperaturas dos banhos. Visando a homogeneização da temperatura dos banhos, em cada forno construiu-se um sistema de agitação com frequência de 400 rpm.

O sal utilizado nos banhos de têmpera e partição é composto por nitrito de sódio (NaNO_2) e nitrato de potássio (KNO_3), ambos em concentrações superiores a 25%. Esse sal é denominado AS-140 e foi adquirido junto à Durferrit do Brasil Química Ltda. Ele é comumente utilizado em banhos de austêmpera, martêmpera e revenimento, apresenta ponto de fusão a 138 °C e faixa de trabalho entre 150 e 550 °C^{109,110}.

Os fornos dos banhos de têmpera e partição foram posicionados no interior de uma capela que foi construída com chapas de aço galvanizado, equipada com tampa frontal de policarbonato e sistema de exaustão. A capela e os fornos de têmpera e partição estão ilustrados na Figura 4.5, na qual o forno de têmpera está localizado à direita e o de partição à esquerda.

Figura 4.5 – Capela e os fornos de têmpera (à direita) e partição (à esquerda) construídos para o desenvolvimento do trabalho.



Fonte: O autor.

O forno do tipo mufla utilizado para as etapas de austenitização e recozimento intercrítico foi construído com uma câmara de aquecimento com dimensões iguais a 80 x 80 x 270 mm. Essa câmara foi montada com quatro placas cerâmicas de canais fechados, todas equipadas com resistências de fio Kanthal A1 enrolado em padrão helicoidal, totalizando 1,5 kW de potência. Para o monitoramento e controle de temperatura, o forno foi equipado com um termopar sonda do tipo K e um controlador de temperatura Incon CNT110. O forno do tipo mufla, a capela e os fornos dos banhos de têmpera e partição foram instalados no laboratório de tratamentos térmicos do DEMA.

4.2.4 Determinação das Temperaturas Críticas do Campo Trifásico Estável

As temperaturas críticas do campo trifásico estável, $A_{1\text{ sup}}$ e $A_{1\text{ inf}}$, foram calculadas por meio de simulação termodinâmica no *software* Thermo-Calc®, considerando o equilíbrio termodinâmico, a composição química do ferro nodular e utilizando a base de dados TCFE9. Esses cálculos foram efetuados no Instituto Max Planck para Pesquisa de Ferro (Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH), localizado em Düsseldorf, na Alemanha.

Os valores de $A_{1\text{ sup}}$ e $A_{1\text{ inf}}$ também foram determinados por meio de dilatométrica, durante o aquecimento e o resfriamento do ferro nodular, em ensaios realizados em um dilatômetro vertical Setaram Setsys Evolution, no Complexo de Laboratórios Multiusuários (C-LABMU) da UEPG. Para evitar a oxidação dos corpos de prova, os ensaios foram conduzidos sob atmosfera de argônio. Os corpos de prova ensaiados tinham geometria de cilindro oco, com 10 mm de diâmetro externo, 2 mm de espessura de parede e 15 mm de comprimento. Essa geometria foi escolhida para minimizar os gradientes térmicos ao longo dos corpos de prova. Dois ciclos térmicos diferentes foram realizados em triplicata:

- 1) aquecimento até 900 °C à taxa de 3 °C/min, permanência a 900 °C durante 30 min e resfriamento até 650 °C à taxa de 3 °C/min;
- 2) aquecimento até 920 °C à taxa de 12 °C/min, permanência a 920 °C durante 30 min e resfriamento até 650 °C à taxa de 12 °C/min.

Nas etapas de aquecimento, a temperatura $A_{1\text{ inf}}$ foi determinada no ponto em que a curva de dilatação linear (μm) *versus* temperatura (°C) passou a apresentar contração, caracterizando o início da formação de austenita. Por sua vez, a temperatura $A_{1\text{ sup}}$ foi determinada no ponto em que a curva deixou de apresentar contração e voltou a mostrar dilatação, representando o fim da formação de austenita. Já nas etapas de resfriamento, a temperatura $A_{1\text{ sup}}$ foi determinada no ponto em que a curva passou a apresentar dilatação, enquanto a temperatura $A_{1\text{ inf}}$ foi determinada no ponto em que a curva deixou de apresentar dilatação e voltou a apresentar contração, caracterizando, respectivamente, o início e o fim da decomposição da austenita. Os valores médios de $A_{1\text{ sup}}$ e $A_{1\text{ inf}}$ estão listados na Tabela 5.3, apresentada no item 5.2 do capítulo de Resultados e Discussão.

4.2.5 Avaliação da Cinética de Formação de Ferrita Proeutetoide

Para a definição dos tempos de recozimento intercrítico dos tratamentos térmicos projetados, investigou-se a cinética de formação de ferrita proeutetoide a 810 °C, após austenitização plena a 900 °C por 120 min. Essas temperaturas foram selecionadas considerando os valores médios de $A_{1\text{ sup}}$ e $A_{1\text{ inf}}$, determinados por meio de dilatometria durante o aquecimento à taxa de 12 °C/min e o resfriamento à taxa de 3 °C/min, e os valores obtidos pela simulação termodinâmica no Thermo-Calc.

Foram investigados tempos de recozimento intercrítico que resultassem em frações volumétricas percentuais de ferrita proeutetoide aproximadamente iguais a 10, 20 e 30%. Esses tempos foram determinados duas vezes, inicialmente para a definição dos ciclos térmicos dos ensaios de dilatometria de têmpera e, depois, para a definição dos ciclos dos tratamentos térmicos projetados no trabalho.

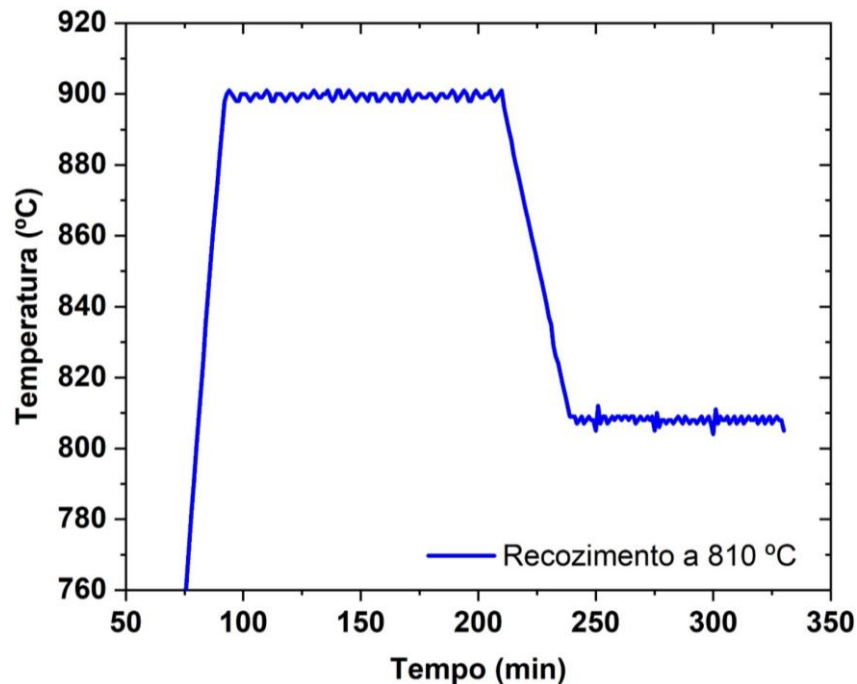
Os tempos de recozimento intercrítico precisaram ser determinados novamente porque, durante a execução de tratamentos térmicos prospectivos, constatou-se que a cinética de formação de ferrita proeutetoide no material da barra utilizada na confecção dos corpos de prova dos ensaios mecânicos (barra 2) diferia daquela observada no material da barra empregada na confecção dos corpos de prova das caracterizações iniciais (barra 1).

Na investigação da cinética de formação de ferrita proeutetoide no material da barra 1, corpos de prova medindo 10 x 10 x 15 mm foram colocados no interior do forno mufla, aquecidos à taxa de 10 °C/min (taxa máxima do forno) até 900 °C e mantidos nessa temperatura por 120 min. Na sequência, foram resfriados no forno à taxa de 3 °C/min, até 810 °C, e mantidos nessa temperatura por 10, 20, 30, 35, 50, 60, 75 e 90 min, sendo posteriormente temperados em água para que a formação de ferrita proeutetoide fosse interrompida. Os tempos de 10 e 60 min de recozimento foram investigados em duplicata. Na investigação realizada com o material da barra 2, foram avaliados os seguintes tempos de recozimento intercrítico: 10, 20, 30, 50 e 80 min, todos em duplicata.

Durante as etapas de aquecimento, austenitização, resfriamento até 810 °C e recozimento intercrítico, os dados de temperatura do forno foram monitorados e armazenados em um multímetro digital Minipa ET-2615 Mobile-Logger, conectado em paralelo ao termopar de controle do forno mufla. A taxa de aquisição de dados utilizada foi de 1 ponto/min. O gráfico referente a uma parte de um dos ciclos térmicos

executados está ilustrado na Figura 4.6. As oscilações de temperatura com maior amplitude, observadas no patamar de recozimento intercrítico, ocorreram durante a abertura da porta do forno para a retirada de amostras para a têmpera.

Figura 4.6 – Parte do ciclo térmico executado para a avaliação da cinética de formação da ferrita proeutetoide a 810 °C, mostrando as etapas de aquecimento até 900 °C, patamar de austenitização, resfriamento até 810 °C e patamar de recozimento intercrítico.



Fonte: o autor.

Após os tratamentos térmicos, os corpos de prova foram seccionados ao meio (transversalmente ao seu comprimento) utilizando uma máquina de corte preciso Allied TechCut 4. Essa máquina foi equipada com um disco de corte de nitreto de boro cúbico (CBN), mantido em contato com um líquido refrigerante (água com óleo solúvel) durante os cortes, e foi utilizada em todos os cortes de amostras realizados ao longo do trabalho. Os cortes foram realizados para que a caracterização microestrutural fosse executada na seção transversal interna das amostras.

A preparação metalográfica foi realizada conforme a metodologia descrita no item 4.2.1. As microestruturas foram reveladas com um pré-ataque em solução de nital 2% por 5 s, seguido de um ataque em solução aquosa de metabissulfito de sódio 1% por 60 s. O pré-ataque com nital foi executado para revelar as interfaces entre ferrita e martensita, enquanto o ataque com a solução de metabissulfito de sódio foi realizado para depositar um filme de sulfeto sobre a martensita, colorindo-a de marrom.

Após a revelação das microestruturas, as frações volumétricas percentuais de ferrita proeutetoide ($\%f_{ap}$) foram determinadas por meio da contagem manual sistemática de pontos, seguindo a mesma metodologia descrita no item 4.2.1. As contagens foram realizadas em 20 micrografias de cada amostra, capturadas com ampliação de 200x. Em todas as quantificações das frações de fases resultantes dos tratamentos térmicos executados neste trabalho, a fração volumétrica de grafita foi desconsiderada. Esse critério foi adotado porque as transformações de fase de interesse ocorrem na matriz metálica do ferro nodular.

A partir dos resultados obtidos, modelou-se a cinética de formação de ferrita proeutetoide a 810 °C, por meio de regressão linear simples, para os materiais das duas barras. A significância estatística das regressões foi verificada por meio do teste F de Snedecor, enquanto os coeficientes das equações de ajuste foram avaliados pelo teste t de Student, ambos para um nível de confiança de 95%. Esses resultados são apresentados no item 5.3 do capítulo de Resultados e Discussão. Com base nos resultados das regressões lineares, foram definidos os tempos de recozimento intercrítico de 20, 50 e 80 min para os ciclos de dilatometria de têmpera e os tempos de 10, 30 e 50 min para os ciclos dos tratamentos térmicos projetados no trabalho.

4.2.6 Avaliação da Cinética da Transformação Martensítica

Para a definição das temperaturas de têmpera dos tratamentos térmicos projetados, a cinética da transformação martensítica foi avaliada por meio de ensaios de dilatometria de têmpera em um dilatômetro Bähr DIL805A, do Laboratório de Transformações de Fases (LTF) do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT), da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP).

Foram ensaiados corpos de prova de geometria cilíndrica, com 4 mm de diâmetro e 10 mm de comprimento. Os corpos de prova foram aquecidos por meio de indução eletromagnética com bobina de cobre refrigerada à água, sob atmosfera de vácuo para evitar a oxidação. Na etapa de têmpera, eles foram resfriados com fluxo de gás hélio. O controle de temperatura foi realizado por meio de termopares do tipo K soldados na superfície dos corpos de prova, posicionados a meio comprimento.

Quatro ciclos térmicos diferentes foram executados. Em todos eles, na etapa de austenitização, corpos de prova da barra 1 do FUCO FE 45012 foram aquecidos a 900 °C à taxa de 10 °C/min e mantidos nessa temperatura por 120 min. As etapas

subsequentes foram conduzidas conforme indicado a seguir, com as tâmporas realizadas até a temperatura ambiente.

- 1) têmpera à taxa de 50 °C/s;
- 2) resfriamento até 810 °C à taxa de 3 °C/min, permanência a 810 °C durante 20 min e têmpera à taxa de 50 °C/s;
- 3) resfriamento até 810 °C à taxa de 3 °C/min, permanência a 810 °C durante 50 min e têmpera à taxa de 50 °C/s;
- 4) resfriamento até 810 °C à taxa de 3 °C/min, permanência a 810 °C durante 80 min e têmpera à taxa de 50 °C/s.

O ciclo 1 foi projetado para avaliar a cinética da transformação martensítica após austenitização plena. Já os ciclos 2, 3 e 4 foram planejados para avaliar a cinética dessa transformação após a formação de frações volumétricas percentuais de ferrita proeutetoide iguais a 10, 20 e 30%, respectivamente. No ciclo 1, a cinética de transformação foi avaliada por meio da Equação 4.1, adaptada do modelo proposto por Koistinen e Marburger⁸⁹:

$$f_{\alpha'} = 1 - f_{\gamma} = 1 - \exp[-\beta \cdot (M_l' - T_t)] \quad (4.1)$$

onde: $f_{\alpha'}$ é a fração volumétrica de martensita; f_{γ} é a fração volumétrica de austenita retida ou não transformada; β (°C⁻¹) é o parâmetro relacionado à taxa de transformação, que varia em função da composição química da austenita; M_l' (°C) é a temperatura teórica de início da transformação martensítica, localizada geralmente de 5 °C a 20 °C abaixo da M_l determinada graficamente*; e T_t (°C) é a temperatura de têmpera^{89,94,95,111,112}.

Os parâmetros β e M_l' foram determinados com o ajuste dos valores de $f_{\alpha'}$ à Equação 4.1 pelo método dos mínimos quadrados. Os valores de $f_{\alpha'}$, por sua vez, foram obtidos a partir da curva de dilatação relativa (%) *versus* temperatura (°C), utilizando a regra da alavanca apresentada na Equação 4.2:

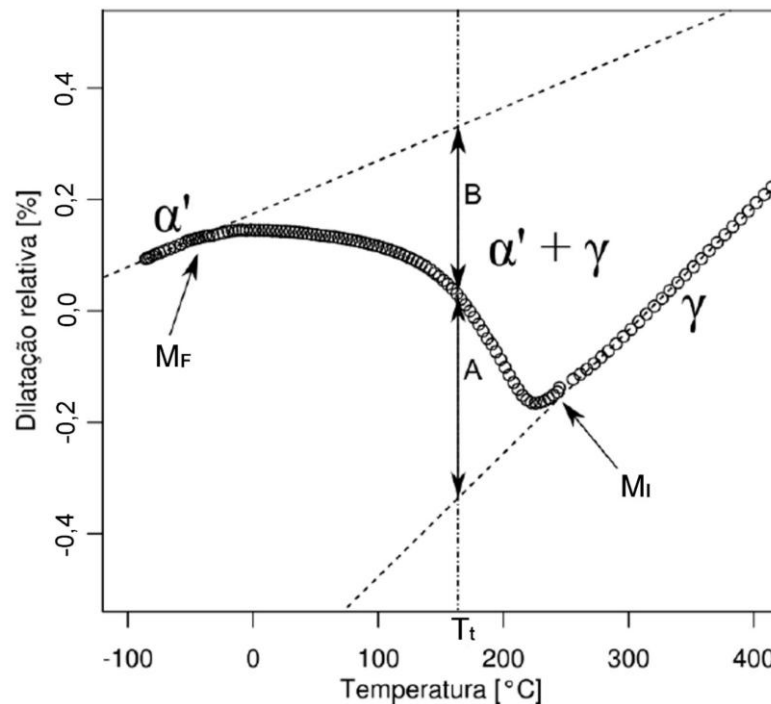
* A temperatura M_l é determinada graficamente a partir do ponto em que a curva de dilatométrica deixa de apresentar contração e passa a apresentar dilatação, caracterizando o início da transformação martensítica, conforme indicado no gráfico da Figura 4.7.

$$f_{\alpha'} = 1 - f_{\gamma} = \left(\frac{A}{A + B} \right) \quad (4.2)$$

onde: A e B são os braços de alavanca apresentados na Figura 4.7. O braço A está associado à fração volumétrica de martensita ($f_{\alpha'}$) formada em uma determinada temperatura de têmpera (T_t), enquanto o braço B representa a fração volumétrica de austenita retida (f_{γ}) nessa mesma temperatura.

Os valores de A e B são determinados em relação às retas de dilatação térmica linear da austenita e da martensita, extrapoladas, respectivamente, abaixo de M_I e acima de M_F . A reta de dilatação da martensita é obtida durante o reaquecimento da amostra até 100 °C. Antes, porém, ela deve ser imersa em nitrogênio líquido por 24 horas. Esse procedimento é necessário para que o material seja efetivamente resfriado abaixo de M_F e a austenita remanescente se transforme em martensita. Desse modo, a reta de dilatação térmica linear resultante é característica da martensita^{35-37,111,113}.

Figura 4.7 – Curva de dilatação relativa (%) versus temperatura (°C), mostrando a dilatação linear causada pela transformação martensítica. As linhas tracejadas representam as dilatações térmicas da austenita (γ) e da martensita (α'), extrapoladas abaixo de M_I e acima de M_F , respectivamente. As medidas A e B são os braços de alavanca utilizados para calcular a fração volumétrica de martensita ($f_{\alpha'}$) em função da temperatura de têmpera (T_t).



Fonte: adaptado de MELADO, A. C. **Ferros fundidos nodulares de alta resistência obtidos por tratamento térmico de têmpera e partição: microestrutura e comportamento mecânico**. 2018. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.

Como as t mperas dos ensaios de dilatom tria foram realizadas at  a temperatura ambiente, n o foi poss vel determinar a temperatura M_F no ciclo 1. Desse modo, a reta de dilata  o da martensita foi posicionada no gr fico de dilatom tria de modo que a fra  o volum trica de martensita estimada para a temperatura ambiente, a partir dos valores de A e B, correspondesse ao valor obtido por meio da rela  o $f_{\alpha'} = 1 - f_{\gamma}$, sendo f_{γ} a fra  o volum trica de austenita retida   temperatura ambiente.

Para a determina  o da fra  o volum trica de austenita retida, uma amostra de 10 x 10 x 15 mm foi austenitizada a 900  C por 120 min no forno mufla e temperada em  gua. Em seguida, ela foi cortada   metade do seu comprimento, preparada metalograficamente e submetida ao ensaio de difrac  o de raios X. O ensaio foi realizado em um difrat metro Rigaku Ultima IV do C-LABMU, utilizando a radia  o Cu-K α_1 ($\lambda=0,15418$ nm), varredura cont nua a 5 /s, de 35  a 105 , e passo de 0,02 . Os picos de difrac  o foram refinados pelo m todo de Rietveld^{114,115}, utilizando o *software* GSAS-II¹¹⁶ munido com os arquivos CIF (crystallographic information file) da martensita e da austenita e os par metros instrumentais.

Por meio do refinamento dos picos de difrac  o de raios X, n o foi poss vel determinar a fra  o volum trica de austenita retida de forma direta. Como a transforma  o martens tica ocorre por um mecanismo de cisalhamento da estrutura cristalina, sem difus o, a martensita apresenta a mesma composi  o qu mica da austenita anterior¹¹⁷. Desse modo, determinou-se o teor de carbono da martensita (%C $_{\alpha'}$) a partir do valor do seu par metro de rede c (c $_{\alpha'}$ em  ) e a partir desse resultado estimou-se a fra  o volum trica de austenita retida. O teor de carbono da martensita foi calculado por meio da Equa  o 4.3, proposta por Kurdjumov e Kaminsky¹¹⁸, utilizando o valor de c $_{\alpha'}$ obtido pelo refinamento dos picos de difrac  o.

$$c_{\alpha'} = 2,861 + 0,116 \cdot (\%C_{\alpha'}) \quad (4.3)$$

A fra  o volum trica de austenita retida foi estimada a partir do teor de carbono da martensita, considerando os resultados de fra  o volum trica de austenita retida em fun  o do teor de carbono, em ligas Fe-C, obtidos por Roberts¹¹⁹ e por Marder e Krauss *apud* Krauss¹²⁰.

Para a avalia  o da cin tica da transforma  o martens tica nos ciclos 2, 3 e 4, a fra  o volum trica de ferrita proeutetoide ($f_{\alpha p}$) foi incorporada  s Equa  es 4.1 e 4.2, conforme adapta  o proposta por van Bohemen e Sietsma¹¹²:

$$f_t = f_{\alpha p} + (1 - f_{\alpha p}) \cdot (1 - f_\gamma) = f_{\alpha p} + (1 - f_{\alpha p}) \cdot \{1 - \exp[-\beta \cdot (M'_I - T_t)]\} \quad (4.4)$$

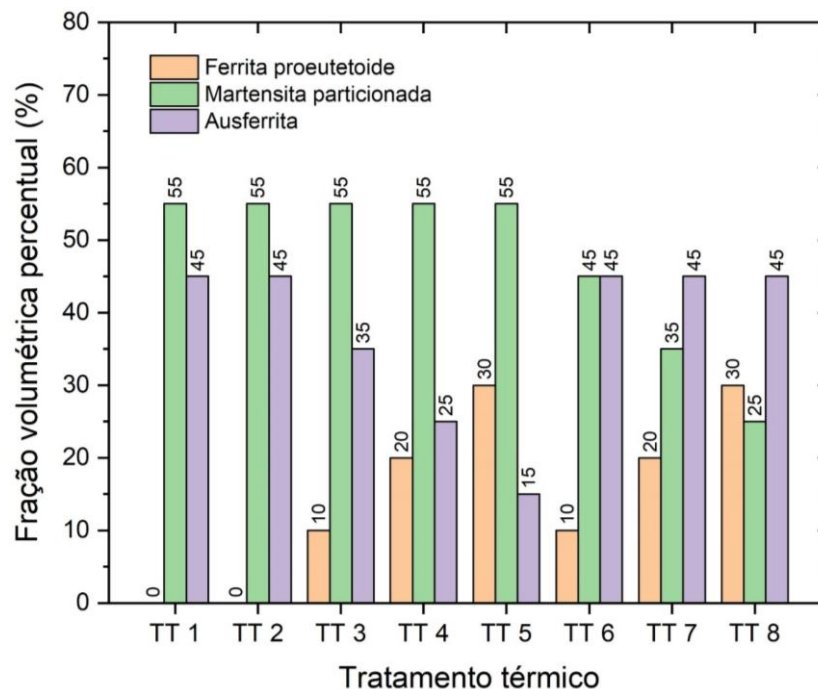
$$f_t = f_{\alpha p} + (1 - f_{\alpha p}) \cdot (1 - f_\gamma) = f_{\alpha p} + (1 - f_{\alpha p}) \cdot \left(\frac{A}{A + B}\right) \quad (4.5)$$

onde: f_t é a fração volumétrica total transformada ($f_{\alpha p} + f_{\alpha'}$). As frações volumétricas de ferrita proeutetoide ($f_{\alpha p}$) foram determinadas pelo mesmo método descrito no item 4.2.5. Os parâmetros β e M'_I , referentes aos ciclos 2, 3 e 4, foram obtidos pelo ajuste dos valores de f_t à Equação 4.4, utilizando o método dos mínimos quadrados. Os resultados da avaliação da cinética da transformação martensítica são apresentados no item 5.4 do capítulo de Resultados e Discussão.

4.2.7 Tratamentos Térmicos

Para avaliar a microestrutura e o comportamento mecânico do FUCO FE 45012 após recozimentos intercríticos seguidos de têmpera e partição, foram projetados e executados oito tratamentos térmicos (TT) distintos. Esses tratamentos térmicos foram planejados para gerarem microestruturas com as frações volumétricas percentuais de ferrita proeutetoide, martensita particionada e ausferrita apresentadas no gráfico da Figura 4.8.

Figura 4.8 – Frações volumétricas percentuais de ferrita proeutetoide, martensita particionada e ausferrita esperadas nas microestruturas resultantes dos oito tratamentos projetados.



Fonte: o autor.

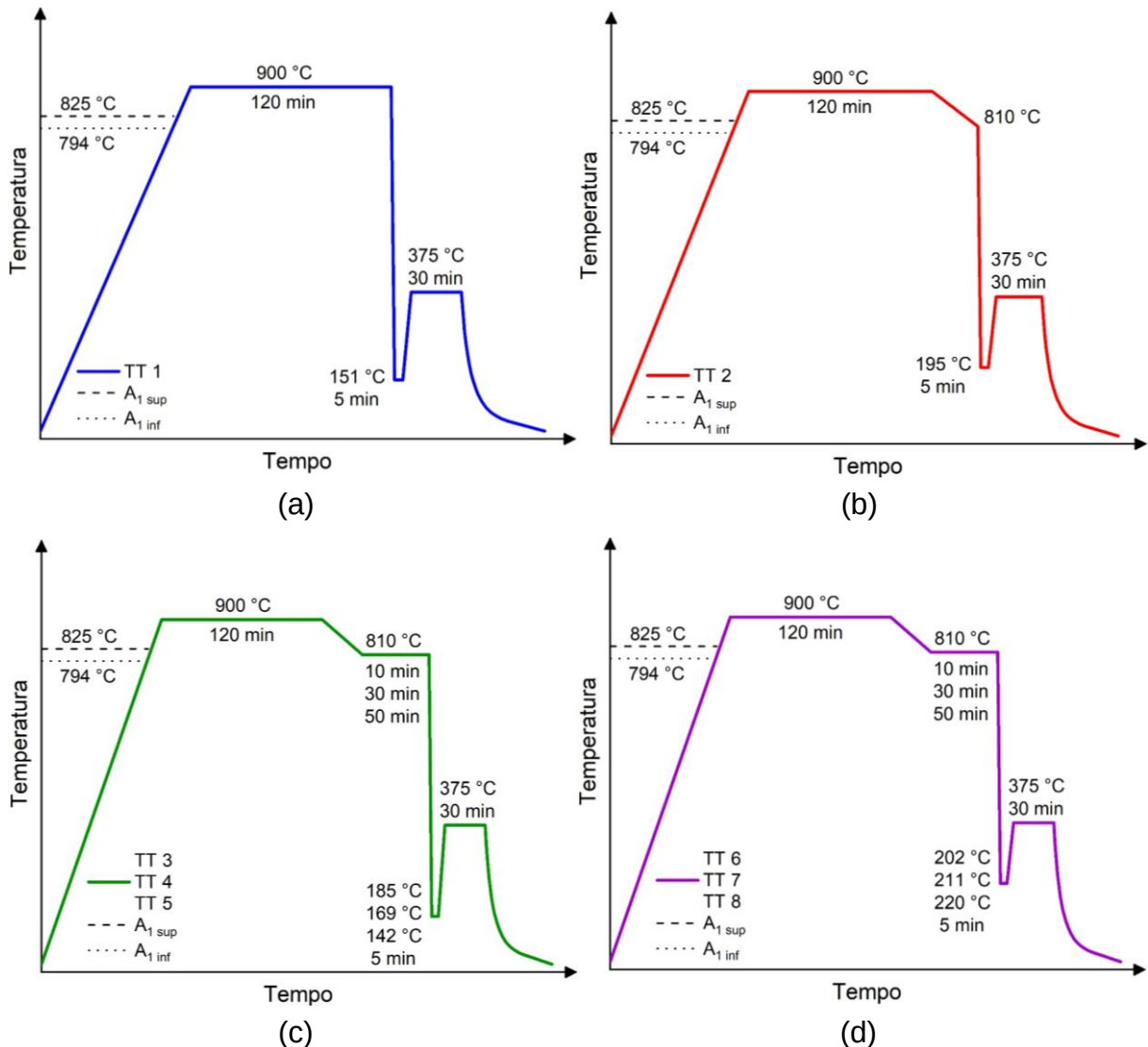
Os tratamentos térmicos 1 e 2 foram projetados para obter microestruturas isentas de ferrita proeutetoide, compostas por 55% de martensita particionada e 45% de ausferrita, mas com têmperas realizadas em ciclos e temperaturas diferentes. Os tratamentos 3, 4 e 5 foram planejados para que parte da ausferrita fosse substituída por, respectivamente, 10, 20 e 30% de ferrita proeutetoide. Por sua vez, os tratamentos 6, 7 e 8 foram projetados para que essas mesmas frações volumétricas percentuais de ferrita proeutetoide substituíssem parte da martensita particionada.

Em todos os tratamentos térmicos, na etapa de austenitização os corpos de prova foram aquecidos até 900 °C, à taxa de 10 °C/min, e mantidos nessa temperatura por 120 min. As etapas subsequentes foram conduzidas conforme descrito a seguir, com os resfriamentos até 810 °C realizados à taxa de 3 °C/min e os corpos de prova mantidos nos banhos de têmpera e partição por 5 e 30 min, respectivamente.

- 1) TT 1: têmpera até 151 °C, partição a 375 °C e resfriamento ao ar até a temperatura ambiente;
- 2) TT 2: resfriamento até 810 °C, têmpera até 195 °C, partição a 375 °C e resfriamento ao ar até a temperatura ambiente;
- 3) TT 3: resfriamento até 810 °C, permanência a 810 °C por 10 min, têmpera até 185 °C, partição a 375 °C e resfriamento ao ar até a temperatura ambiente;
- 4) TT 4: resfriamento até 810 °C, permanência a 810 °C por 30 min, têmpera até 169 °C, partição a 375 °C e resfriamento ao ar até a temperatura ambiente;
- 5) TT 5: resfriamento até 810 °C, permanência a 810 °C por 50 min, têmpera até 142 °C, partição a 375 °C e resfriamento ao ar até a temperatura ambiente;
- 6) TT 6: resfriamento até 810 °C, permanência a 810 °C por 10 min, têmpera até 202 °C, partição a 375 °C e resfriamento ao ar até a temperatura ambiente;
- 7) TT 7: resfriamento até 810 °C, permanência a 810 °C por 30 min, têmpera até 211 °C, partição a 375 °C e resfriamento ao ar até a temperatura ambiente;
- 8) TT 8: resfriamento até 810 °C, permanência a 810 °C por 50 min, têmpera até 220 °C, partição a 375 °C e resfriamento ao ar até a temperatura ambiente.

Esses ciclos térmicos estão esquematicamente ilustrados nos gráficos da Figura 4.9, nos quais estão destacados os parâmetros de tratamento que foram adotados para gerar as microestruturas projetadas.

Figura 4.9 – Ciclos térmicos esquemáticos e parâmetros dos tratamentos térmicos: (a) TT 1; (b) TT 2; (c) TT 3, TT 4 e TT5; (d) TT6, TT7 e TT8. Destacam-se a ausência da etapa de recozimento intercrítico nos tratamentos 1 e 2, o resfriamento controlado até 810 °C antes da têmpera no tratamento 2 e as diferentes temperaturas de têmpera utilizadas nos tratamentos 3 ao 8.



Fonte: o autor.

As etapas de austenitização e recozimento intercrítico foram realizadas no forno mufla, enquanto as etapas de têmpera e partição foram executadas em banhos do sal AS-140, fundido nos fornos do tipo poço construídos para o desenvolvimento deste trabalho. Para a caracterização microestrutural, foram tratadas amostras medindo 10 x 10 x 20 mm, enquanto para os ensaios de tração e impacto, foram

tratados corpos de prova com as geometrias e dimensões apresentadas nos itens 4.2.11 e 4.2.13, respectivamente.

Para evitar a descarbonetação durante as etapas de austenitização e recozimento intercrítico, as superfícies dos corpos de prova foram protegidas com uma tinta refratária solúvel em água, composta por alumina (Al_2O_3), sílica (SiO_2) e óxido de ferro (Fe_2O_3). Essa tinta é denominada Keracarb-C, pode ser utilizada em temperaturas de até 950 °C e foi adquirida junto à Keratech Soluções em Refratários Ltda.

As temperaturas de têmpera (T_t) foram selecionadas em função das frações volumétricas de martensita ($f_{\alpha'}$) que foram projetadas, utilizando as Equações 4.6 e 4.7. Essas equações foram obtidas adaptando nas Equações 4.1 e 4.4 os valores dos parâmetros β e M_i' resultantes da avaliação da cinética da transformação martensítica realizada neste trabalho, listados na Tabela 5.6 do item 5.4.

$$f_{\alpha'} = 1 - \exp[-0,0122 \cdot (216 - T_t)] \quad (4.6)$$

$$f_{\alpha'} = (1 - f_{\alpha p}) \cdot \{1 - \exp[-0,0143 \cdot (251 - T_t)]\} \quad (4.7)$$

A Equação 4.6 foi utilizada para definir a temperatura de têmpera do tratamento térmico 1, enquanto para os tratamentos térmicos 2 ao 8 foi empregada a Equação 4.7, considerando a fração volumétrica de ferrita proeutetoide ($f_{\alpha p}$) projetada em cada caso.

O tempo de permanência no banho de têmpera foi definido a partir do monitoramento simultâneo das temperaturas do banho e de um corpo de prova de impacto, durante a têmpera. O corpo de prova monitorado foi fixado lado a lado e em conjunto com outros três corpos de prova de impacto. Para o teste de homogeneização de temperatura, os corpos de prova foram austenitizados a 900 °C e o banho de têmpera foi ajustado para a temperatura de 160 °C.

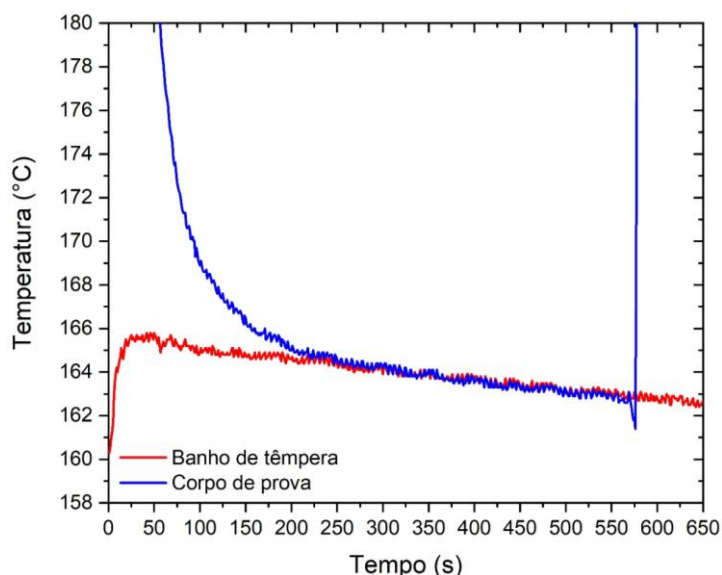
O monitoramento e armazenamento dos dados de temperatura foi realizado com um registrador Hioki LR8431-20 Memory HiLogger, conectado a dois termopares sonda do tipo K, um posicionado no banho de têmpera e o outro no centro do corpo de prova monitorado. A taxa de aquisição de dados utilizada foi de 1 ponto/s. O conjunto de corpos de prova montado para o teste de homogeneização de temperatura está ilustrado na imagem (a) da Figura 4.10. Já na imagem (b), estão

ilustradas as curvas de temperatura referentes ao banho de têmpera e ao corpo de prova monitorado.

Figura 4.10 – (a) Conjunto de corpos de prova montado para o teste de homogeneização de temperatura. (b) Curvas de temperatura ao longo do tempo para o banho de têmpera e o corpo de prova monitorado.



(a)



(b)

Fonte: o autor.

Com base nos dados ilustrados na Figura 4.10 (b), adotou-se como padrão o tempo de 5 min (300 s) no banho de têmpera para garantir a homogeneização térmica dos corpos de prova. Além disso, para compensar o aumento de temperatura do banho, causado pela imersão dos corpos de prova previamente aquecidos a 810 e 900 °C, a temperatura do banho passou a ser ajustada para um valor 4 °C abaixo da temperatura de têmpera projetada.

A temperatura e o tempo de partição (375 °C e 30 min) foram selecionados a partir dos resultados obtidos por Silva^{26,28,30}, Melado^{29,31,33,35} e Nishikawa^{27,32,34,37}. Esses autores demonstraram em seus trabalhos que tempos curtos de partição a 375 °C resultam em maiores frações volumétricas de austenita retida, melhores combinações de resistência mecânica e alongamento percentual, maiores índices de energia absorvida no impacto e melhor desempenho sob fadiga.

4.2.8 Caracterização Microestrutural por Meio de Microscopia Óptica

A caracterização microestrutural por meio de microscopia óptica (MO) foi realizada utilizando o microscópio Olympus BX-51, a câmera fotográfica digital

Olympus Q-Color 3 e o programa de captura e análise de imagens Image-Pro Plus 5.1. As amostras foram seccionadas à metade de seu comprimento, embutidas em baquelite e preparadas metalograficamente.

Na preparação metalográfica, a etapa de lixamento foi realizada conforme descrito no item 4.2.1, enquanto o polimento foi executado em uma politriz semiautomática Buehler EcoMet 250, em três etapas: dois polimentos com suspensões de diamante com partículas de 3 e 1 μm , respectivamente, e um polimento final com suspensão de sílica coloidal com partículas de 50 nm. Nos polimentos com suspensões de diamante utilizou-se dietilenoglicol como lubrificante, enquanto no polimento com sílica coloidal utilizou-se água.

Na sequência, as amostras foram pré-atacadas com uma solução de nital 2% por 5 s e depois atacadas por 60 s com uma solução aquosa de metabissulfito de sódio 1%. Esse reagente foi utilizado por proporcionar bom contraste entre a ferrita proeutetoide e a fração da microestrutura formada por martensita particionada e ausferrita. As frações volumétricas percentuais de ferrita proeutetoide ($\%f_{\alpha p}$) foram determinadas pelos mesmos métodos descritos nos itens 4.2.1 e 4.2.5, com as contagens realizadas em 40 micrografias de cada amostra, capturadas com ampliação de 200x. Os resultados da caracterização microestrutural por meio de microscopia óptica são apresentados no item 5.5 do capítulo de Resultados e Discussão.

4.2.9 Caracterização Microestrutural por Meio de Difração de Raios X

Os ensaios de difração de raios X foram conduzidos no difratômetro Rigaku Ultima IV do C-LABMU, em quadruplicata. Os parâmetros de ensaio e o método de refinamento dos picos de difração seguiram os descritos no item 4.2.6, com a substituição do arquivo CIF da martensita pelo da ferrita. Os ensaios de DRX foram realizados para determinar a fração volumétrica (f_{γ}) e o teor de carbono da austenita retida ($\%C_{\gamma}$).

A fração volumétrica de austenita retida (f_{γ}) foi determinada diretamente a partir do refinamento dos dados de difração com o *software* GSAS-II. O teor de carbono da austenita retida ($\%C_{\gamma}$), por sua vez, foi estimado utilizando uma versão simplificada da equação proposta por Dyson e Holmes¹²¹ (Equação 4.8). O valor do parâmetro de rede da austenita (a_{γ}) foi determinado pelo refinamento dos dados de

difração com o GSAS-II, enquanto o teor de manganês solubilizado na austenita (%Mn_γ) foi estimado por meio de simulação termodinâmica no *software* Thermo-Calc.

$$a_{\gamma} = 3,5780 + 0,0330 \cdot (\%C_{\gamma}) + 0,00095 \cdot (\%Mn_{\gamma}) \quad (4.8)$$

onde: o parâmetro a_{γ} é dado em Å, e os teores dos elementos de liga devem ser considerados em peso. Essa equação simplificada foi adotada porque os outros elementos de liga considerados na versão completa de Dyson e Holmes¹²¹ estão ausentes da composição química do FUCO FE 45012 ou estão presentes em baixíssimos teores (>0,1%).

O silício, presente nos ferros fundidos nodulares em teores de 1,8 a 4,5%, segundo os resultados apresentados por Dyson e Holmes¹²¹ tem efeito desprezível na distorção do reticulado da austenita. Por esse motivo, sua contribuição não foi incorporada à equação original. Os resultados da caracterização microestrutural por meio de difração de raios X são apresentados no item 5.5 do capítulo de Resultados e Discussão.

4.2.10 Caracterização Microestrutural por Meio de Microscopia Eletrônica

A caracterização microestrutural por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e mapeamentos de fases por meio de difração de elétrons retroespalhados (EBSD – electron backscattered diffraction) foi realizada utilizando um microscópio eletrônico com emissão por campo (FEG – field emission gun) Tescan Mira 3, do C-LABMU. Esse microscópio é equipado com um detector de EBSD da marca Oxford, modelo NordlysNano. A coleta e a análise dos dados de EBSD foram realizadas com os programas AZTec® e Tango®, que fazem parte do pacote de *softwares* da Oxford Instruments.

A preparação metalográfica para a caracterização por meio de MEV-FEG e EBSD seguiu a mesma metodologia empregada para a microscopia óptica. No entanto, para a técnica de MEV-FEG, as amostras foram atacadas com solução de nital 2% por 20 s, enquanto na técnica de EBSD elas foram analisadas sem ataque metalográfico, diretamente após o polimento final com suspensão de sílica coloidal.

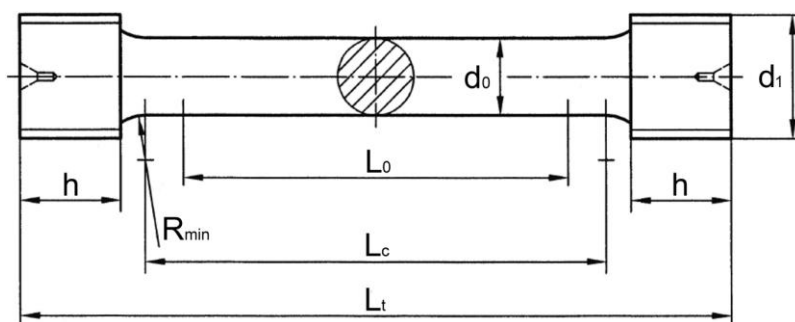
Além de ser utilizada para a caracterização microestrutural, a técnica de MEV-FEG também foi empregada na análise das superfícies de fratura (fractografia) dos corpos de prova submetidos aos ensaios de tração e impacto, apresentada no

item 5.7 do capítulo de Resultados e Discussão. A técnica de EBSD, por sua vez, foi utilizada para gerar mapas de distribuição de fases (ferrita e austenita) e orientações cristalográficas. Os resultados da caracterização microestrutural por meio de microscopia eletrônica são apresentados no item 5.5 do capítulo de Resultados e Discussão.

4.2.11 Caracterização Mecânica por Meio de Ensaio de Tração

Os ensaios de tração foram executados em uma máquina servo-hidráulica MTS Landmark 370.25 do C-LABMU, equipada com célula de carga com capacidade de 333 kN para cargas estáticas. Foram ensaiados quatro corpos de prova de cada condição investigada (bruto de solidificação e tratamentos 1 ao 8), seguindo as recomendações de ensaio especificadas na norma técnica ASTM E8/E8M-16a¹²². Os corpos de prova ensaiados eram do tipo B, *sub-size*, com a geometria e as dimensões especificadas na norma técnica DIN EN 50125:2014-01¹²³ e ilustradas na Figura 4.11.

Figura 4.11 – Geometria e dimensões do corpo de prova de tração do tipo B, *sub-size*, conforme norma técnica DIN EN 50125:2014-01¹²³. Esse tipo de corpo de prova possui roscas do tipo M12 nas extremidades para sua fixação nas garras da máquina de ensaio.



$d_0 = 8$ mm (diâmetro da seção útil do corpo de prova);
 $d_1 = \text{M12}$ (diâmetro da rosca de fixação);
 $h = 10$ mm (comprimento da rosca de fixação);
 $L_0 = 40$ mm (comprimento útil do corpo de prova, $L_0 = 5d_0$);
 $L_c = 48$ mm (comprimento paralelo do corpo de prova, $L_c \geq L_0 + d_0$);
 $L_t = 75$ mm (comprimento total do corpo de prova);
 $R_{\min} = 4$ mm (raio mínimo de concordância).

Fonte: adaptado de DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG. **DIN EN 50125:2014-01**: Test pieces for tensile testing of metallic materials. Berlin: Beuth Verlag GmbH, 2014. 9 p.

Para medir o alongamento (ΔL) dos corpos de prova utilizou-se um extensômetro axial MTS 634.11F-25, com L_0 de 25 mm e capacidade de medir alongamentos de até 5 mm. Conforme especificado no item 7.6.4.3 da norma técnica ASTM E8/E8M-16a¹²², para a determinação das propriedades de escoamento sob

tração, a velocidade de ensaio requerida deve ser calculada multiplicando-se a taxa de 0,015 mm/mm/min pelo L_0 do corpo de prova (40 mm). No entanto, utilizou-se o valor de L_0 do extensômetro (25 mm) para determinar a velocidade de ensaio adotada (0,375 mm/min), pois o sistema de medição do alongamento tem esse valor de comprimento inicial como referência.

Para cada condição investigada determinou-se o módulo de elasticidade (E em GPa), o limite de escoamento (σ_{LE} em MPa), o limite de resistência à tração (σ_{LRT} em MPa) e o alongamento percentual ($A\%$). Essas propriedades mecânicas foram determinadas a partir das curvas de tensão (MPa) *versus* deformação (mm/mm) obtidas para cada corpo de prova ensaiado, conforme a metodologia especificada na norma técnica ASTM E8/E8M-16a¹²². Os resultados da caracterização mecânica por meio de ensaio de tração são apresentados no item 5.6 do capítulo de Resultados e Discussão.

4.2.12 Caracterização Mecânica por Meio de Ensaio de Dureza

A dureza das amostras das condições investigadas foi determinada por meio do ensaio de dureza Brinell, utilizando um durômetro Heckert HPO-250, do DEMA. As medidas foram realizadas seguindo a metodologia recomendada na norma técnica ASTM E10-23¹²⁴, com carga de 187,5 kgf aplicada por 15 s e esfera de carbeto de tungstênio (WC) de 2,5 mm de diâmetro (HBW 2,5/187,5). Foram feitas seis medidas de dureza em cada corpo de prova de ensaio de impacto (após o ensaio), totalizando 24 medidas para cada condição investigada.

A dureza da microestrutura da matriz das amostras foi determinada por meio do ensaio de microdureza Vickers, utilizando um durômetro Leica VMHT MOT, do DEMA. As medidas foram realizadas seguindo a metodologia recomendada na norma técnica ASTM E384-22¹²⁵, com carga de 10 gf (HV 0,01) aplicada por 15 s, após as amostras terem sido preparadas metalograficamente e atacadas com solução de nital 2%. Foram feitas 25 medidas de dureza em cada amostra, dispostas em uma matriz 5x5, com espaçamentos vertical e horizontal de 30 μ m, adotados para respeitar a distância mínima de 2,5 diagonais entre indentações vizinhas, conforme recomendado pela norma.

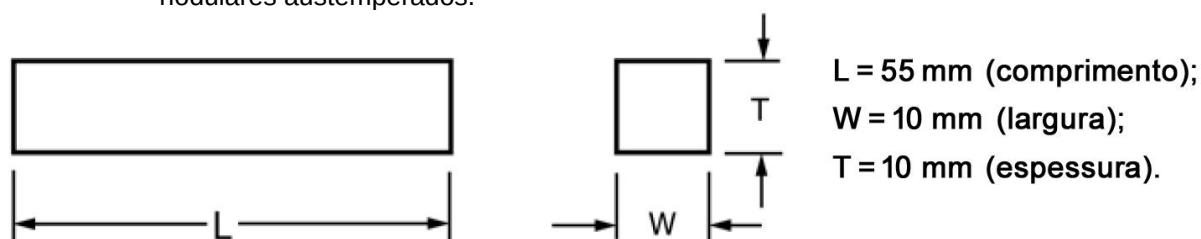
As imagens das indentações foram capturadas em um microscópio eletrônico de varredura Tescan Vega 3, do C-LABMU. Para o cálculo dos valores de dureza

Vickers, as diagonais das indentações foram medidas no *software* Image-Pro Plus 5.1. Os resultados da caracterização mecânica por meio de ensaios de dureza são apresentados no item 5.6 do capítulo de Resultados e Discussão.

4.2.13 Caracterização Mecânica por Meio de Ensaio de Impacto Charpy

Os ensaios de impacto Charpy foram realizados em uma máquina Zwick/Roell RKP 450 do C-LABMU, equipada com um pêndulo de 450 J. Os ensaios foram conduzidos seguindo a metodologia recomendada na norma técnica ASTM E23-16b¹²⁶, utilizando-se corpos de prova sem entalhe, conforme sugerido na norma técnica ASTM A897/A897M-16⁸¹ para os ferros nodulares austemperados. A geometria e as dimensões dos corpos de prova ensaiados estão ilustradas na Figura 4.12.

Figura 4.12 – Geometria e dimensões do corpo de prova para ensaio de impacto Charpy, sem entalhe, conforme as especificações da norma ASTM E23-16b¹²⁶. A utilização de corpos de prova sem entalhe segue a recomendação da norma ASTM A897/A897M-16⁸¹ para ferros nodulares austemperados.



Fonte: adaptado de AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **E23-16b**: Standard test methods for notched bar impact testing of metallic materials. West Conshohocken: ASTM International, 2016. 26 p.

Conforme recomendação da norma técnica ASTM A897/A897M-16⁸¹, foram ensaiados quatro corpos de prova de cada condição investigada e, para o cálculo do valor médio de energia absorvida no impacto (E_{abs} em J) em cada condição, consideraram-se os três maiores valores obtidos no ensaio. Os resultados da caracterização mecânica por meio de ensaio de impacto Charpy são apresentados no item 5.6 do capítulo de Resultados e Discussão.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, são apresentados e discutidos os resultados da caracterização inicial do FUCO FE 45012 e das caracterizações microestrutural e mecânica realizadas após os tratamentos térmicos descritos no item 4.2.7 do capítulo de Materiais e Métodos.

5.1 MICROESTRUTURA BRUTA DE SOLIDIFICAÇÃO

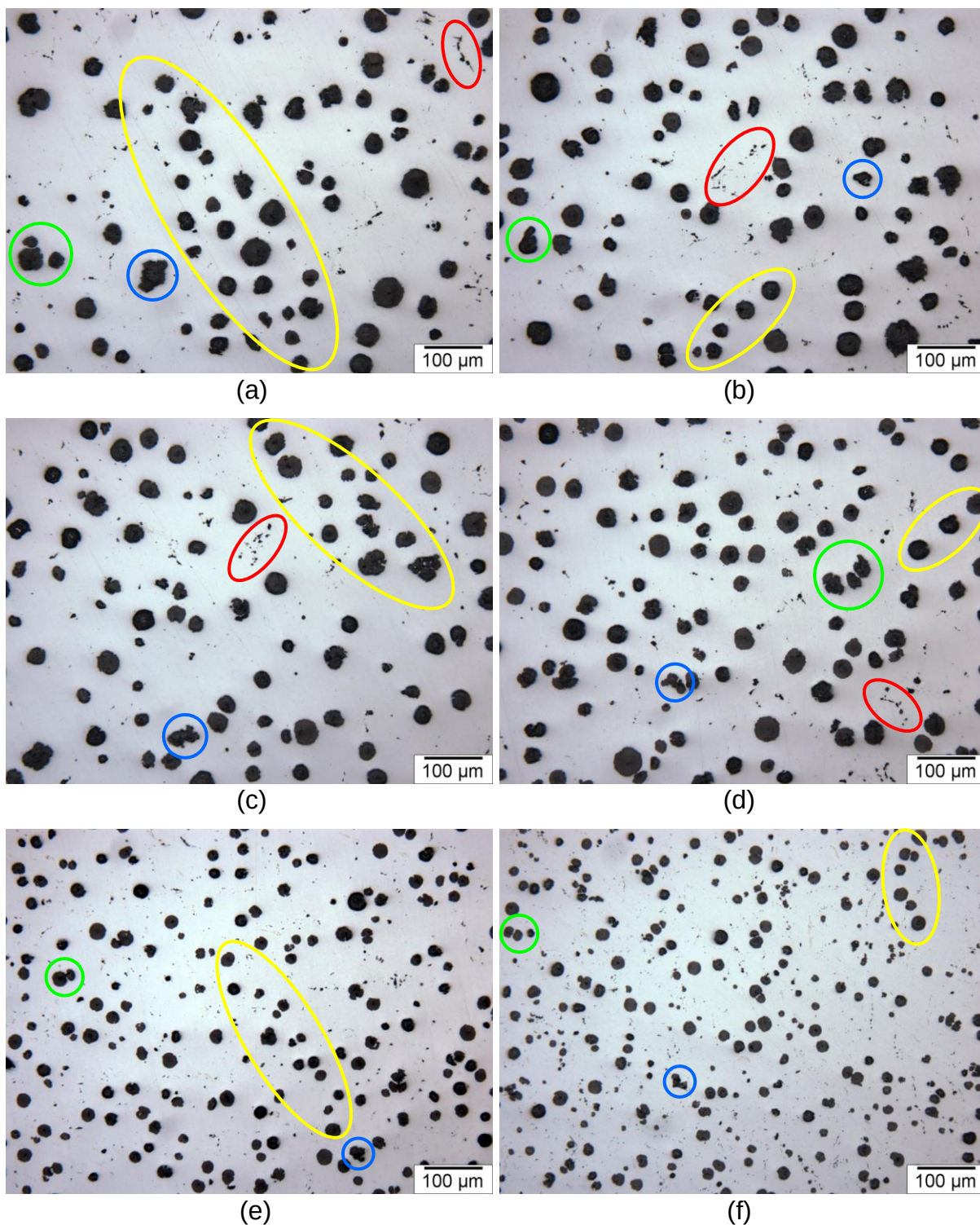
5.1.1 Caracterização da Grafita

A distribuição dos nódulos de grafita ao longo da seção transversal da barra 1 do FUCO FE 45012 está ilustrada nas fotos da Figura 5.1. Essas imagens foram capturadas na superfície polida do disco descrito no item 4.2.1, antes do ataque metalográfico. A foto (a) foi capturada na região central do disco, enquanto as fotos (b), (c), (d), (e) e (f) foram capturadas, respectivamente, a 5, 10, 15, 20 e 25 mm do centro, conforme a distribuição apresentada na Figura 4.3.

Ao analisar a sequência de imagens da Figura 5.1, nota-se que a partir do raio de 20 mm, os nódulos de grafita são menores e estão em maior número do que aqueles existentes até o raio de 15 mm. Esse gradiente microestrutural relaciona-se às diferentes taxas de extração de calor existentes entre o centro e a superfície da barra. Por manter contato com a coquilha de grafite durante o processo de solidificação, a superfície da barra é submetida a elevadas taxas de resfriamento, o que resulta em elevadas taxas de nucleação de nódulos de grafita nessa região. Já o centro da barra é submetido a taxas de resfriamento mais baixas, o que proporciona menores taxas de nucleação e resulta em uma microestrutura com nódulos maiores e em menor quantidade^{7,48,51,52}.

Nas imagens (a), (b), (c) e (d), observa-se a presença de microrrechupes (destacados por elipses em vermelho), enquanto nódulos irregulares (círculos em azul), flotações de grafita (círculos em verde) e alinhamentos de grafita (elipses em amarelo) podem ser observados em todas as imagens. A formação de microrrechupes ocorre ao longo dos contornos de célula de solidificação devido à contração resultante da solidificação do líquido aprisionado entre os braços dendríticos secundários. Como a região central da barra é a última a solidificar, a formação de microrrechupes concentra-se nessa região^{7,48,52,67,69}.

Figura 5.1 – Fotos da distribuição dos nódulos de grafita ao longo da seção transversal da barra 1 do FUCO FE 45012. A foto (a) refere-se ao centro do disco, enquanto as fotos (b), (c), (d), (e) e (f) foram tiradas, respectivamente, a 5, 10, 15, 20 e 25 mm do centro. Todas as imagens foram capturadas antes do ataque metalográfico. Os detalhes destacados pelas elipses e círculos estão descritos no texto a seguir.



Fonte: o autor.

Conforme descrito na norma técnica ISO/WD 945-4:2015-05¹⁰⁵, os nódulos irregulares são aqueles que apresentam fator de forma compreendido no intervalo

$0,4 \leq F_{gr} < 0,6$. Eles não são considerados na contagem de nódulos por unidade de área, mas são contabilizados no somatório de áreas de partículas de grafita, termo empregado no cálculo da nodularidade¹⁰³⁻¹⁰⁵. A ocorrência de nódulos irregulares resulta em menor número de nódulos por unidade de área e em menor nodularidade.

Os nódulos irregulares (grafita degenerada) são resultado da ação do oxigênio e do enxofre em teores residuais, como consequência de adição insuficiente de nodularizante, de baixa qualidade do nodularizante, de falhas de processo na etapa de nodularização e de velocidades de solidificação extremas, tanto muito elevadas quanto muito baixas. Contaminantes eventuais, como chumbo, bismuto, titânio, telúrio e antimônio também contribuem para a degeneração da grafita^{7,56,127-129}.

A flotação de grafita geralmente ocorre em peças de ferros nodulares hipereutéticos ($CE > 4,3\%$) com seções maiores que 50 mm e sob baixas velocidades de solidificação. Ela acontece com menos frequência em regiões submetidas a elevadas taxas de extração de calor, porque os pequenos nódulos formados nessas condições não atingem um tamanho crítico que lhes permita flutuar. Os alinhamentos de grafita, por sua vez, são frequentes em condições de elevadas temperaturas de vazamento e de baixas taxas de nucleação. Essas condições resultam na formação de alinhamentos na superfície e no centro da barra, respectivamente^{7,74,130}.

Os resultados obtidos na caracterização da grafita, conforme a metodologia descrita no item 4.2.1, estão listados na Tabela 5.1. Os dados estão apresentados para cada quadrante em função do raio, conforme a distribuição ilustrada na Figura 4.3. A partir desses resultados, foram construídos os mapas de distribuição das características da grafita, apresentados na Figura 5.2. Nesses mapas, observam-se distribuições assimétricas entre o centro e a superfície da barra (assimetria radial) e entre as metades superior e inferior (assimetria vertical).

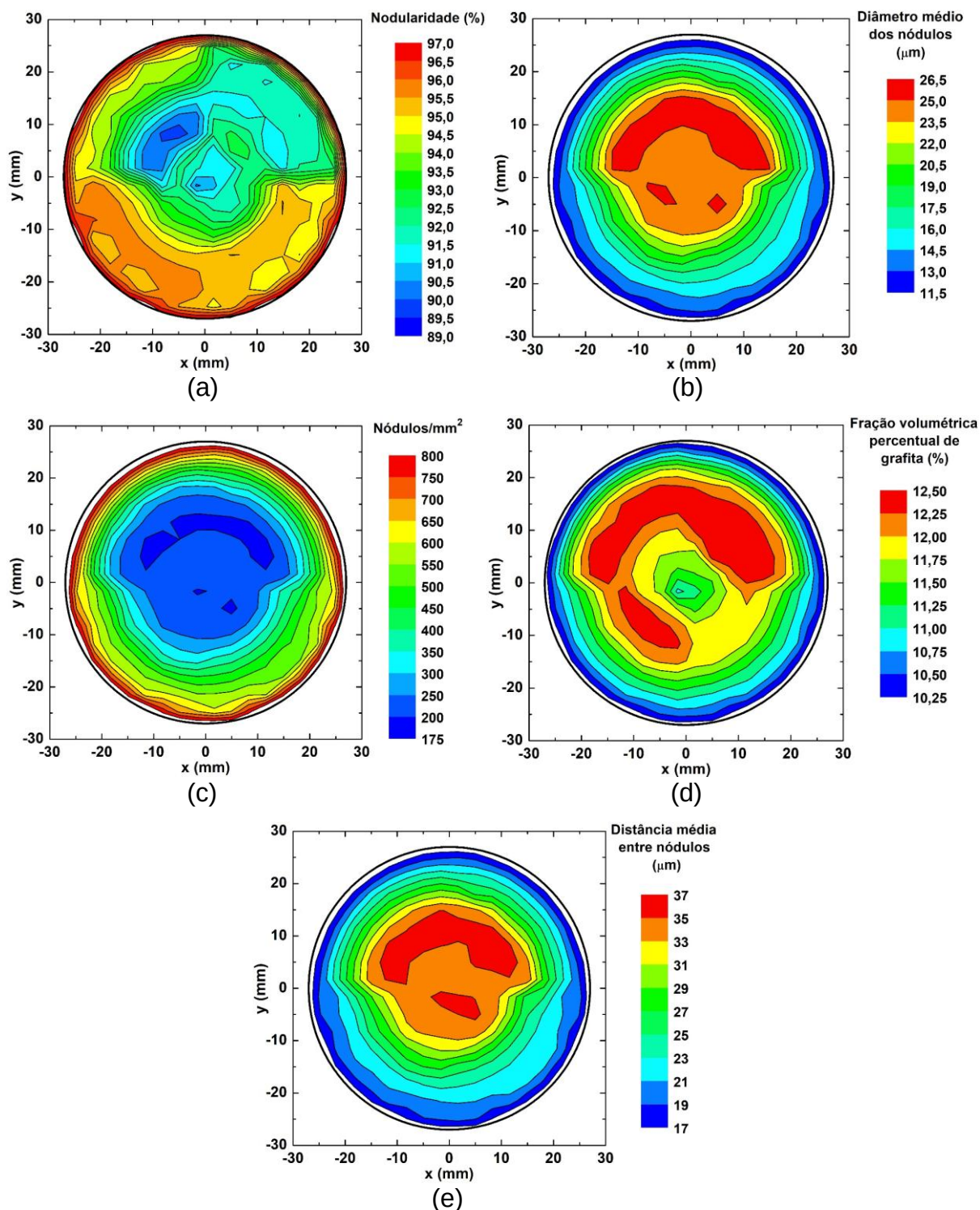
Esses gradientes microestruturais estão associados às taxas de extração de calor que essas regiões alcançam durante a solidificação. O contato da superfície da barra com a coquilha de grafite proporciona a essa região taxas de extração de calor muito maiores do que as atingidas pelo centro. Desse modo, a superfície apresenta maior quantidade de nódulos por unidade de área, menor distância média entre eles e nódulos com maior percentual de nodularidade. Já a assimetria vertical ocorre porque, devido ao seu peso, o contato da barra com a coquilha de grafite é maior na sua porção inferior, o que resulta em maiores taxas de extração de calor nessa região^{7,48,50-52}.

Tabela 5.1 – Resultados da caracterização da grafita da barra 1 do FUCO FE 45012. N: nodularidade; d_{nod} : diâmetro médio dos nódulos; N_A : número de nódulos por unidade de área; $\%f_{\text{gr}}$: fração volumétrica percentual de grafita; D_{nod} : distância média entre nódulos.

Raio (mm)	N (%)	d_{nod} (μm)	N_A (nódulos/ mm^2)	$\%f_{\text{gr}}$ (%)	D_{nod} (μm)
1º quadrante					
Centro	$90,9 \pm 4,1$	$23,6 \pm 8,8$	218 ± 26	$11,4 \pm 1,4$	$33,9 \pm 2,1$
5	$91,1 \pm 3,0$	$24,0 \pm 9,1$	216 ± 23	$11,5 \pm 1,3$	$34,0 \pm 1,8$
10	$92,6 \pm 3,3$	$25,2 \pm 11,0$	203 ± 22	$12,4 \pm 1,6$	$35,1 \pm 1,9$
15	$91,3 \pm 3,8$	$25,1 \pm 10,8$	208 ± 27	$12,4 \pm 1,2$	$34,6 \pm 2,0$
20	$91,9 \pm 9,0$	$18,6 \pm 7,0$	369 ± 106	$12,0 \pm 1,4$	$26,0 \pm 3,9$
25	$92,8 \pm 7,0$	$12,8 \pm 4,7$	682 ± 89	$10,6 \pm 1,2$	$19,1 \pm 1,2$
2º quadrante					
Centro	$91,8 \pm 3,3$	$23,8 \pm 9,1$	218 ± 14	$11,4 \pm 0,9$	$33,8 \pm 1,1$
5	$92,3 \pm 3,6$	$23,8 \pm 9,6$	217 ± 21	$11,7 \pm 1,1$	$33,9 \pm 1,6$
10	$89,6 \pm 2,5$	$25,0 \pm 10,5$	199 ± 23	$11,9 \pm 1,2$	$35,4 \pm 2,0$
15	$91,3 \pm 2,9$	$25,6 \pm 10,0$	204 ± 21	$12,4 \pm 1,3$	$35,0 \pm 1,8$
20	$94,1 \pm 2,1$	$19,5 \pm 7,5$	337 ± 106	$12,2 \pm 1,1$	$27,2 \pm 4,3$
25	$94,9 \pm 1,2$	$12,7 \pm 4,5$	708 ± 133	$10,8 \pm 0,7$	$18,8 \pm 1,6$
3º quadrante					
Centro	$90,1 \pm 4,4$	$24,5 \pm 8,5$	198 ± 16	$10,9 \pm 1,1$	$35,5 \pm 1,5$
5	$92,2 \pm 2,9$	$25,0 \pm 8,0$	208 ± 22	$11,7 \pm 1,1$	$34,6 \pm 1,9$
10	$93,4 \pm 1,8$	$24,5 \pm 8,2$	226 ± 29	$12,4 \pm 1,1$	$33,3 \pm 2,2$
15	$95,1 \pm 1,7$	$20,4 \pm 6,1$	326 ± 70	$12,1 \pm 0,9$	$27,7 \pm 3,0$
20	$95,8 \pm 1,0$	$15,7 \pm 4,1$	519 ± 29	$11,3 \pm 0,6$	$22,0 \pm 0,6$
25	$95,3 \pm 1,3$	$13,1 \pm 4,6$	665 ± 79	$10,6 \pm 0,6$	$19,4 \pm 1,1$
4º quadrante					
Centro	$90,6 \pm 3,8$	$24,2 \pm 8,5$	207 ± 19	$11,1 \pm 0,8$	$34,8 \pm 1,8$
5	$91,8 \pm 2,9$	$25,0 \pm 8,1$	201 ± 19	$11,4 \pm 1,0$	$35,2 \pm 1,7$
10	$92,5 \pm 2,8$	$24,7 \pm 8,0$	214 ± 18	$11,9 \pm 1,0$	$34,2 \pm 1,4$
15	$95,4 \pm 1,3$	$19,1 \pm 5,5$	367 ± 51	$11,9 \pm 0,7$	$26,1 \pm 2,1$
20	$95,1 \pm 1,3$	$15,7 \pm 4,1$	516 ± 31	$11,2 \pm 0,7$	$22,0 \pm 0,7$
25	$95,0 \pm 1,3$	$13,5 \pm 4,7$	630 ± 80	$10,6 \pm 0,5$	$19,9 \pm 1,2$

Fonte: o autor.

Figura 5.2 – Mapas de distribuição das características da grafita ao longo da seção transversal da barra 1 do FUCO FE 45012. (a) Nodularidade; (b) diâmetro médio dos nódulos; (c) número de nódulos por unidade de área; (d) fração volumétrica percentual de grafita; (e) distância média entre nódulos.



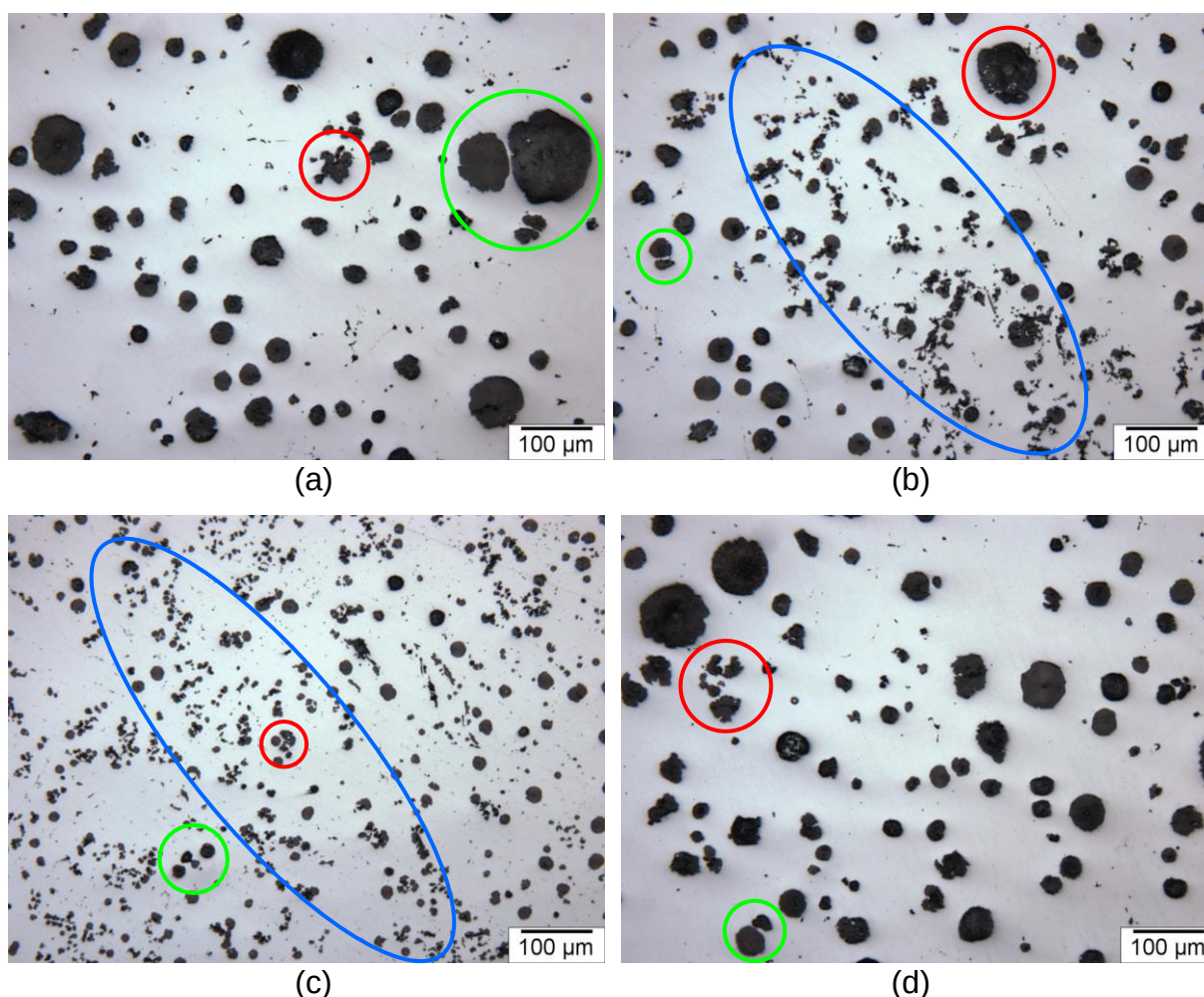
Fonte: o autor.

Ao analisar o mapa de distribuição de nodularidade da Figura 5.2 (a), em conjunto com os resultados da Tabela 5.1, nota-se que ao longo do primeiro quadrante os percentuais de nodularidade da grafita são menores do que os dos outros

quadrantes. Além disso, no raio de 10 mm do segundo quadrante, a nodularidade apresentou valores inferiores a 90%. Esses baixos valores de nodularidade estão associados à presença de grafitas flotadas, explodidas e em grumos (grafita *chunky*). Essas morfologias anormais estão ilustradas nas imagens da Figura 5.3, nas quais estão reproduzidas fotos de regiões correspondentes aos raios de 15, 20 e 25 mm do primeiro quadrante e ao raio de 10 mm do segundo quadrante.

Nas fotos (a) e (d), observa-se a presença de grafitas flotadas (destacadas por círculos em verde) e explodidas (círculos em vermelho). Como resultado, essas microestruturas apresentaram nodularidades de 87,8 e 87,6%, respectivamente. Nas microestruturas das fotos (b) e (c), além de grafitas flotadas e explodidas, observa-se uma grande quantidade de grafitas em grumos (elipses em azul), o que resultou em nodularidades de 57,3 e 56,0%, respectivamente.

Figura 5.3 – Fotos de regiões com baixa nodularidade de grafita. As fotos (a), (b) e (c) foram capturadas, respectivamente, nos raios de 15, 20 e 25 mm do primeiro quadrante, enquanto a foto (d) foi capturada no raio de 10 mm do segundo quadrante. Os detalhes destacados pelas elipses e círculos estão descritos no texto a seguir.



Fonte: o autor.

A grafita em grumos está associada ao resfriamento lento. Ela ocorre nos centros térmicos de peças de seções espessas e é decorrente de teores residuais muito baixos de elementos nodularizantes nessas regiões^{7,127,128}. Angelo Jr.⁷ observou grafitas flotadas, explodidas e em grumos na porção superior de barras de FUCO FE 45012 com 100 mm de diâmetro. Na porção superior de barras com 50 mm de diâmetro, ele não observou a ocorrência de grafitas em grumos, mas detectou a presença de drosses*. Na microestrutura da barra 1 caracterizada neste trabalho, não foi detectada a presença de drosses.

Os mapas de diâmetro médio dos nódulos, número de nódulos por unidade de área e distância média entre nódulos, apresentados nas imagens (b), (c) e (e) da Figura 5.2, possuem distribuições similares, pois essas características da grafita estão correlacionadas. Regiões da barra submetidas a elevadas taxas de extração de calor apresentam nódulos menores, mais próximos e em maior quantidade, enquanto regiões que resfriam lentamente apresentam nódulos maiores, mais afastados e em menor quantidade^{7,48,50-52}. Essas correlações e o contraste entre a superfície coquilhada e o centro térmico deslocado em direção à porção superior da barra podem ser nitidamente observados nos mapas (b), (c) e (e) da Figura 5.2.

O mapa apresentado na Figura 5.2 (d) refere-se à distribuição da fração volumétrica percentual de grafita ($\%f_{gr}$). Nele, observa-se que as maiores frações volumétricas percentuais estão nas regiões localizadas a meio raio (entre 10 e 15 mm). Nessas regiões, detectou-se uma concentração de grandes nódulos primários, como pode ser observado nas imagens (a) e (d) da Figura 5.3. Como a fração volumétrica percentual de grafita é dada pela razão entre a área total de nódulos e a área da micrografia analisada, a concentração de grandes nódulos nessa região resultou em maiores percentuais de grafita.

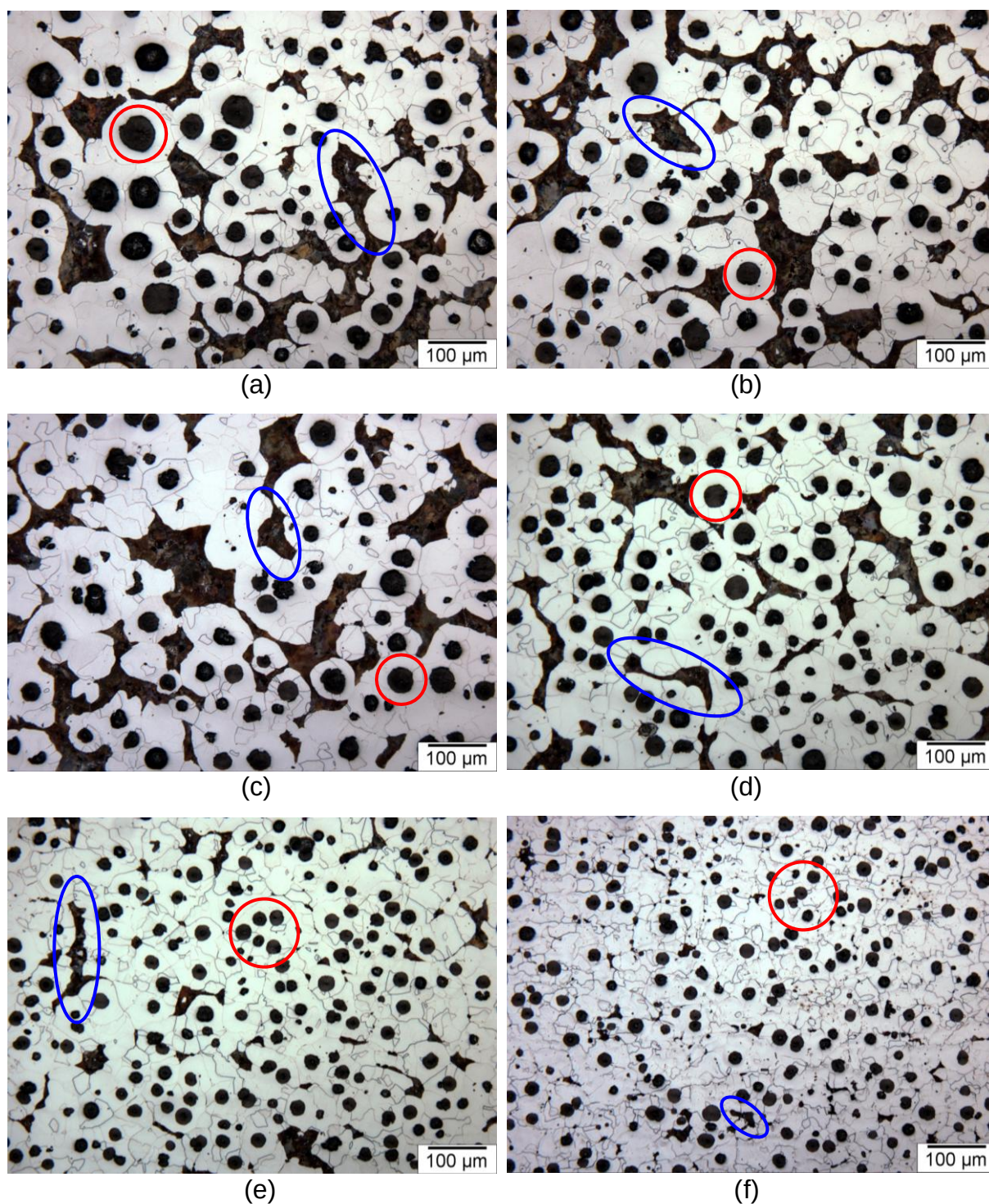
5.1.2 Quantificação da Fração Volumétrica Percentual de Perlita

A distribuição das colônias de perlita ao longo da seção transversal da barra 1 do FUCO FE 45012 está ilustrada nas imagens da Figura 5.4. Essas fotos foram capturadas na superfície polida do disco descrito no item 4.2.1, após o ataque metalográfico com solução de nital 2%. A foto (a) foi capturada na região central do

* Inclusões de óxidos e sulfetos complexos que contêm magnésio. Esses produtos de desoxidação e dessulfuração podem ser arrastados pelo metal líquido durante o vazamento das peças, causando a formação de drosses.

disco, enquanto as fotos (b), (c), (d), (e) e (f) foram capturadas, respectivamente, a 5, 10, 15, 20 e 25 mm do centro, conforme a distribuição apresentada na Figura 4.3.

Figura 5.4 – Fotos da distribuição das colônias de perlita ao longo da seção transversal da barra 1 do FUCO FE 45012. A foto (a) refere-se ao centro do disco, enquanto as fotos (b), (c), (d), (e) e (f) foram tiradas, respectivamente, a 5, 10, 15, 20 e 25 mm do centro. Todas as imagens foram capturadas após ataque metalográfico com solução de nital 2%. Os detalhes destacados pelas elipses e círculos estão descritos no texto a seguir.



Fonte: o autor.

Ao analisar a sequência de imagens da Figura 5.4, nota-se que a região entre o centro da barra e o raio de 15 mm apresenta maior quantidade de colônias de perlita (destacadas pelas elipses em azul) em comparação à região entre os raios de 20 e 25 mm. Há uma relação entre a quantidade de nódulos de grafita (círculos em vermelho) e as quantidades relativas de ferrita e perlita presentes na microestrutura de um ferro nodular. Nas regiões com menor número de nódulos por mm^2 , as distâncias requeridas para a difusão dos átomos de carbono (distância entre nódulos) são maiores, favorecendo a formação de perlita entre os nódulos de grafita^{7,48,50,52,53}.

A partir dos valores do número de nódulos por mm^2 (N_A) e da distância média entre nódulos (D_{nod}), apresentados na Tabela 5.1 e mapeados, respectivamente, nas Figuras 5.2 (c) e 5.2 (e), fica evidente a relação entre essas propriedades e a distribuição das colônias de perlita observada nas imagens da Figura 5.4. Na região entre o centro da barra e o raio de 15 mm, onde há maior quantidade de colônias de perlita, o número de nódulos por mm^2 e a distância média entre nódulos variaram, respectivamente, de 198 e 35,5 μm (no centro, 3º quadrante) a 367 e 26,1 μm (no raio de 15 mm, 4º quadrante). Em contraste, na região entre os raios de 20 e 25 mm, onde há pouquíssimas colônias de perlita, esses valores variaram de 337 e 27,2 μm (no raio de 20 mm, 2º quadrante) a 708 e 18,8 μm (no raio de 25 mm, 2º quadrante).

Os resultados da quantificação da perlita, conforme a metodologia descrita no item 4.2.1, estão listados na Tabela 5.2. Os dados são apresentados para cada quadrante em função do raio, conforme a distribuição ilustrada na Figura 4.3. A partir desses resultados, foi construído o mapa de distribuição de perlita da Figura 5.5 (a). Para a construção do mapa de distribuição de ferrita ilustrado na Figura 5.5 (b), foram considerados os resultados de fração volumétrica percentual de grafita (Tabela 5.1), os de fração volumétrica percentual de perlita (Tabela 5.2) e a condição de que a soma das frações volumétricas percentuais de grafita, perlita e ferrita fosse igual a 100% ($\%f_{\text{gr}} + \%f_{\text{p}} + \%f_{\alpha\text{p}} = 100\%$).

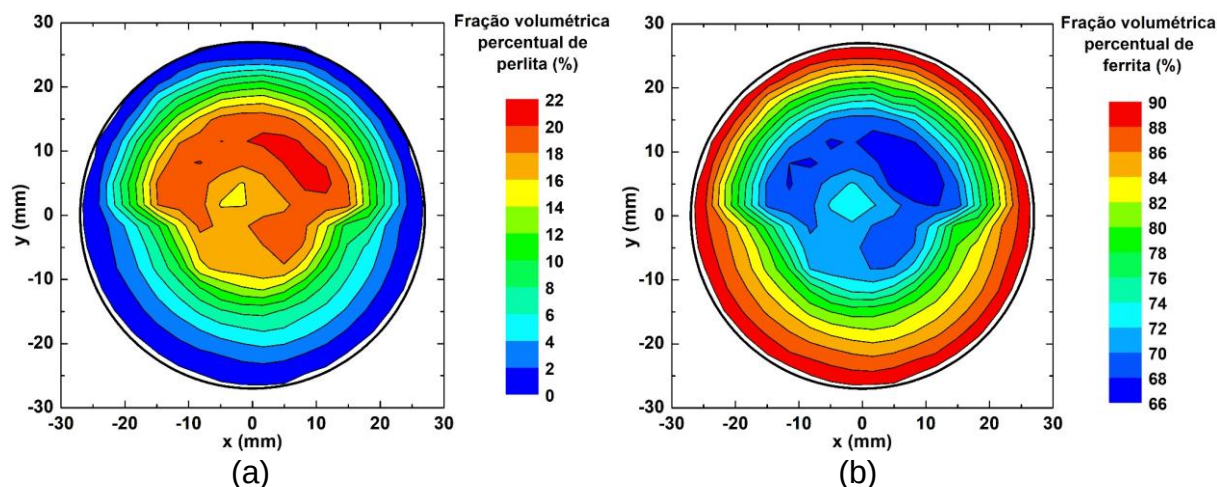
Assim como os mapas da Figura 5.2, os mapas de distribuição de perlita e ferrita apresentados na Figura 5.5 exibem assimetrias radial e vertical. Esses gradientes microestruturais, associados às distribuições de perlita e ferrita, são causados pelos mesmos fenômenos responsáveis pelos gradientes observados para a grafita: maiores taxas de extração de calor na superfície da barra em comparação ao centro e na porção inferior em relação à superior.

Tabela 5.2 – Resultados da quantificação da perlita na barra 1 do FUCO FE 45012. P_p : percentual de pontos incididos sobre a perlita; 95% CI: intervalo de confiança; %RA: precisão relativa; $\%f_p$: fração vol. percentual de perlita.

Raio (mm)	P_p (%)	Desvio padrão	95% CI	%RA	$\%f_p$ (%)
1º quadrante					
Centro	15,9	3,1	1,4	9,0	$15,9 \pm 1,4$
5	17,4	6,1	2,9	16,5	$17,4 \pm 2,9$
10	20,3	4,0	1,9	9,3	$20,3 \pm 1,9$
15	18,9	3,6	1,7	9,0	$18,9 \pm 1,7$
20	10,2	3,8	1,8	17,3	$10,2 \pm 1,8$
25	0,9	0,8	0,4	42,0	$0,9 \pm 0,4$
2º quadrante					
Centro	16,3	3,8	1,8	11,0	$16,3 \pm 1,8$
5	15,8	5,3	2,5	15,6	$15,8 \pm 2,5$
10	19,8	3,9	1,8	9,2	$19,8 \pm 1,8$
15	19,0	2,7	1,3	6,6	$19,0 \pm 1,3$
20	9,9	4,2	2,0	19,8	$9,9 \pm 2,0$
25	0,7	0,8	0,4	56,3	$0,7 \pm 0,4$
3º quadrante					
Centro	16,7	2,8	1,3	7,8	$16,7 \pm 1,3$
5	17,6	3,6	1,7	9,6	$17,6 \pm 1,7$
10	16,8	3,1	1,4	8,5	$16,8 \pm 1,4$
15	8,8	4,1	1,9	21,9	$8,8 \pm 1,9$
20	3,9	1,8	0,9	22,0	$3,9 \pm 0,9$
25	0,8	0,8	0,4	55,5	$0,8 \pm 0,4$
4º quadrante					
Centro	18,3	2,5	1,2	6,4	$18,3 \pm 1,2$
5	20,4	4,4	2,1	10,3	$20,3 \pm 2,1$
10	17,8	3,2	1,5	8,5	$17,8 \pm 1,5$
15	8,9	3,4	1,6	17,7	$8,9 \pm 1,6$
20	4,7	1,5	0,7	15,1	$4,7 \pm 0,7$
25	0,8	0,6	0,3	33,8	$0,8 \pm 0,3$

Fonte: o autor.

Figura 5.5 – Mapas de distribuição de perlita e ferrita ao longo da seção transversal da barra 1 do FUCO FE 45012. (a) Fração volumétrica percentual de perlita; (b) fração volumétrica percentual de ferrita.



Fonte: o autor.

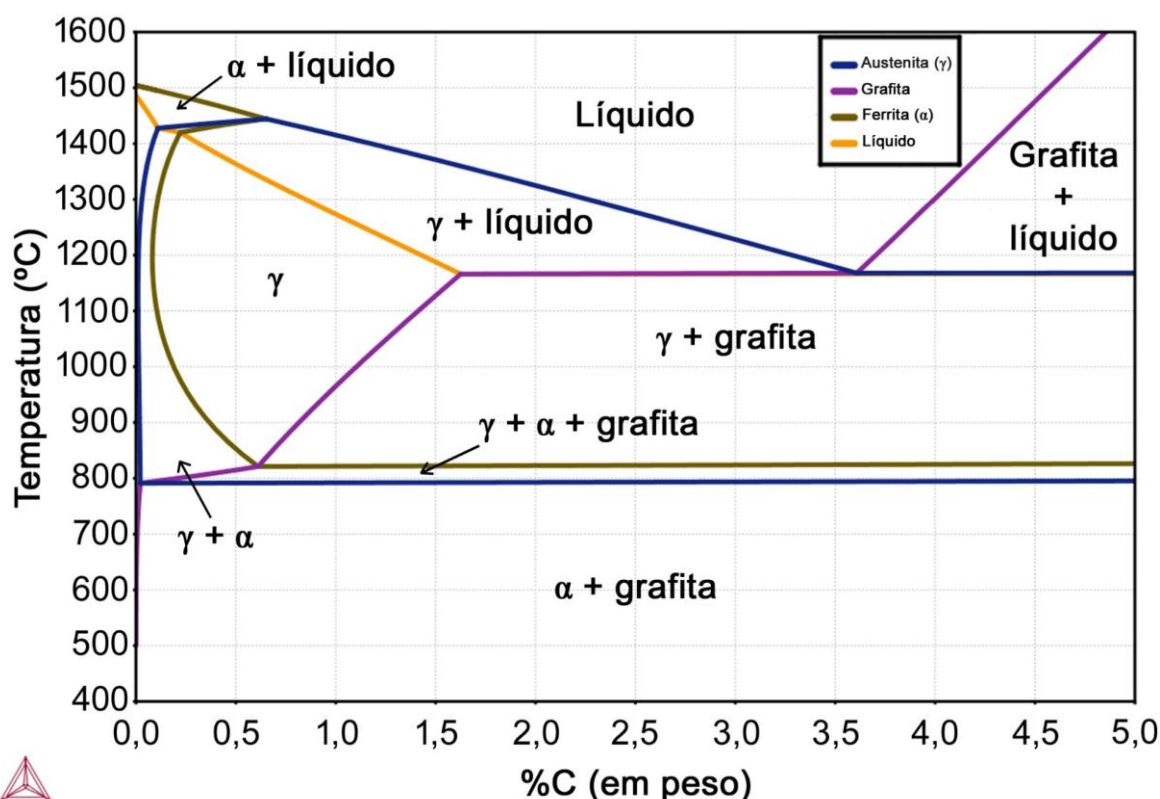
A distribuição das colônias de perlita observada na sequência de imagens da Figura 5.4 está evidenciada nos resultados da Tabela 5.2 e nos mapas da Figura 5.5. Na região entre o centro da barra e o raio de 15 mm, a fração volumétrica de perlita variou entre 20,4% (no raio de 5 mm, 4º quadrante) e 8,8% (no raio de 15 mm, 3º quadrante). Em contraste, na região entre os raios de 20 e 25 mm, a fração volumétrica de perlita variou entre 10,2% (no raio de 20 mm, 1º quadrante) e 0,8% (no raio de 25 mm, 1º quadrante). Enquanto as maiores frações volumétricas de perlita estão localizadas na região central da barra, as maiores frações de ferrita se concentram na superfície, conforme ilustrado nas Figuras 5.5 (a) e 5.5 (b).

5.2 TEMPERATURAS CRÍTICAS DO CAMPO TRIFÁSICO ESTÁVEL

O diagrama de equilíbrio estável Fe-grafita do FUCO FE 45012, obtido por meio de simulação termodinâmica no *software* Thermo-Calc, está ilustrado na Figura 5.6. Trata-se de uma isopleta do sistema ferro-carbono-silício-manganês (Fe-C-Si-Mn), considerando os teores de 3,62% de silício e 0,17% de manganês.

Assim como os diagramas das Figuras 3.4 (a) e 3.5 (a), esse diagrama apresenta um campo trifásico constituído por austenita, ferrita e grafita ($\gamma + \alpha + \text{grafita}$) que é delimitado pelos campos bifásicos de austenita e grafita ($\gamma + \text{grafita}$) e de ferrita e grafita ($\alpha + \text{grafita}$). Esse campo trifásico resulta da adição de silício ao sistema ferro-carbono. Seu limite inferior é definido pela temperatura crítica $A_{1 \text{ inf}}$, e o superior, pela temperatura crítica $A_{1 \text{ sup}}$.

Figura 5.6 – Isopleta do sistema ferro-carbono-silício-manganês do FUCO FE 45012, para teores de 3,62% de silício e 0,17% de manganês. Diagrama gerado por simulação termodinâmica no software Thermo-Calc, utilizando a base de dados TCFE9.



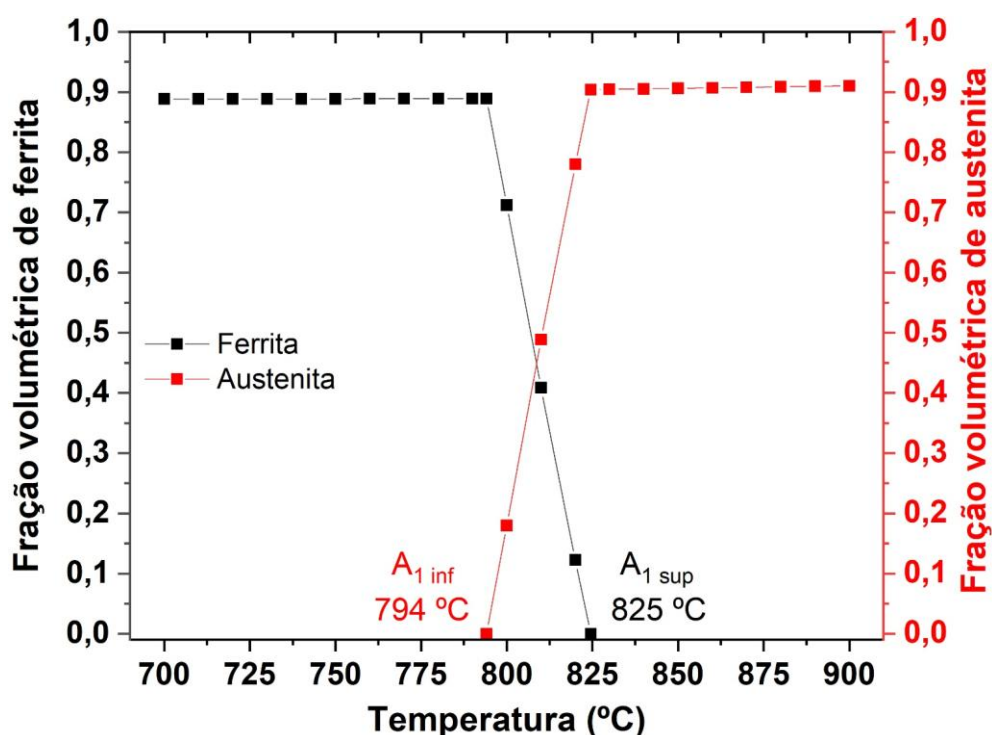
Fonte: o autor.

Os valores de $A_{1\text{ inf}}$ e $A_{1\text{ sup}}$, referentes à condição de equilíbrio termodinâmico, estão apresentados no gráfico da Figura 5.7. Esse gráfico foi construído com os resultados da simulação que gerou a isopleta da Figura 5.6, apresentando as frações volumétricas de ferrita e austenita em função da temperatura.

Observa-se que, abaixo de 794 °C, a fração volumétrica de austenita é nula, enquanto a fração de ferrita atinge seu valor máximo. Por outro lado, acima de 825 °C, é a fração volumétrica de austenita que atinge seu valor máximo, enquanto a de ferrita é nula. As fases em equilíbrio abaixo de 794 °C são ferrita e grafita, enquanto acima de 825 °C, as fases em equilíbrio são austenita e grafita. Desse modo, as temperaturas de 794 e 825 °C representam, respectivamente, os valores de $A_{1\text{ inf}}$ e $A_{1\text{ sup}}$ do FUCO FE 45012 para a condição de equilíbrio.

Entretanto, como dificilmente os tratamentos térmicos são realizados de acordo com a condição de equilíbrio, as temperaturas críticas também foram determinadas por meio de dilatometria, em triplicata, sob taxas de aquecimento e resfriamento de 3 e 12 °C/min.

Figura 5.7 – Gráfico das frações volumétricas de ferrita e austenita em função da temperatura na condição de equilíbrio termodinâmico. Este diagrama foi gerado a partir dos resultados obtidos por simulação termodinâmica no *software* Thermo-Calc, utilizando a base de dados TCFE9.

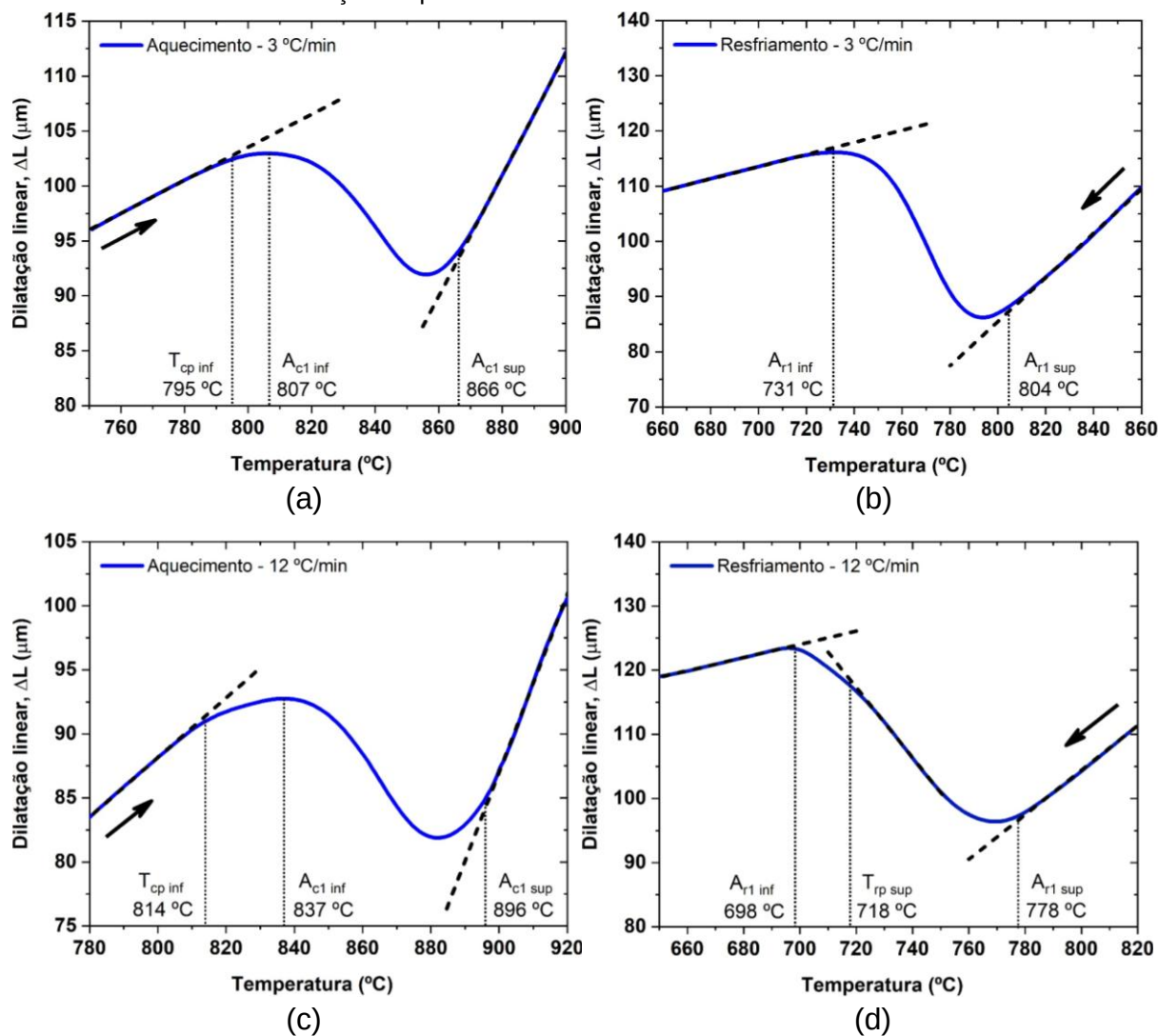


Fonte: o autor.

Os gráficos de dilatação linear (μm) em função da temperatura ($^{\circ}\text{C}$), referentes aos ensaios realizados às taxas de 3 e 12 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, estão ilustrados na Figura 5.8. Para cada taxa, são apresentados os gráficos de aquecimento e resfriamento de apenas um dos ensaios realizados em triplicata. Os gráficos (a) e (b) correspondem aos ciclos de aquecimento e resfriamento à taxa de 3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, enquanto os gráficos (c) e (d) correspondem aos ciclos de aquecimento e resfriamento à taxa de 12 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

Nas curvas de aquecimento das Figuras 5.8 (a) e 5.8 (c), observa-se o fenômeno de dilatação térmica até a temperatura $T_{\text{cp inf}}$ (temperatura de início de decomposição da perlita), na qual tem início um processo de contração. Após uma nova mudança de inclinação da curva, na temperatura $A_{\text{c1 inf}}$ (temperatura crítica inferior do campo trifásico no aquecimento), a taxa de contração aumenta inicialmente e, em seguida, estabiliza-se, permanecendo constante até a mudança de inclinação que marca a retomada do fenômeno de dilatação. A partir da temperatura $A_{\text{c1 sup}}$ (temperatura crítica superior do campo trifásico no aquecimento), a curva de dilatação térmica volta a apresentar um comportamento linear, que se mantém até as temperaturas de 900 $^{\circ}\text{C}$ (Figura 5.8 (a)) e 920 $^{\circ}\text{C}$ (Figura 5.8 (c)).

Figura 5.8 – Gráficos de dilatação linear (μm) versus temperatura ($^{\circ}\text{C}$) referentes aos ensaios de dilatometria. Os gráficos (a) e (b) representam os ciclos de aquecimento e resfriamento à taxa de $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$, enquanto os gráficos (c) e (d) representam os ciclos à taxa de $12^{\circ}\text{C}/\text{min}$. As temperaturas críticas $A_{c1\text{ inf}}$ e $A_{c1\text{ sup}}$ correspondem ao campo trifásico no aquecimento, enquanto $A_{r1\text{ inf}}$ e $A_{r1\text{ sup}}$ referem-se ao campo trifásico no resfriamento; $T_{cp\text{ inf}}$ indica a temperatura de início de decomposição da perlita, e $T_{rp\text{ sup}}$, a temperatura de início de formação da perlita.



Fonte: o autor.

A interpretação das curvas de dilatometria deve considerar a microestrutura inicial das amostras ensaiadas. Todas as amostras submetidas aos ensaios de dilatometria foram retiradas de regiões situadas entre o centro da barra e o raio de 20 mm. Sendo assim, conforme mostrado na Figura 5.4, a microestrutura dessas amostras era composta por ferrita, perlita e nódulos de grafita, apresentando, portanto, uma combinação de fases estáveis (ferrita e grafita) e metaestáveis (cementita).

Desse modo, interpretou-se que a primeira mudança de inclinação da curva de dilatação, em $T_{cp\text{ inf}}$, caracteriza o início da formação de austenita a partir da decomposição da perlita; a segunda mudança de inclinação, em $A_{c1\text{ inf}}$, indica uma

intensificação da formação de austenita a partir da decomposição da ferrita; e a retomada do comportamento linear, em $A_{c1\ sup}$, marca o fim da formação de austenita. Para que fossem detectadas apenas as mudanças de inclinação referentes a $A_{c1\ inf}$ e $A_{c1\ sup}$, a microestrutura das amostras deveria ser composta exclusivamente pelas fases estáveis (ferrita e grafita), uma vez que a presença de cementita resulta em transformações associadas ao eutetoide metaestável^{59,60}.

Nas curvas de resfriamento das Figuras 5.8 (b) e 5.8 (d), observa-se o fenômeno de contração térmica até a temperatura $A_{r1\ sup}$ (temperatura crítica superior do campo trifásico no resfriamento), na qual tem início um processo de dilatação. Com a continuidade do resfriamento, na curva da Figura 5.8 (b), a dilatação prossegue até alcançar a temperatura $A_{r1\ inf}$ (temperatura crítica inferior do campo trifásico no resfriamento), na qual o material volta a sofrer contração. A partir daí, a curva passa a apresentar um comportamento linear, que se mantém até a temperatura de 660 °C.

A mudança de inclinação em $A_{r1\ sup}$ caracteriza-se como o início da formação de ferrita a partir da decomposição da austenita, e a retomada do comportamento linear, em $A_{r1\ inf}$, configura-se como o fim da formação de ferrita. Na curva da Figura 5.8 (d), observa-se uma mudança de inclinação em $T_{rp\ sup}$, entre as temperaturas $A_{r1\ inf}$ e $A_{r1\ sup}$. Essa mudança foi interpretada como o início da formação de perlita a partir da decomposição da austenita. Posteriormente, avaliou-se a microestrutura das amostras em microscópio óptico, e a presença de colônias de perlita foi detectada apenas na amostra submetida ao ciclo de resfriamento da Figura 5.8 (d), com uma distribuição visualmente similar à da Figura 5.4 (e).

Para fins de comparação, os valores das temperaturas críticas determinados por meio de simulação termodinâmica e dilatometria foram listados na Tabela 5.3. Nota-se que nos ciclos de aquecimento as temperaturas críticas apresentaram valores mais elevados que os da condição de equilíbrio, enquanto nos ciclos de resfriamento os seus valores foram mais baixos. Além disso, a elevação das taxas de aquecimento e resfriamento de 3 °C/min para 12 °C/min resultou em valores mais elevados para as temperaturas críticas no aquecimento e valores mais baixos no resfriamento.

Os valores das temperaturas críticas determinados por dilatometria diferiram dos resultantes da simulação termodinâmica por influência das questões cinéticas que governam as transformações de fase envolvidas. Fora da condição de equilíbrio, a nucleação e o crescimento dos grãos de austenita ocorrem com o auxílio de uma força motriz fornecida por um superaquecimento. No caso dos grãos de ferrita, a força

motriz é fornecida por um super-resfriamento. Por isso, sob aquecimento contínuo as transformações ocorrem em temperaturas mais elevadas, enquanto sob resfriamento contínuo elas ocorrem em temperaturas mais baixas.

Tabela 5.3 – Valores de $A_{1\text{ inf}}$ e $A_{1\text{ sup}}$ determinados para a condição de equilíbrio por meio de simulação termodinâmica no *software* Thermo-Calc, e valores médios obtidos por meio de dilatométrica em ciclos de aquecimento e resfriamento realizados às taxas de 3 e 12 °C/min.

Temperaturas críticas	Thermo-Calc	Dilatometria			
	Equilíbrio	Aq. 3 °C/min	Resf. 3 °C/min	Aq. 12 °C/min	Resf. 12 °C/min
$A_{1\text{ inf}}^{(A,B)}$	794	807 ± 2,0	733 ± 4,0	836 ± 2,1	698 ± 1,0
$A_{1\text{ sup}}^{(A,B)}$	825	866 ± 0,6	803 ± 1,7	895 ± 1,0	778 ± 1,0

(A) $A_{c1\text{ inf}}$ e $A_{c1\text{ sup}}$ para as condições de aquecimento.

(B) $A_{r1\text{ inf}}$ e $A_{r1\text{ sup}}$ para as condições de resfriamento.

Fonte: O autor.

A partir desses resultados, foram definidas as temperaturas de 900 e 810 °C para os ciclos de austenitização e recozimento intercrítico, respectivamente, e as taxas de 10 °C/min para o aquecimento até a temperatura de austenitização e 3 °C/min para o resfriamento até a temperatura de recozimento intercrítico. A temperatura de 810 °C foi selecionada para o recozimento intercrítico por ser a temperatura média entre $A_{1\text{ inf}}$ e $A_{1\text{ sup}}$. Conforme observado no gráfico da Figura 5.7, nessa temperatura, ao atingir a condição de equilíbrio termodinâmico, a microestrutura do FUCO FE 45015 é composta por aproximadamente 45% de ferrita proeutetoide, 45% de austenita e 10% de grafita, o que equivale a uma matriz metálica formada por 50% de ferrita proeutetoide e 50% de austenita.

5.3 CINÉTICA DE FORMAÇÃO DE FERRITA PROEUTETOIDE

A cinética de formação de ferrita proeutetoide foi investigada com o objetivo de definir tempos de recozimento intercrítico que resultassem em frações volumétricas percentuais de ferrita aproximadamente iguais a 10, 20 e 30%. Essa investigação foi conduzida à temperatura de 810 °C, em amostras das barras 1 e 2 do FUCO FE 45012, conforme descrito no item 4.2.5.

Os resultados de fração volumétrica percentual de ferrita proeutetoide ($\%f_{\alpha p}$) formada a 810 °C em função do tempo estão listados na Tabela 5.4. Conforme o critério descrito no item 4.2.5, adotado para quantificar as fases resultantes dos tratamentos térmicos executados, a determinação das frações volumétricas de ferrita proeutetoide foi realizada considerando as respectivas frações volumétricas de martensita ($\%f_{\alpha'}$) e desconsiderando as de grafita ($\%f_{gr}$), ou seja, $\%f_{\alpha p} + \%f_{\alpha'} = 100\%$.

Tabela 5.4 – Resultados da avaliação da cinética de formação de ferrita proeutetoide nas barras 1 e 2 do FUCO FE 45012, realizada a 810 °C. P_p: percentual de pontos incididos sobre a fase; 95% CI: intervalo de confiança; %RA: precisão relativa; $\%f_{\alpha p}$: fração vol. percentual de ferrita proeutetoide.

Tempo (min)	P _p (%)	Desvio padrão	95% CI	%RA	$\%f_{\alpha p}$ (%)
Barra 1					
10	5,7	1,6	0,7	12,9	5,7 ± 0,7
10	6,0	1,3	0,6	10,1	6,0 ± 0,6
20	11,2	1,8	0,8	7,5	11,2 ± 0,8
30	14,6	2,5	1,2	7,9	14,6 ± 1,2
35	15,0	2,5	1,2	7,8	15,0 ± 1,2
50	20,4	2,8	1,3	6,4	20,4 ± 1,3
60	22,5	2,7	1,3	5,6	22,5 ± 1,3
60	23,7	2,4	1,1	4,7	23,7 ± 1,1
75	33,5	2,6	1,2	3,6	33,5 ± 1,2
90	31,6	2,7	1,3	4,0	31,6 ± 1,3
Barra 2					
10	7,5	1,9	0,9	12,0	7,5 ± 0,9
10	10,0	2,5	1,1	11,4	10,0 ± 1,1
20	14,8	2,4	1,1	7,6	14,8 ± 1,1
20	16,5	2,6	1,2	7,4	16,5 ± 1,2
30	19,7	3,4	1,6	8,0	19,7 ± 1,6
30	25,4	3,7	1,8	6,9	25,4 ± 1,8
50	29,9	3,7	1,7	5,8	29,9 ± 1,7
50	33,4	3,2	1,5	4,4	33,4 ± 1,5
80	49,4	3,8	1,8	3,6	49,4 ± 1,8
80	54,2	3,4	1,6	2,9	54,2 ± 1,6

Fonte: o autor.

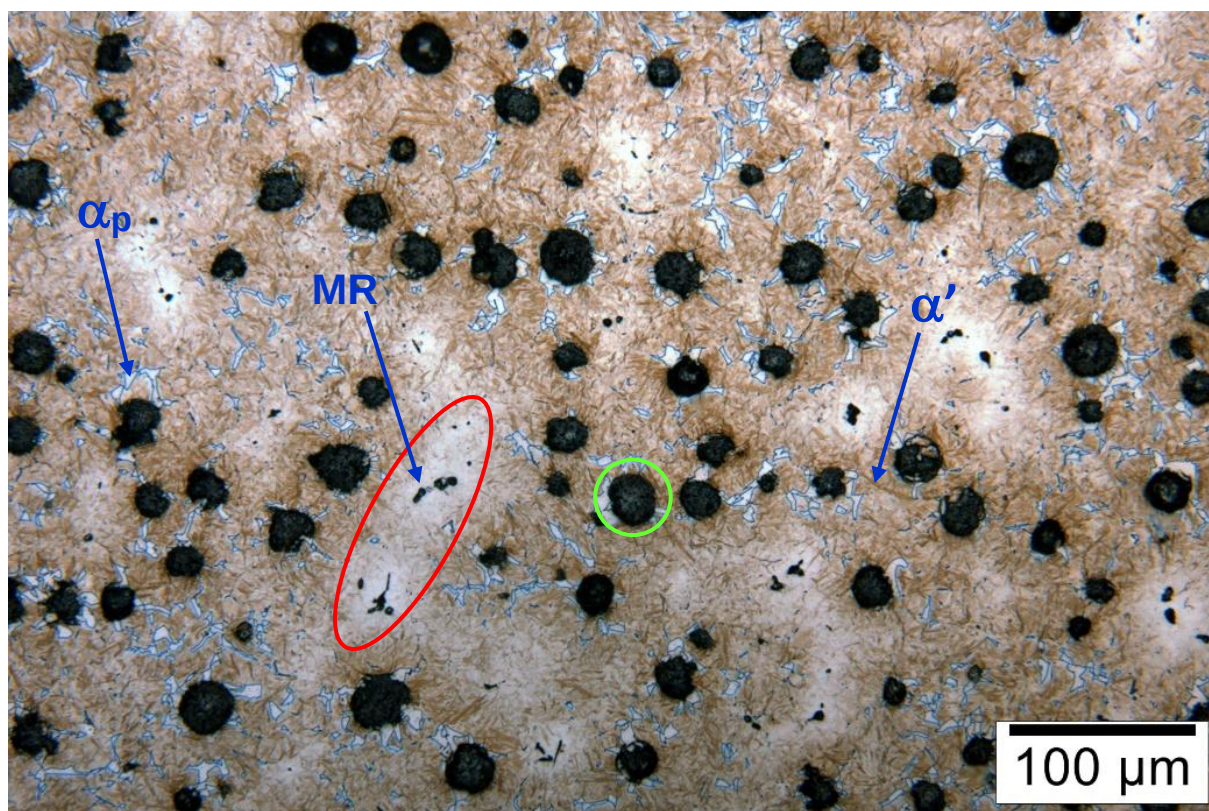
Ao se analisar os resultados da Tabela 5.4, observa-se que a fração volumétrica de ferrita proeutetoide formada a 810 °C nas amostras da barra 1 variou de 5,7 a 33,5% no intervalo de 10 a 90 min. Em contraste, nas amostras da barra 2, essa variação foi de 7,5 a 54,2% no intervalo de 10 a 80 min. Ou seja, a cinética de formação de ferrita proeutetoide foi mais acelerada nas amostras da barra 2 do que nas da barra 1, pois essas amostras apresentaram frações volumétricas maiores em tempos de recozimento semelhantes. Frações superiores a 30% foram atingidas nas amostras da barra 2 já aos 50 min, enquanto nas da barra 1 elas foram alcançadas somente após 75 min.

Embora as barras 1 e 2 tenham sido fabricadas com o mesmo material e na mesma corrida de produção, existem heterogeneidades microestruturais que ocorrem ao longo do comprimento dos perfis e que são inerentes ao processo de fundição contínua, assim como aquelas detectadas ao longo do diâmetro, descritas no item 5.1. Variações na velocidade de tracionamento resultam em diferentes taxas de resfriamento ao longo do comprimento dos perfis. Tractionamentos mais lentos, por exemplo, aumentam o tempo de contato dos perfis com a coquilha de grafite, resultando em maiores taxas de extração de calor. Isso resulta em microestruturas mais refinadas, pois maiores taxas de nucleação e crescimento são alcançadas durante a solidificação e as transformações de fase no estado sólido^{7,56,60}.

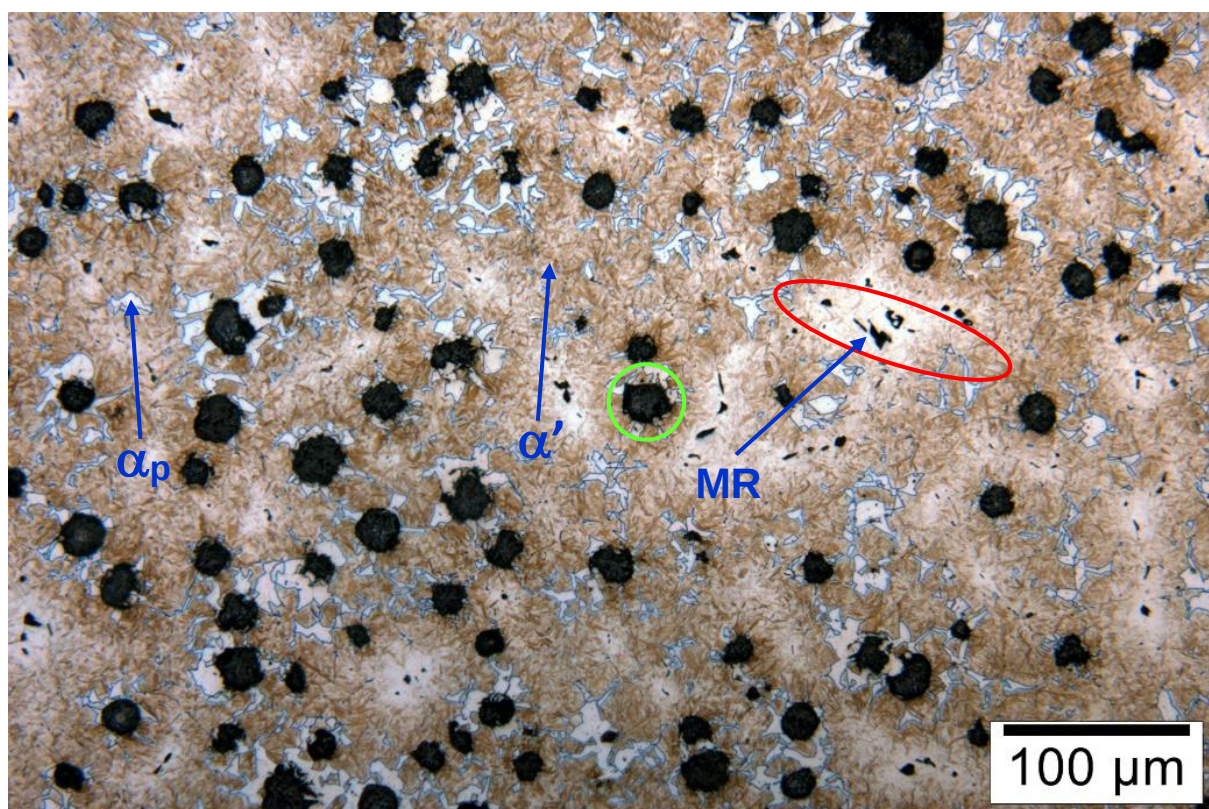
Se durante o processo de fabricação ocorrerem variações na velocidade de tracionamento dos perfis, haverá diferenças microestruturais tanto entre perfis fabricados em uma mesma corrida quanto ao longo do comprimento de cada perfil. Perfis com microestrutura bruta de solidificação refinada possuem mais sítios disponíveis para a nucleação de pequenos grãos de austenita, que subdividem as células de solidificação durante a austenitização. Durante o recozimento intercrítico, a nucleação heterogênea de ferrita proeutetoide ocorre tanto nos contornos de grão da austenita quanto nas interfaces entre austenita e grafita. Assim, perfis com microestrutura refinada apresentam cinética de formação de ferrita proeutetoide mais acelerada do que aqueles com microestrutura grosseira^{7,18,19,131}.

Microestruturas resultantes da avaliação da cinética de formação de ferrita proeutetoide a 810 °C estão ilustradas nas Figuras 5.9, 5.10 e 5.11. Em cada figura, a imagem (a) corresponde a uma amostra da barra 1, enquanto a (b) refere-se a uma amostra da barra 2. As imagens da Figura 5.9 estão relacionadas ao recozimento de 10 min, as da Figura 5.10 ao de 30 min e as da Figura 5.11 aos de 75 e 80 min.

Figura 5.9 – Microestruturas do FUCO FE 45012 resultantes da avaliação da cinética de formação de ferrita proeutetoide, recozidas a 810 °C por 10 min. (a) Amostra da barra 1; (b) amostra da barra 2. Os detalhes destacados pelas setas, elipses e círculos, nestas imagens e nas das Figuras 5.10 e 5.11, estão descritos no texto a seguir.



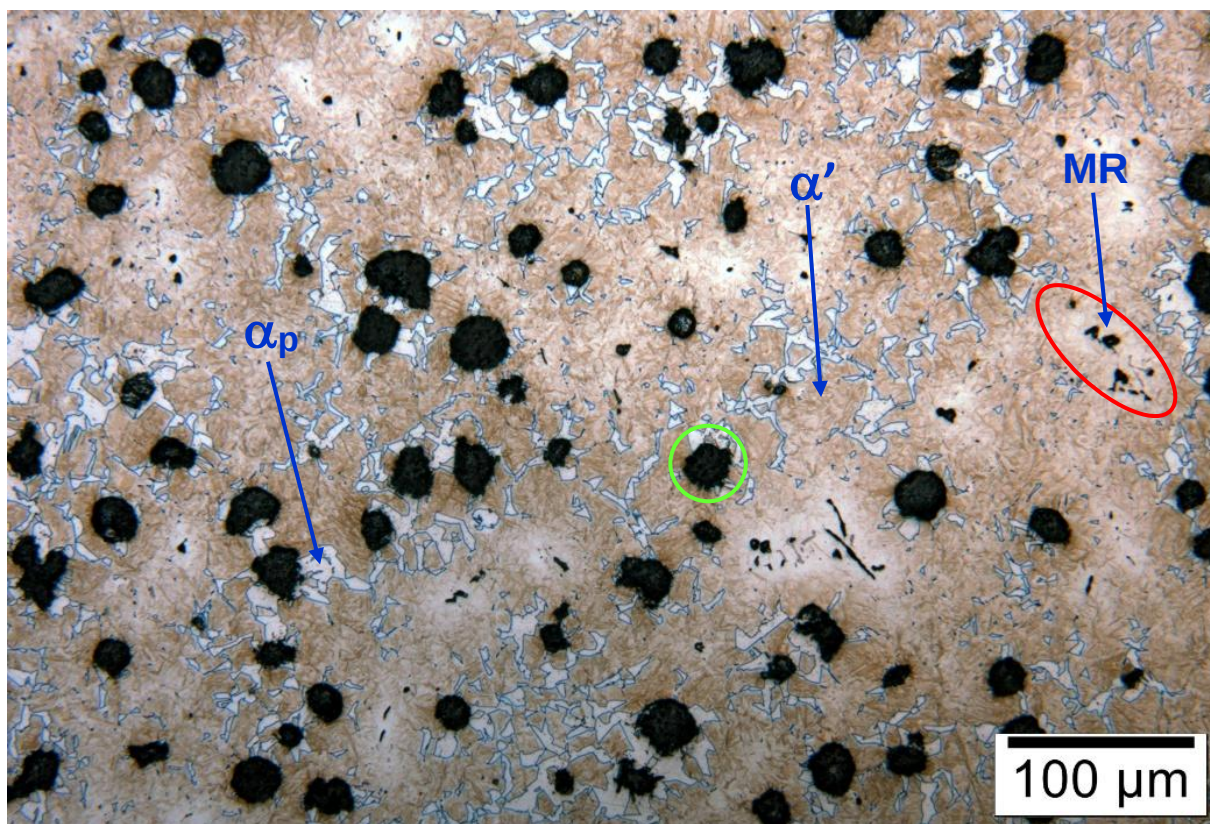
(a)



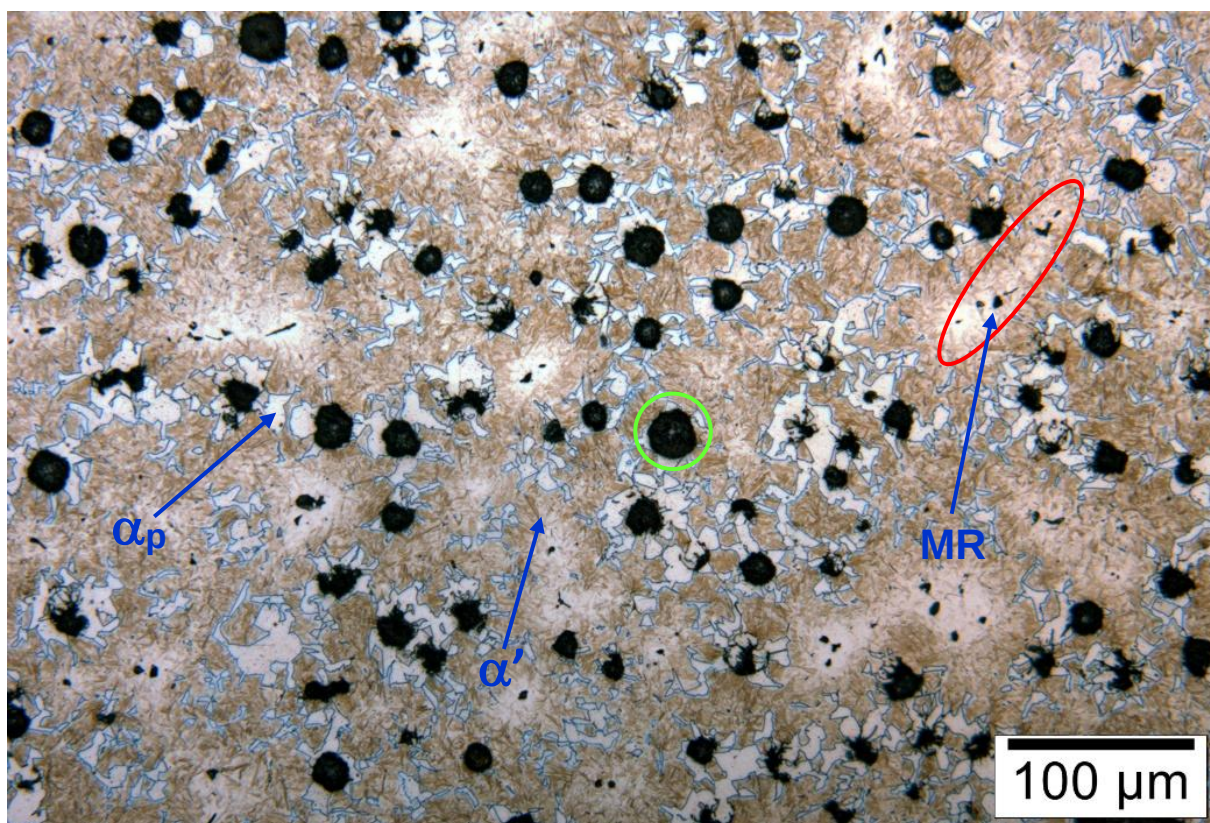
(b)

Fonte: o autor.

Figura 5.10 – Microestruturas do FUCO FE 45012 resultantes da avaliação da cinética de formação de ferrita proeutetoide, recozidas a 810 °C por 30 min. (a) Amostra da barra 1; (b) amostra da barra 2.



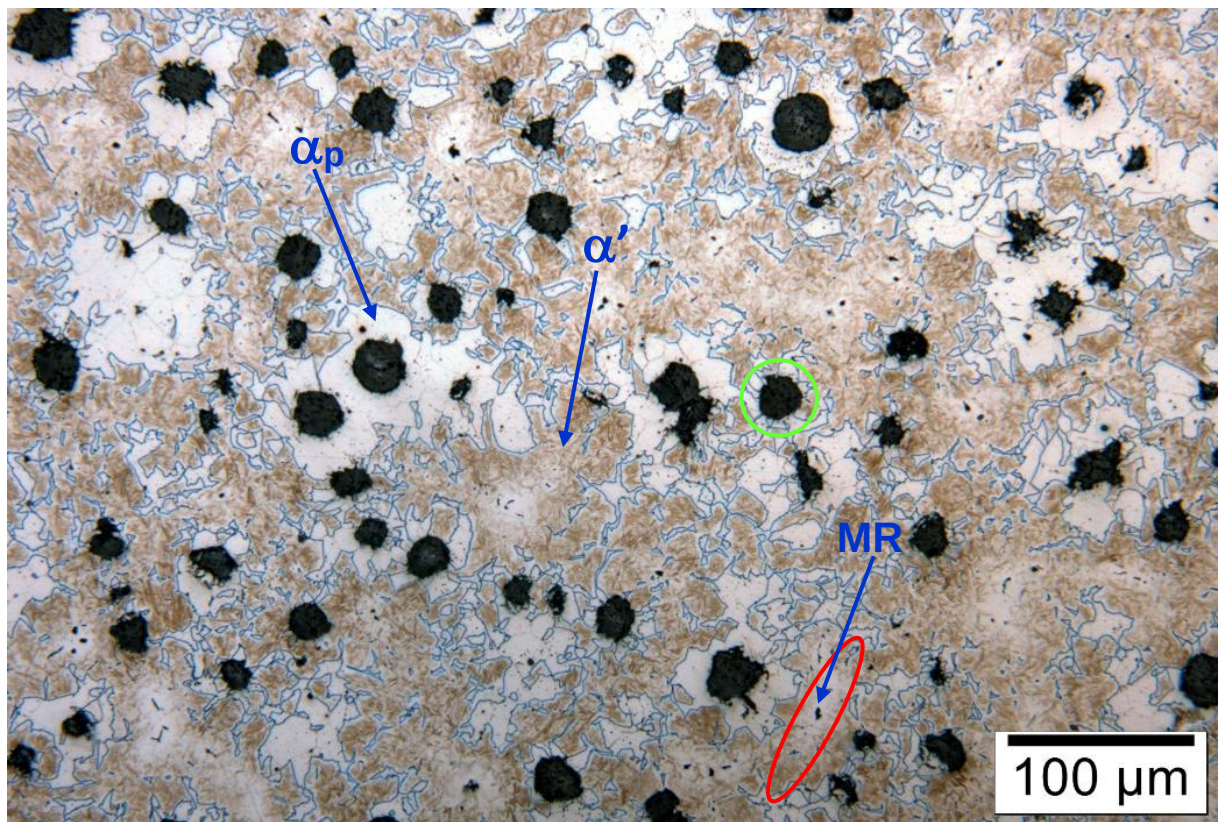
(a)



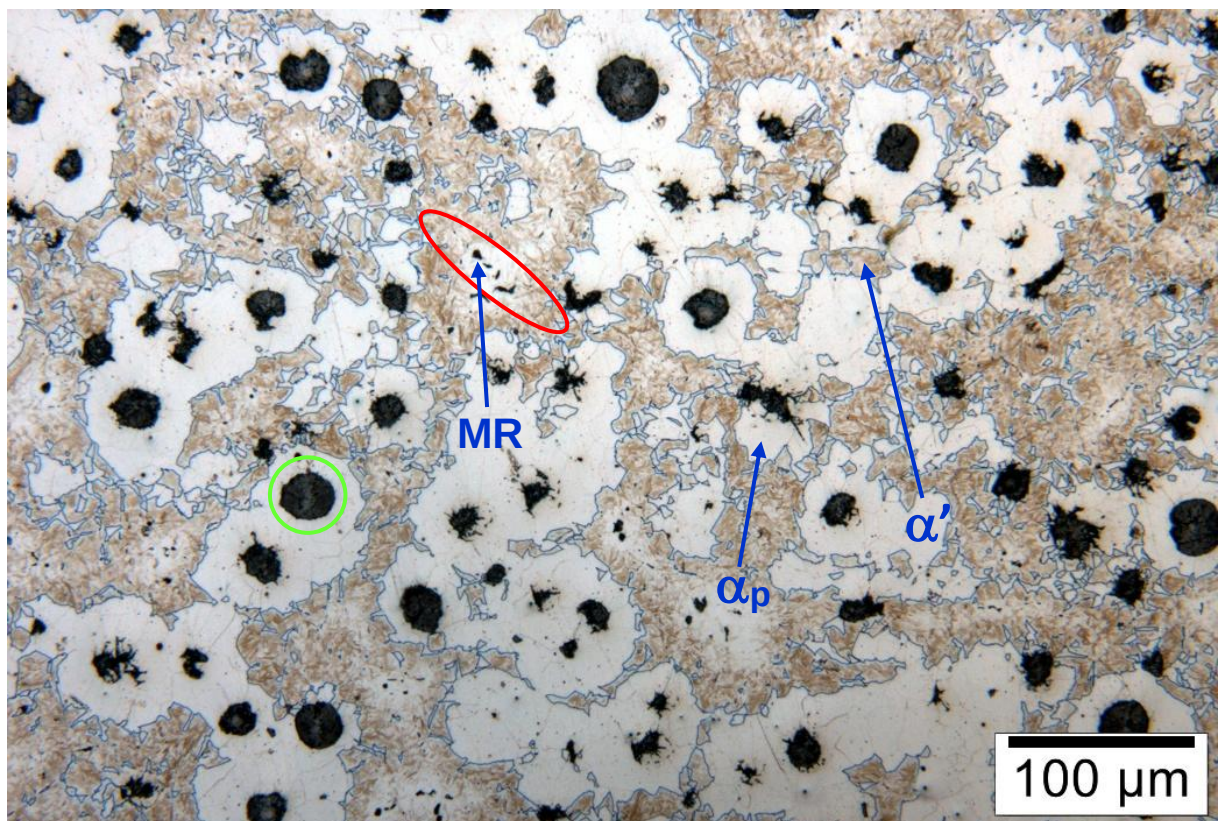
(b)

Fonte: o autor.

Figura 5.11 – Microestruturas do FUCO FE 45012 resultantes da avaliação da cinética de formação de ferrita proeutetoide. (a) Amostra da barra 1, recozida a 810 °C por 75 min; (b) amostra da barra 2, recozida a 810 °C por 80 min.



(a)



(b)

Fonte: o autor.

As microestruturas apresentadas nas Figuras 5.9, 5.10 e 5.11 são constituídas por ferrita proeutetoide (α_p), martensita (α') e grafita (destacada pelos círculos em verde), com interfaces bem definidas entre ferrita proeutetoide e martensita. Elas foram reveladas com pré-ataque em solução de nital 2% por 5 s, seguido de ataque em solução de metabissulfito de sódio 1% por 60 s. A ferrita proeutetoide, formada durante o recozimento intercrítico, aparece nas imagens com coloração branca; a martensita, formada na têmpera, apresenta coloração marrom; e a grafita, presente na microestrutura desde o processo de solidificação, aparece na forma de nódulos com coloração preta.

As regiões com tonalidade mais clara em meio à martensita correspondem aos contornos de célula de solidificação (elipses em vermelho), que são as últimas a solidificar e a sofrer transformação durante a decomposição da austenita. A austenita dos contornos de célula de solidificação apresenta cinética de decomposição mais lenta porque a microsegregação de manganês durante a solidificação a torna mais estável que a austenita do interior das células^{37,67,69,96}. Nessas regiões, é possível observar a presença de microrrechupes (MR), assim como foram observados nas microestruturas apresentadas nas imagens (a), (b), (c) e (d) da Figura 5.1.

Nas imagens (a) e (b) da Figura 5.9, observa-se que a nucleação dos grãos de ferrita proeutetoide teve início tanto ao redor dos nódulos de grafita quanto nas regiões entre os nódulos. A nucleação ao redor dos nódulos ocorreu nas interfaces entre austenita e grafita, enquanto na região entre os nódulos, ela se deu ao longo dos contornos de grão da austenita. No intervalo de 10 min de recozimento, a nucleação e o crescimento dos grãos de ferrita foram maiores na amostra da barra 2 do que na da barra 1, principalmente ao redor dos nódulos de grafita.

Com o avanço do tempo de recozimento até 75 e 80 min, a formação de ferrita proeutetoide prosseguiu, consumindo a austenita remanescente nas regiões entre os nódulos de grafita, em meio aos grãos de ferrita formados no início da transformação, e ao redor dos nódulos, conforme observado ao comparar as imagens das Figuras 5.10 e 5.11. Na micrografia apresentada na Figura 5.11 (b), observa-se que, com o avanço da transformação, grãos poligonais de ferrita proeutetoide envolveram os nódulos de grafita, de forma similar à microestrutura tipo “olho de boi”, composta por ferrita e perlita. Analisando a morfologia e a distribuição de ferrita proeutetoide ilustradas na imagem (a) da Figura 5.11, conclui-se que a continuidade da transformação na amostra da barra 1, com tempos de recozimento superiores a

75 min, resultaria em uma distribuição semelhante à observada na amostra da barra 2, recozida por 80 min.

Evidentemente, nas microestruturas apresentadas nas Figuras 5.9, 5.10 e 5.11, não se obteve a fina e contínua rede de grãos alotriomórficos de ferrita proeutetoide ao longo dos contornos austeníticos, conforme observado na microestrutura obtida por Basso *et al.*¹⁸, reproduzida na Figura 3.6 (b). Isso se deve aos teores dos elementos de liga presentes no FUCO FE 45012. O ferro nodular referente à microestrutura obtida por Basso *et al.*¹⁸ continha 2,80% de silício, 0,80% de manganês e 0,98% de cobre, enquanto o ferro nodular utilizado neste trabalho contém 2,62% de silício, 0,17% de manganês e 0,04% de cobre, conforme os dados apresentados na Tabela 4.1.

Em seu trabalho, Basso *et al.*¹⁸ demonstraram que a morfologia da ferrita proeutetoide é influenciada pela composição química da liga. Em ferros nodulares com baixos teores de elementos de liga, a ferrita nucleia e cresce com morfologia equiaxial ao redor dos nódulos de grafita. Em contraste, quando os teores dos elementos de liga são aumentados, a ferrita passa a nuclear e crescer preferencialmente nos contornos de grão da austenita, formando a rede contínua. Segundo os autores, as mudanças que ocorrem na distribuição e na morfologia da ferrita proeutetoide, em função da composição química da liga, resultam de alterações no caminho de difusão dos átomos de carbono em direção aos nódulos de grafita, que atuam como sumidouros de carbono durante a decomposição da austenita em ferrita¹⁸.

Quando o material possui baixos teores de elementos de liga, a difusão dos átomos de carbono em direção aos nódulos de grafita ocorre preferencialmente através da rede cristalina do ferro, por ser o caminho de difusão mais curto. Esse caminho de difusão favorece a formação de ferrita proeutetoide ao redor dos nódulos. À medida que os teores de elementos de liga substitucionais aumentam, a difusão dos átomos de carbono através da rede cristalina é dificultada. Assim, os contornos de grão da austenita passam a atuar como caminhos preferenciais para a difusão do carbono, além de se tornarem locais preferenciais para a nucleação heterogênea de ferrita proeutetoide. Desse modo, a nucleação e o crescimento de ferrita passam a ocorrer preferencialmente nos contornos de grão da austenita, em vez de nas interfaces entre austenita e grafita¹⁸.

A partição de elementos de liga entre as fases, e os seus respectivos efeitos na formação e na estabilização de cada fase, também devem ser considerados.

Durante a solidificação, o silício é segregado para as regiões mais próximas aos nódulos, enquanto o manganês é segregado para as últimas regiões a solidificarem, os contornos de células de solidificação. Após a solidificação, a redução de temperatura resulta na diminuição da solubilidade do carbono na austenita, o qual se difunde em direção aos nódulos de grafita e se deposita sobre eles. Desse modo, a austenita adjacente à grafita apresenta menores teores de carbono e manganês e maior teor de silício^{17,60,64}. Isso favorece a nucleação de ferrita em vários locais ao longo da superfície dos nódulos, nas interfaces austenita/grafita, nos estágios iniciais do recozimento intercrítico. Com o avanço do tempo de recozimento, essa ferrita cresce e envolve os nódulos de grafita, conforme observado na sequência de micrografias apresentadas nas Figuras 5.9, 5.10 e 5.11.

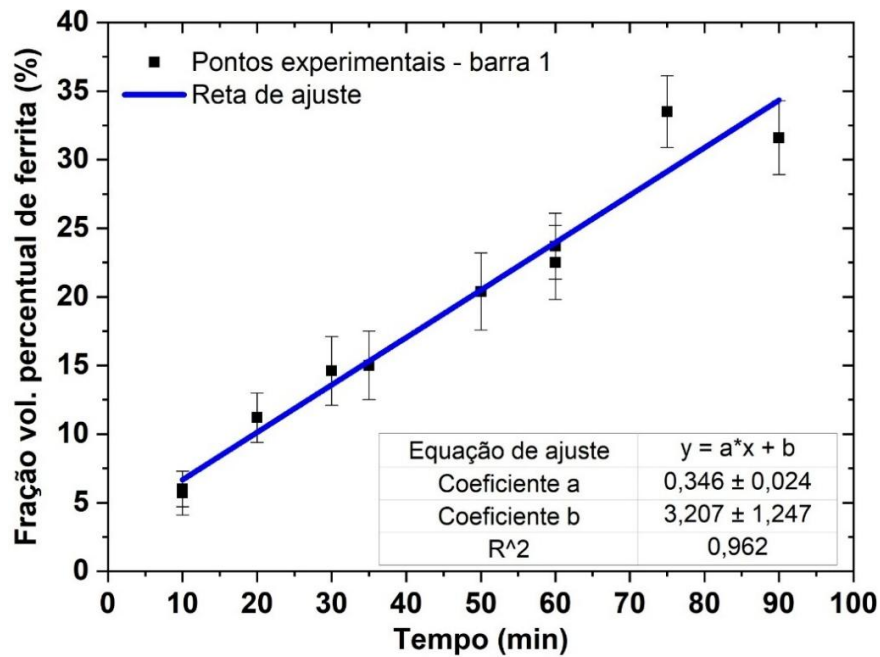
Em contraste, em uma liga contendo cobre, como a utilizada por Basso *et al.*¹⁸, a formação de invólucros de ferrita ao redor dos nódulos de grafita é restringida. Durante a solidificação, o cobre é segregado para as interfaces austenita/grafita, formando uma barreira física ao redor dos nódulos, o que dificulta o ancoramento de carbono à grafita. Como consequência, a austenita próxima aos nódulos apresenta um teor de carbono mais elevado que o da austenita de uma liga isenta de cobre, o que limita a nucleação e o crescimento de grãos de ferrita nessas regiões. Esse fenômeno resulta no efeito perlitizante apresentado pelo cobre (e pelo estanho)^{2,60,132}.

O manganês também interfere na nucleação e no crescimento da ferrita ao redor dos nódulos de grafita. Durante a formação de ferrita, ele particiona para a austenita, enquanto o silício particiona para a ferrita⁶⁰. Em uma liga com maior teor de manganês, o percentual desse elemento particionado para a austenita é maior. Isso promove a estabilização da austenita adjacente à ferrita nucleada nas interfaces austenita/grafita, o que dificulta a nucleação de novos grãos de ferrita e o crescimento dos nucleados previamente. Como resultado, os nódulos de grafita não ficam envolvidos por grãos poligonais de ferrita.

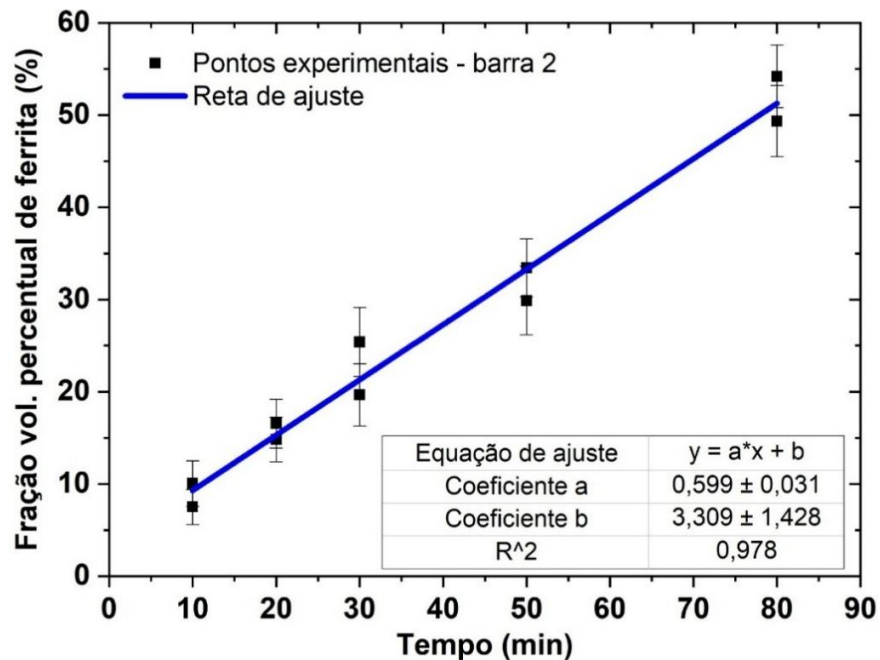
Para a definição dos tempos de recozimento intercrítico que resultassem em frações volumétricas de ferrita proeutetoide aproximadamente iguais a 10, 20 e 30%, modelou-se a cinética de formação dessa fase a 810 °C por meio de regressão linear simples. As regressões foram realizadas a partir dos resultados listados na Tabela 5.4, para as barras 1 e 2. A significância estatística das regressões foi verificada por meio do teste F de Snedecor, enquanto os coeficientes das equações de ajuste foram analisados por meio teste t de Student. Tanto as regressões quanto

os coeficientes das equações de ajuste foram aprovados nos testes mencionados, com um nível de confiança de 95%. Os gráficos da fração volumétrica percentual de ferrita proeutetoide em função do tempo de recozimento intercrítico a 810 °C, para as barras 1 e 2, estão apresentados na Figura 5.12.

Figura 5.12 – Gráficos de fração volumétrica percentual de ferrita proeutetóide em função do tempo de recozimento intercrítico a 810 °C. (a) Ajuste dos dados para a barra 1; (b) ajuste dos dados para a barra 2. Os pontos experimentais representam os valores medidos, enquanto as retas de ajuste correspondem aos valores previstos pelos modelos, obtidos por meio de regressão linear simples.



(a)



(b)

Fonte: o autor.

As evoluções das transformações de fase em função do tempo geralmente não são ajustadas por modelos lineares. Nesse contexto, testaram-se ajustes dos dados experimentais com os modelos quadrático, exponencial e sigmoidal. Embora alguns desses modelos tenham apresentado coeficientes de determinação (R^2) superiores ao ajuste linear e as significâncias estatísticas das regressões tenham sido aprovadas no teste F de Snedecor, em nenhum deles as significâncias dos coeficientes das equações foram aprovadas no teste t de Student. Ou seja, os valores de erro padrão nesses modelos superaram os respectivos coeficientes das equações. Diante disso, optou-se pelo modelo de regressão linear para esses conjuntos de dados experimentais.

O ajuste dos dados de fração volumétrica percentual de ferrita proeutetoide ($\%f_{ap}$) em função do tempo (t) de recozimento a 810 °C, para as amostras da barra 1, está representado na Equação 5.1, na qual t é expresso em min.

$$\%f_{ap} = 0,346 \cdot t + 3,207 \quad (5.1)$$

A partir do valor do coeficiente angular (coeficiente a) da Equação 5.1, observa-se que a formação de ferrita proeutetoide nas amostras da barra 1 ocorreu a uma taxa de 0,346%/min. A partir do coeficiente linear (coeficiente b), é possível deduzir que no início do patamar de recozimento intercrítico (t = 0 min), já havia na microestrutura das amostras uma fração volumétrica de ferrita proeutetoide de $3,2 \pm 1,2\%$, o que indica que a formação dessa fase começou antes de se atingir a temperatura de 810 °C.

Esse fato contrasta com o valor de $A_{r1 \text{ sup}}$, determinado no resfriamento à taxa de 3 °C/min, conforme listado na Tabela 5.3. Considerando que a temperatura crítica foi de 803 °C, a formação de ferrita proeutetoide não deveria ocorrer durante o resfriamento até atingir 810 °C. No entanto, levando em conta a precisão das técnicas empregadas, os desvios padrão das medições e o valor estimado da fração volumétrica de ferrita proeutetoide para o tempo zero, entende-se que a diferença entre esses resultados se encontra dentro da margem de erro das medidas.

O ajuste dos dados de fração volumétrica percentual de ferrita proeutetoide em função do tempo de recozimento a 810 °C, para as amostras da barra 2, está representado na Equação 5.2.

$$\%f_{\alpha p} = 0,599 \cdot t + 3,309 \quad (5.2)$$

A partir do valor do coeficiente angular da Equação 5.2, verifica-se que a formação de ferrita proeutetoide nas amostras da barra 2 ocorreu a uma taxa de 0,599%/min. A partir do coeficiente linear, é possível inferir que no início do patamar de recozimento intercrítico, já havia $3,3 \pm 1,4\%$ de ferrita proeutetoide na microestrutura das amostras, o que indica que a formação dessa fase no material da barra 2 também teve início antes de se atingir a temperatura de 810 °C.

Como a taxa de formação de ferrita proeutetoide nas amostras da barra 2 (0,599%/min) foi 73% maior que a das amostras da barra 1 (0,346%/min), confirma-se o que foi observado nos resultados da Tabela 5.4 e nas micrografias das Figuras 5.9, 5.10 e 5.11: a cinética de formação de ferrita proeutetoide no material da barra 2 foi mais acelerada do que no material da barra 1.

Para os ciclos de dilatométrica de têmpera, os tempos de recozimento intercrítico de 20, 50 e 80 min foram definidos utilizando a Equação 5.1, uma vez que os corpos de prova desse ensaio foram fabricados com o material da barra 1. No caso dos ciclos dos tratamentos térmicos projetados, os tempos de recozimento de 10, 30 e 50 min foram determinados por meio da Equação 5.2, pois os corpos de prova utilizados nas caracterizações microestruturais e nos ensaios mecânicos foram produzidos com o material da barra 2.

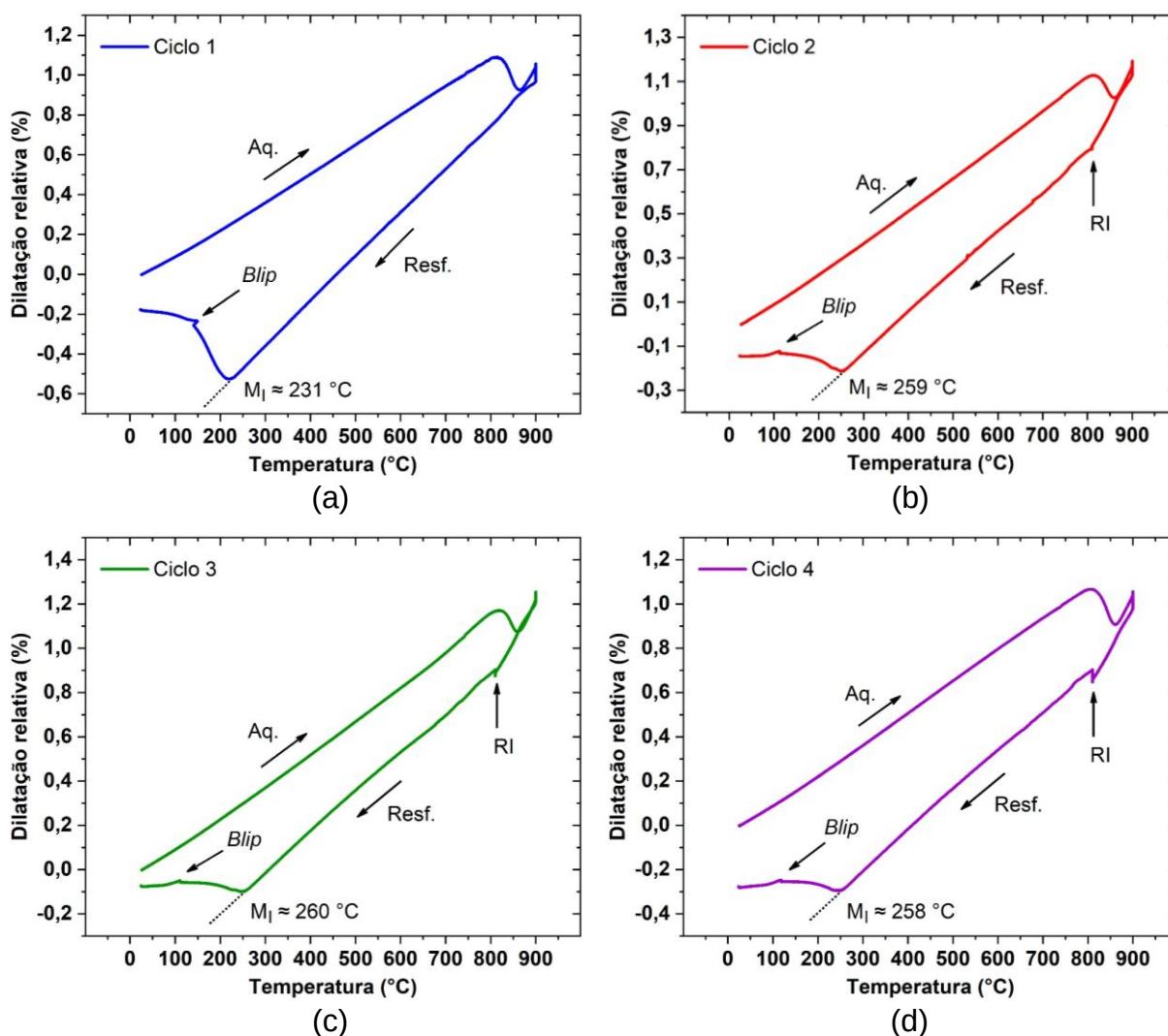
5.4 CINÉTICA DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA

Conforme descrito no item 4.2.6, a cinética da transformação martensítica em corpos de prova da barra 1 do FUCO FE 45012 foi avaliada por meio de ensaios de dilatométrica de têmpera executados em quatro ciclos térmicos distintos. As curvas completas de dilatação relativa (%) em função da temperatura (°C) referentes a esses ciclos estão apresentadas na Figura 5.13.

Em todas as curvas, a contração observada durante a etapa de aquecimento representa a formação de austenita no intervalo entre as temperaturas $A_{c1 \text{ inf}}$ e $A_{c1 \text{ sup}}$, conforme discutido no item 5.2 e ilustrado nos gráficos (a) e (c) da Figura 5.8. A dilatação verificada durante o resfriamento, a partir da temperatura M_I , corresponde ao início da transformação martensítica, enquanto a breve dilatação identificada nos gráficos (b), (c) e (d), na temperatura de 810 °C, refere-se à formação de ferrita proeutetoide durante a etapa de recozimento intercrítico (RI) dos ciclos 2, 3 e 4.

Em todos os gráficos da Figura 5.13, no segmento referente à transformação martensítica, foi identificado um *blip* (ruído, oscilação ou flutuação) na curva de dilatação relativa. Esse *blip* não está associado a uma transformação de fase e geralmente é causado por alterações súbitas na vazão do fluxo de gás, resultantes de mudanças automáticas das válvulas de fluxo baixo para fluxo alto durante o resfriamento de têmpera¹³³.

Figura 5.13 – Curvas de dilatação relativa (%) em função da temperatura (°C), construídas a partir dos dados dos ensaios de dilatométrica de têmpera. (a) Ciclo 1; (b) ciclo 2; (c) ciclo 3; (d) ciclo 4. Aq.: aquecimento; Resf.: resfriamento; RI: recozimento intercrítico; M_I : temperatura de início da transformação martensítica; *Blip*: ruído, oscilação ou flutuação. A descrição de cada ciclo térmico executado encontra-se no item 4.2.6 do capítulo de Materiais e Métodos.

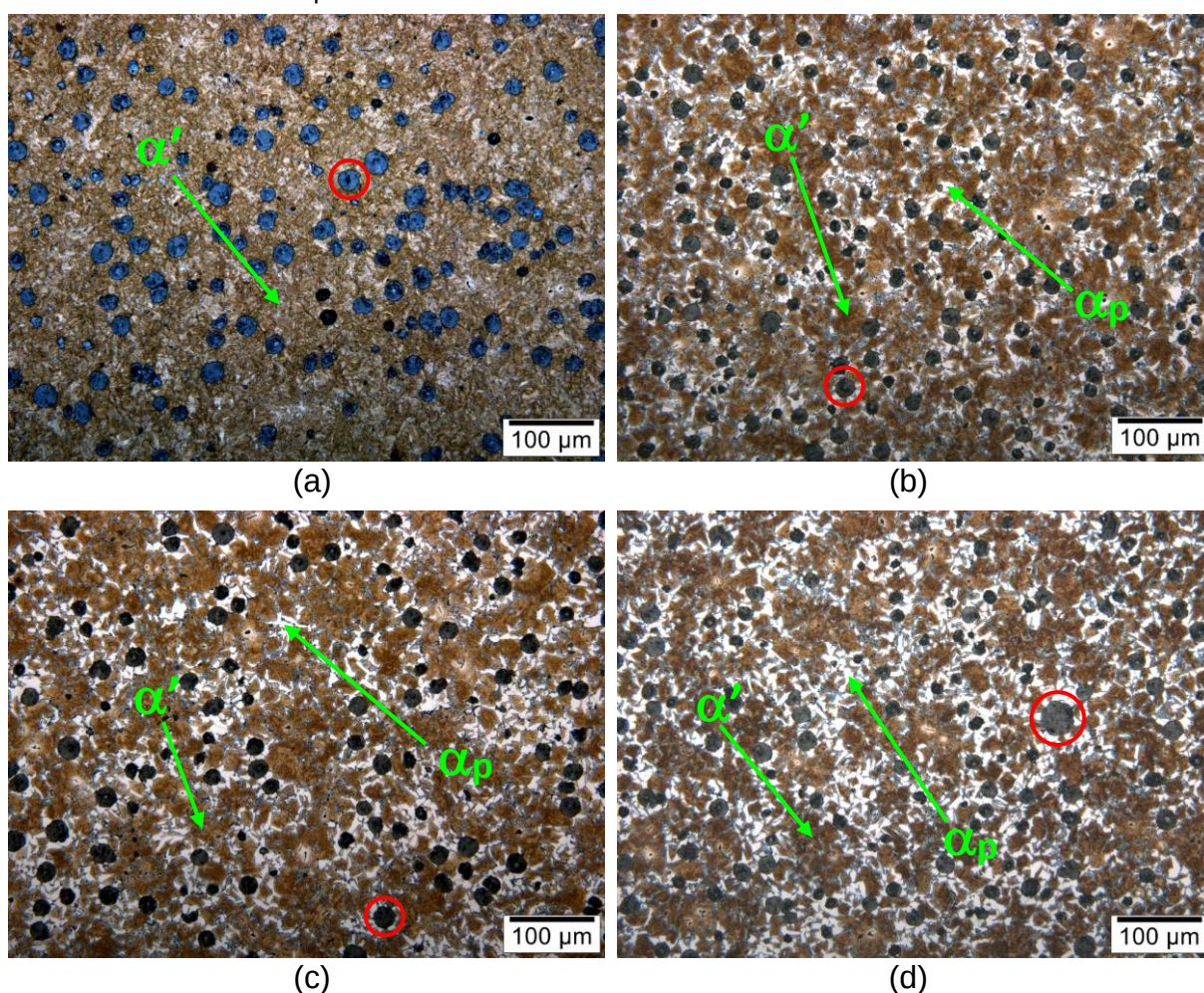


Fonte: o autor.

As microestruturas das amostras submetidas aos ensaios de dilatométrica de têmpera estão ilustradas nas imagens da Figura 5.14. Elas foram reveladas com pré-ataque em solução de nital 2% por 5 s, seguido de ataque em solução de

metabissulfito de sódio 1% por 60 s, e capturadas por meio de microscopia óptica. A microestrutura da amostra submetida ao ciclo 1 está ilustrada na Figura 5.14 (a). Ela é composta apenas por martensita (α') e grafita (destacada pelos círculos em vermelho), pois essa amostra foi temperada logo após a etapa de austenitização. As microestruturas resultantes dos ciclos 2, 3 e 4 estão ilustradas nas imagens (b), (c) e (d). Além de martensita e grafita, elas apresentam frações crescentes de ferrita proeutetoide (α_p), com uma distribuição semelhante à das microestruturas apresentadas na Figura 5.10.

Figura 5.14 – Microestruturas das amostras da barra 1 do FUCO FE 45012 submetidas aos ensaios de dilatométrica de têmpera. (a) Ciclo 1; (b) ciclo 2; (c) ciclo 3; (d) ciclo 4. Os detalhes destacados pelas setas e círculos estão descritos no texto.



Fonte: o autor.

Os resultados de fração volumétrica percentual de ferrita proeutetoide formada durante o recozimento intercrítico dos ciclos de dilatométrica de têmpera estão listados na Tabela 5.5. Esses valores foram substituídos na Equação 4.4 para definir

os parâmetros β e M_I' referentes aos ciclos 2, 3 e 4, ajustando os valores de f_t em função de T_t pelo método dos mínimos quadrados.

Observa-se que, no ciclo 2, a fração volumétrica de ferrita proeutetoide formada ficou acima do valor do esperado (>10%); no ciclo 4, ficou abaixo (>30%); enquanto no ciclo 3, ficou próxima ($\approx 20\%$). Por se tratar de um material produzido por fundição contínua, que apresenta heterogeneidades microestruturais ao longo do diâmetro e do comprimento dos perfis, conforme discutido nos itens 5.1 e 5.3, é natural que essas variações ocorram.

Tabela 5.5 – Frações volumétricas percentuais de ferrita proeutetoide formada durante o recozimento intercrítico dos ciclos de dilatométrica de têmpera. P_p : percentual de pontos incididos sobre a fase; 95% CI: intervalo de confiança; %RA: precisão relativa; $\%f_{ap}$: fração vol. percentual de ferrita proeutetoide.

Ciclo	P_p (%)	Desvio padrão	95% CI	%RA	$\%f_{ap}$ (%)
1	-	-	-	-	-
2	14,8	2,4	1,1	7,6	$14,8 \pm 1,1$
3	21,8	2,7	1,3	5,9	$21,8 \pm 1,3$
4	25,1	3,1	1,4	5,7	$25,1 \pm 1,4$

Fonte: o autor.

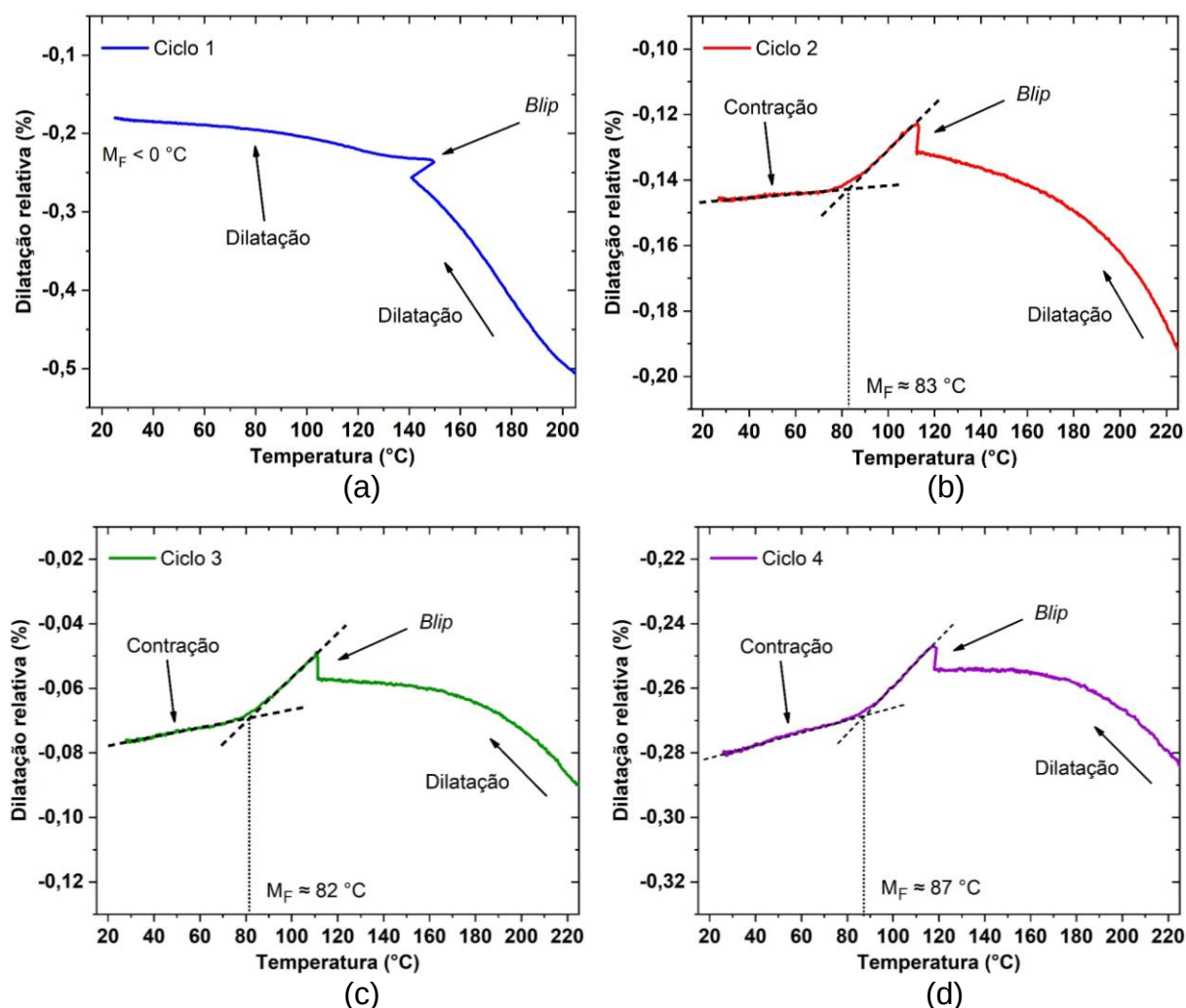
Os trechos finais das curvas de dilatométrica dos ciclos 1, 2, 3 e 4 estão ilustrados nos gráficos da Figura 5.15. Comparando-se esses gráficos, nota-se que, após o *blip*, a curva do ciclo 1 continua apresentando a dilatação associada à transformação martensítica até a temperatura ambiente. Por outro lado, as curvas dos ciclos 2, 3 e 4, após o *blip*, passam a apresentar contração, retomando o processo de recuperação da dilatação térmica.

Desse modo, o ponto de estabilização das curvas após o *blip* foi interpretado como a temperatura de fim da transformação martensítica (M_F). Esse ponto foi determinado na interseção das linhas tangentes ao trecho final do *blip* e ao segmento de contração estabilizado após o *blip*, conforme observado nas imagens (b), (c) e (d) da Figura 5.15.

Ao estudar um ferro nodular com composição química semelhante à do utilizado neste trabalho, Melado³⁵ determinou, por meio de dilatométrica de têmpera, a temperatura de $-50\text{ }^\circ\text{C}$ como M_F . Como os resfriamentos executados neste trabalho se limitaram à temperatura ambiente, no ciclo 1, a temperatura M_F não foi atingida

durante o ensaio. Desse modo, conforme descrito no item 4.2.6, para os cálculos de fração transformada de martensita, por meio da Equação 4.2, a reta de dilatação da martensita no reaquecimento foi posicionada no gráfico de dilatometria levando-se em conta a fração volumétrica de austenita retida à temperatura ambiente.

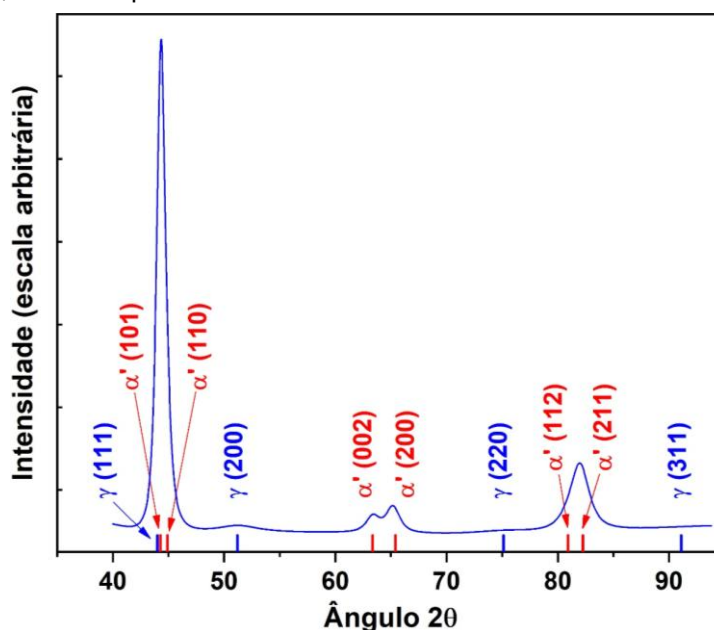
Figura 5.15 – Trechos finais das curvas de dilatação relativa (%) em função da temperatura (°C), construídas a partir dos dados dos ensaios de dilatometria de têmpera. (a) Ciclo 1; (b) ciclo 2; (c) ciclo 3; (d) ciclo 4. M_F : temperatura de fim da transformação martensítica; *Blip*: ruído, oscilação ou flutuação.



Fonte: o autor.

A fração volumétrica de austenita retida foi determinada a partir de dados obtidos por difração de raios X em uma amostra submetida à austenitização a 900°C por 120 min em forno mufla, têmpera em água até a temperatura ambiente, corte a meio comprimento e preparação metalográfica. O gráfico de difração de raios X resultante está ilustrado na Figura 5.16, no qual foram identificados picos de difração característicos da austenita (γ) e da martensita (α').

Figura 5.16 – Gráfico de difração de raios X da amostra tratada termicamente para determinar a fração volumétrica de austenita retida. γ : austenita; α' : martensita. As linhas verticais em azul e vermelho indicam a localização dos picos de difração indexados no refinamento dos dados, realizado pelo método de Rietveld^{114,115} no *software* GSAS-II¹¹⁶ ($\chi^2=1,06$)*.



Fonte: o autor.

Embora tenham sido identificados picos de difração característicos da austenita no gráfico da Figura 5.16, a fração volumétrica dessa fase não apresentou um valor significativo no refinamento dos dados pelo método de Rietveld^{114,115}, realizado no *software* GSAS-II¹¹⁶. Contudo, para um ferro nodular com composição química semelhante à do utilizado neste trabalho, Nishikawa³⁶ estimou, com base na avaliação da cinética da transformação martensítica por dilatometria de têmpera, uma fração volumétrica de aproximadamente 10% de austenita retida após têmpera direta até a temperatura ambiente.

Diante disso, um método alternativo foi adotado. Considerando que a martensita apresenta a mesma composição química da austenita que a originou, pois a transformação martensítica ocorre por um mecanismo de cisalhamento da estrutura cristalina, sem difusão, o teor de carbono da martensita ($\%C_{\alpha'}$) foi determinado a partir do valor do seu parâmetro de rede c ($c_{\alpha'}$)¹¹⁷. Com base nesse resultado, estimou-se a fração volumétrica de austenita retida.

O valor do parâmetro de rede $c_{\alpha'}$ da martensita, obtido no refinamento dos picos de difração, foi de 2,952 Å. Substituindo esse valor na Equação 4.3, estimou-se

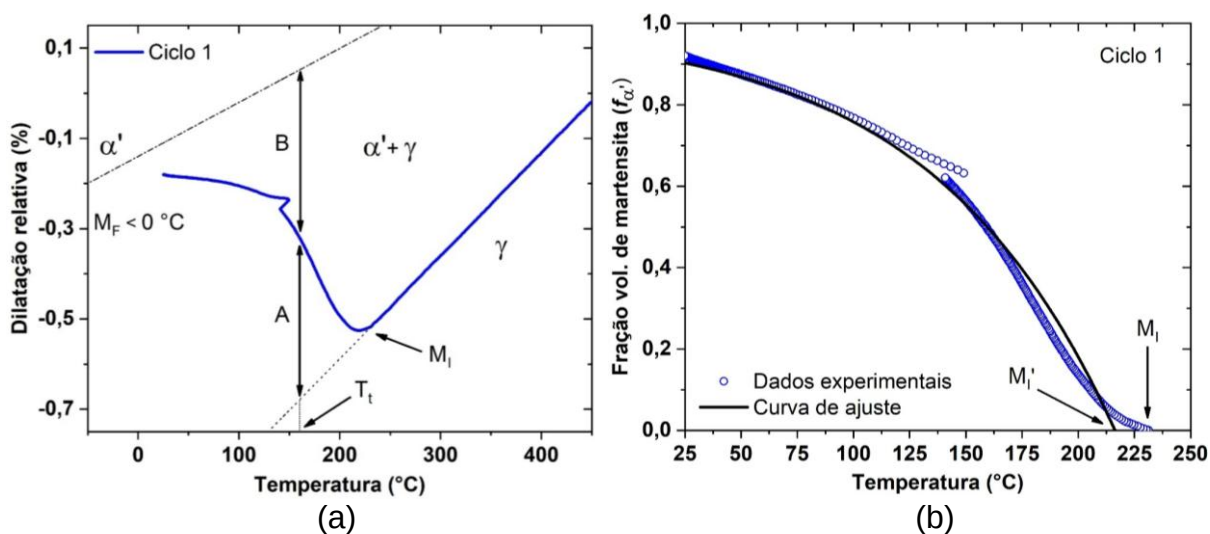
* Fator qui-quadrado: indica a qualidade do ajuste (*goodness of fit* – GOF) da curva de DRX medida em relação à curva refinada pelo método de Rietveld^{114,115}. Valores mais próximos de zero indicam maior precisão dos cálculos do refinamento.

um teor de carbono na martensita de 0,78%. Esse resultado é muito próximo do teor de carbono estimado para a austenita a 900 °C (0,81%), de acordo com simulação no Thermo-Calc que gerou a isopleta do sistema ferro-carbono-silício-manganês do ferro nodular estudado, apresentada na Figura 5.6.

Considerando o teor de carbono de 0,78%, estimou-se uma fração volumétrica de austenita retida de 7,6% com base nos resultados de Roberts¹¹⁹ e de 9,4% com base nos resultados de Marder e Krauss *apud* Krauss¹²⁰. Para os cálculos deste trabalho, foi adotado o valor médio de 8,5%. Sendo assim, a reta de dilatação da martensita no reaquecimento foi posicionada no gráfico (a) da Figura 5.17 de modo que a fração volumétrica de martensita estimada para a temperatura ambiente, a partir dos braços de alavanca A e B, resultasse em 91,5%.

Os valores de fração volumétrica de martensita em função da temperatura de têmpera no ciclo 1, calculados por meio da Equação 4.2, estão apresentados no gráfico (b) da Figura 5.17. O ajuste desses dados à Equação 4.1 pelo método dos mínimos quadrados resultou em valores de M_I' e β iguais a 216 °C e 0,0122 °C⁻¹, respectivamente. Esses resultados são próximos aos determinados por Melado³⁵ (221 °C e 0,0123 °C⁻¹) e Nishikawa³⁶ (216 °C e 0,0127 °C⁻¹) em seus respectivos trabalhos, assim como aos obtidos por van Bohemen e Sietsma¹³⁴ (218 °C e 0,0122 °C⁻¹) para um aço de baixa liga contendo 0,80% de carbono.

Figura 5.17 – (a) Curva de dilatação relativa em função da temperatura, destacando a expansão linear associada à transformação martensítica no ciclo 1 e os braços de alavanca A e B. (b) Dados experimentais e curva de ajuste da fração volumétrica de martensita formada no ciclo 1 em função da temperatura de têmpera, evidenciando a diferença entre o parâmetro teórico M_I' e a temperatura M_I .



Fonte: o autor.

Observa-se que o parâmetro teórico M_I' possui um valor inferior ao da temperatura M_I determinada experimentalmente. Essa diferença resulta da inércia para a ativação dos *bursts* de martensita na austenita. Van Bohemen e Sietsma¹³⁴ demonstraram que a magnitude dessa diferença está relacionada ao tamanho médio dos grãos da austenita. Com o aumento do tamanho de grão, M_I atinge valores mais elevados, afastando-se de M_I' ¹³⁴.

Os trechos das curvas de dilatação relativa em função da temperatura, que destacam a expansão linear associada à transformação martensítica nos ciclos 2, 3 e 4, estão reproduzidas nos gráficos (a), (c) e (e) da Figura 5.18. Em contraste com o gráfico (a) da Figura 5.17, referente ao ciclo 1, destacam-se a temperatura M_F localizada acima da ambiente, a elevação da temperatura M_I , a menor inclinação do trecho associado à transformação martensítica e a presença de ferrita proeutetoide.

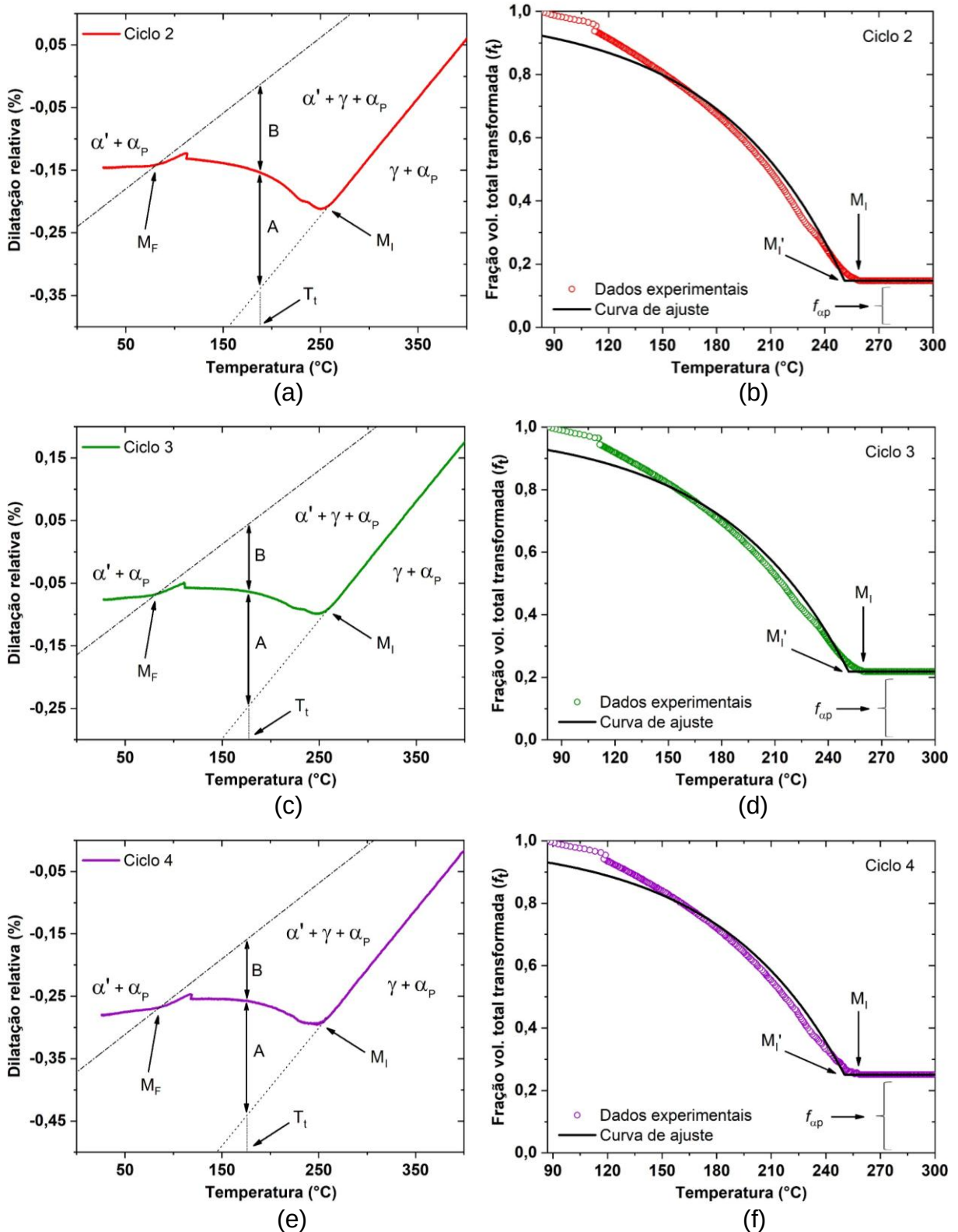
O critério adotado para definir a temperatura M_F dos ciclos 2, 3 e 4 foi apresentado na discussão dos gráficos (b), (c) e (d) da Figura 5.15. O posicionamento da reta de dilatação no reaquecimento, nos gráficos (a), (c) e (e) da Figura 5.18, foi determinado com base nessa interpretação.

A elevação da temperatura M_I está relacionada à composição química da austenita antes da têmpera. No ciclo 1, a têmpera foi realizada a partir de 900 °C, enquanto nos ciclos 2, 3 e 4 ela foi executada a partir de 810 °C. A 900 °C, o teor de carbono estimado no Thermo-Calc para a austenita foi de 0,81%, enquanto a 810 °C foi de 0,61%. A elevação da temperatura M_I foi ocasionada por essa redução do teor de carbono da austenita anterior^{94,95,112}.

A menor inclinação do trecho associado à transformação martensítica se deve à formação de ferrita proeutetoide durante o recozimento intercrítico. A fração volumétrica de ferrita formada reduz o volume de austenita disponível para se decompor em martensita. Como consequência, a dilatação linear detectada pelo dilatômetro atinge menor intensidade.

Os valores de fração volumétrica total transformada (f_t) em função da temperatura de têmpera nos ciclos 2, 3 e 4, calculados por meio da Equação 4.5, estão apresentados nos gráficos (b), (d) e (f) da Figura 5.18. Em comparação com o gráfico (b) da Figura 5.17, destacam-se as frações volumétricas crescentes de ferrita proeutetoide com o aumento do tempo de recozimento e a elevação das temperaturas M_I e M_I' . A elevação da temperatura M_I' ocorreu pelo mesmo motivo da elevação de M_I : a redução do teor de carbono da austenita anterior.

Figura 5.18 – Curvas de dilatação relativa em função da temperatura, destacando a expansão linear associada à transformação martensítica e os braços de alavanca A e B: (a) ciclo 2; (c) ciclo (3); (e) ciclo 4. Dados experimentais e curvas de ajuste da fração volumétrica total transformada em função da temperatura de têmpera, evidenciando a diferença entre o parâmetro teórico M_i' e a temperatura M_i , além da fração volumétrica de ferrita proeutetoide (f_{ap}): (b) ciclo 2; (d) ciclo (3); (f) ciclo 4.



Fonte: o autor.

Os pontos experimentais dos gráficos (b), (d) e (f) da Figura 5.18 foram ajustados à Equação 4.4 pelo método dos mínimos quadrados, considerando as frações volumétricas de ferrita proeutetoide listadas na Tabela 5.5. A partir do ajuste dos dados desses gráficos, foram obtidos os valores de M_I' e β referentes aos ciclos 2, 3 e 4. Os resultados da avaliação da cinética da transformação martensítica de todos os ciclos estão listados na Tabela 5.6.

Tabela 5.6 – Resultados da avaliação da cinética da transformação martensítica. M_I e M_F : temperaturas de início e de fim da transformação martensítica; M_I' : temperatura teórica de início da transformação; β : parâmetro relativo à taxa de transformação; R^2 : coeficiente de determinação das curvas de ajuste.

Ciclo	M_I (°C)	M_F (°C)	M_I' (°C)	β (°C ⁻¹)	R^2
1	231	< 0	216	0,0122	0,952
2	259	83	251	0,0143	0,920
3	260	82	251	0,0140	0,915
4	258	87	250	0,0146	0,914

Fonte: o autor.

Os valores de M_I' e β determinados para os ciclos 2, 3 e 4 são próximos aos encontrados por van Bohemen e Sietsma¹¹² (258 °C e 0,0146 °C⁻¹) para um aço de baixa liga contendo 0,66% de carbono. Observa-se que, nesses ciclos, a transformação martensítica iniciou antes ($M_{I'2,3,4} > M_{I'1}$) e apresentou cinética mais acelerada ($\beta_{2,3,4} > \beta_1$) em comparação ao ciclo 1. Esse comportamento está relacionado à composição química da austenita anterior. Conforme mencionado anteriormente, segundo simulação no Thermo-Calc, o teor de carbono da austenita deste ferro nodular a 900 °C é de 0,81%, enquanto a 810 °C é de 0,61%.

Van Bohemen e Sietsma^{95,112} demonstraram que a composição química da austenita influencia não apenas a temperatura de início da transformação martensítica (M_I'), mas também a sua cinética (β). Segundo os autores, o enriquecimento da austenita em carbono faz com que a transformação martensítica se inicie em temperaturas mais baixas e evolua a taxas mais reduzidas. Além disso, afirmam que o teor de carbono tem uma influência significativamente maior sobre o parâmetro cinético (β) do que os elementos de liga substitucionais^{94,95,112,134}.

Comparando os valores de M_I' e β obtidos para os ciclos 2, 3 e 4, observa-se que as diferentes frações volumétricas de ferrita proeutetoide (14,8; 21,8 e 25,1%) não

exerceram influência significativa sobre os parâmetros da transformação martensítica. Sendo assim, para a definição das temperaturas de têmpera dos tratamentos térmicos 2 ao 8, foram utilizados na Equação 4.7 os valores médios de 251 °C para M_s' e de 0,0143 °C⁻¹ para β . Para a definição da temperatura de têmpera do tratamento térmico 1, utilizaram-se na Equação 4.6 os valores obtidos para o ciclo 1, 216 °C e 0,0122 °C⁻¹, conforme apresentado no item 4.2.7.

5.5 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL APÓS TRATAMENTOS TÉRMICOS

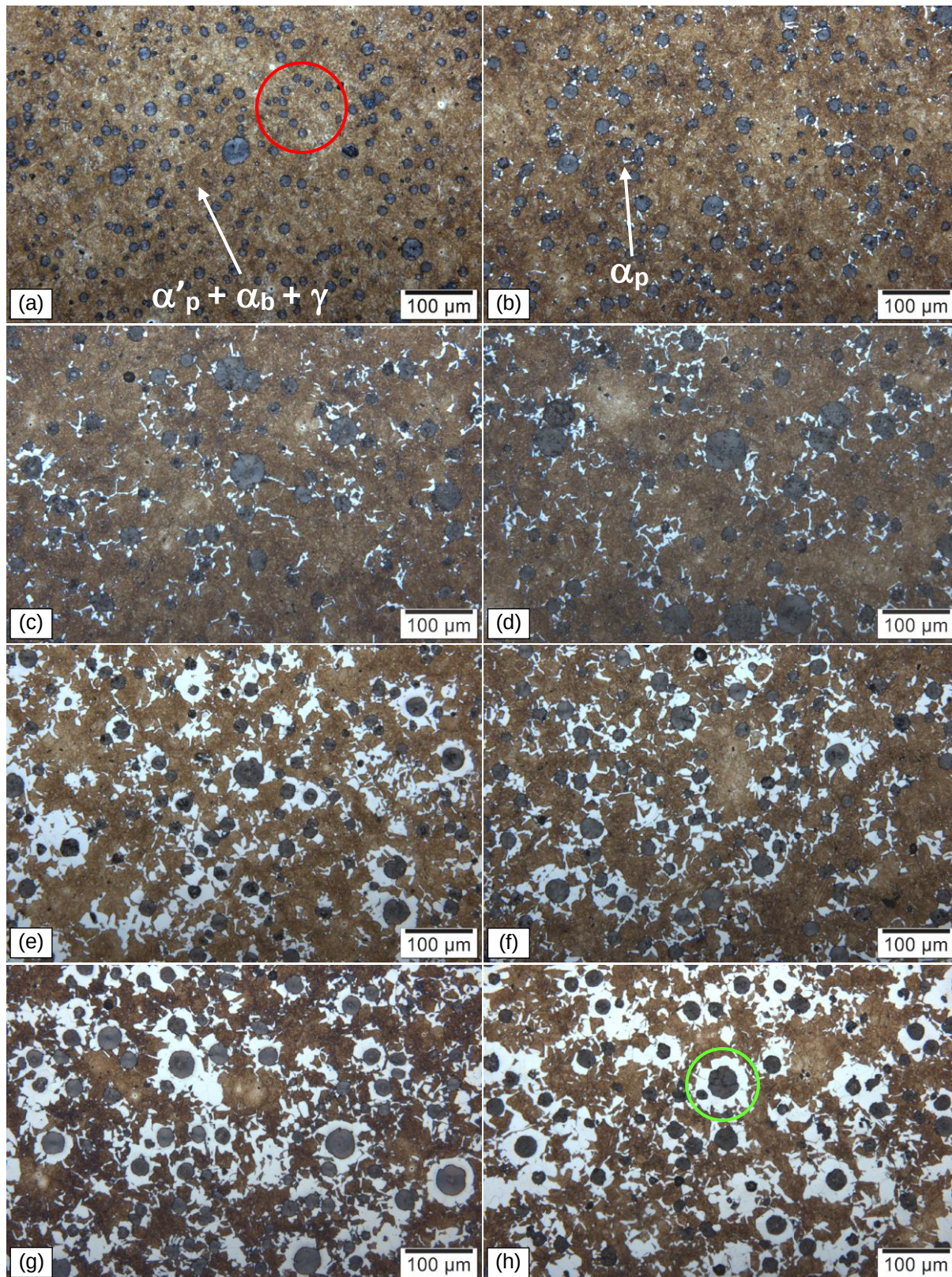
A caracterização microestrutural das amostras submetidas aos tratamentos térmicos projetados foi realizada por meio de microscopia óptica, difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (MEV-FEG) e mapeamentos por EBSD. Os resultados obtidos a partir dessas técnicas são apresentados e discutidos a seguir.

Nas Figuras 5.19 e 5.20 são apresentadas sequências de imagens de microscopia óptica das microestruturas formadas nos tratamentos térmicos projetados. Para efeito de comparação, as micrografias resultantes dos tratamentos 1 e 2, 3 e 6, 4 e 7, e 5 e 8 foram posicionadas lado a lado. Esse critério foi adotado com base nas frações volumétricas de ferrita proeutetoide projetadas, conforme ilustrado na Figura 4.8.

As microestruturas apresentadas nas Figuras 5.19 (a) e 5.20 (a), resultantes do TT 1, são compostas por uma matriz formada por martensita particionada (α'_p), ferrita bainítica (α_b) e austenita retida (γ), com nódulos de grafita (destacados por círculos em vermelho) distribuídos ao longo dessa matriz. Nas microestruturas resultantes dos outros sete tratamentos térmicos, representadas nas Figuras 5.19 (b) a (h) e 5.20 (b) a (h), também são observados grãos de ferrita proeutetoide (α_p).

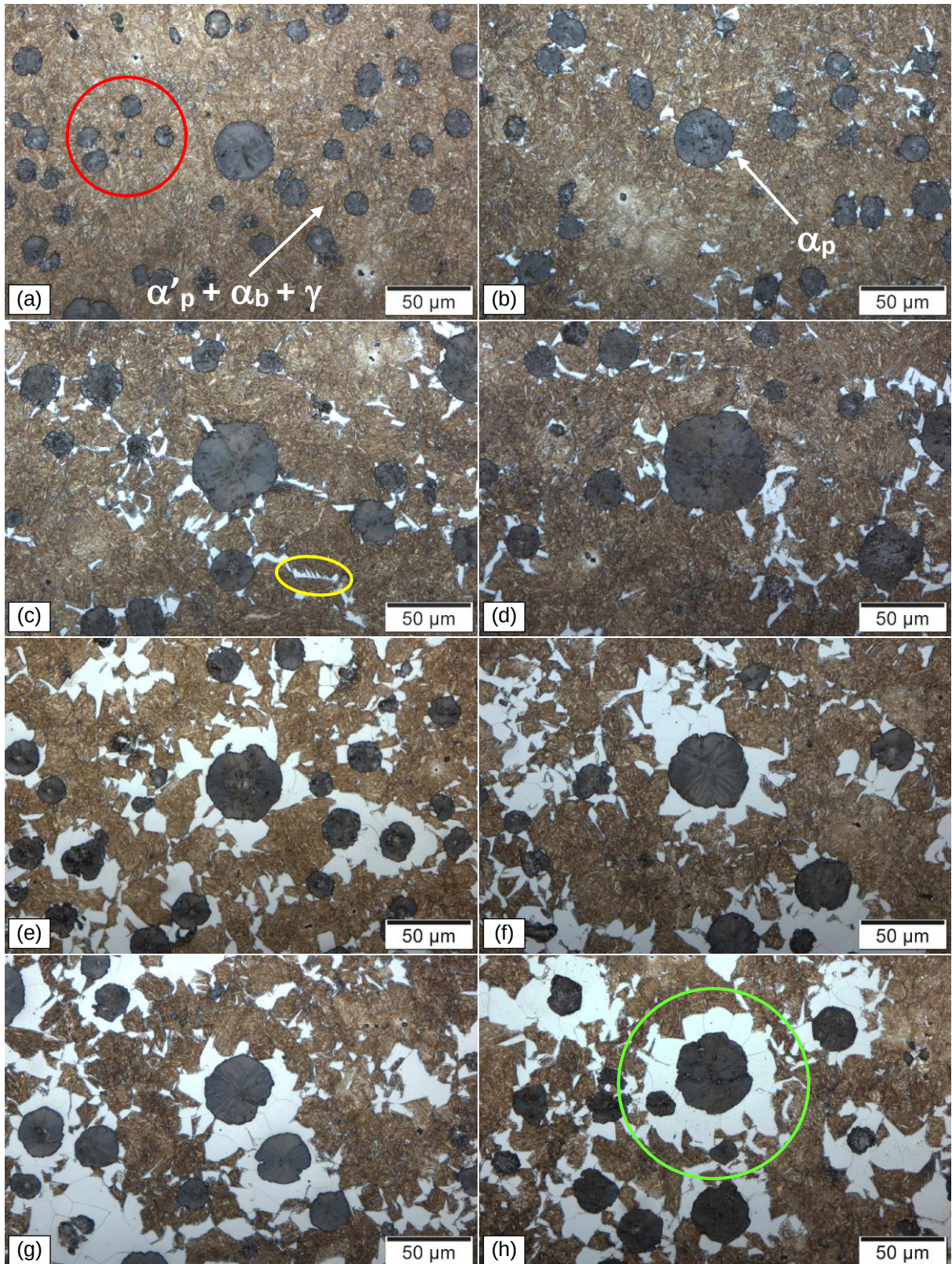
Nas sequências de micrografias das Figuras 5.19 e 5.20, observam-se distribuições de ferrita proeutetoide similares às apresentadas nas Figuras 5.9 a 5.11, do item 5.3. Após tempos curtos de recozimento (até 10 min), a ferrita ficou distribuída tanto ao redor dos nódulos de grafita quanto nas regiões entre eles. Em tempos intermediários (30 min), observou-se um aumento na formação de ferrita ao redor dos nódulos e nas regiões entre eles. Em tempos maiores (50 min), grãos poligonais de ferrita envolveram os nódulos de grafita, resultando em uma morfologia similar à da microestrutura tipo "olho de boi" (círculos em verde).

Figura 5.19 – Micrografias das amostras submetidas aos tratamentos térmicos projetados. Destaca-se a distribuição da ferrita proeutetoide formada na etapa de recozimento intercrítico. As micrografias estão agrupadas da seguinte forma: (a) TT 1 e (b) TT 2; (c) TT 3 e (d) TT 6; (e) TT 4 e (f) TT 7; (g) TT 5 e (h) TT 8. Microestruturas reveladas com pré ataque em nital 2% por 5 s, seguido de ataque em metabissulfato de sódio 1% por 60 s. Os detalhes destacados pelas setas e pelo círculos estão descritos no texto.



Fonte: o autor.

Figura 5.20 – Micrografias das amostras submetidas aos tratamentos térmicos projetados. Destaca-se a morfologia dos grãos de ferrita proeutetoide formados ao redor dos nódulos de grafita e nas regiões entre os nódulos. (a) TT 1; (b) TT 2; (c) TT 3; (d) TT 6; (e) TT 4; (f) TT 7; (g) TT 5; (h) TT 8. Microestruturas reveladas com pré ataque em nital 2% por 5 s, seguido de ataque em metabissulfato de sódio 1% por 60 s. Os detalhes destacados por setas, círculos e pela elipse estão descritos no texto.



Fonte: o autor.

Nas microestruturas ilustradas na Figura 5.20, observa-se a morfologia alotriomórfica de contorno de grão da ferrita formada nas regiões entre os nódulos de grafita, ao longo dos contornos da austenita anterior. A ferrita formada ao redor dos nódulos, por sua vez, apresenta morfologia poligonal. Na Figura 5.20 (c), nota-se a ferrita de Widmanstätten tipo “dentes de serra” (destacada pela elipse em amarelo), formada no início do resfriamento da têmpera a partir da temperatura de recozimento intercrítico (810 °C).

No tratamento térmico 2, a têmpera foi realizada ao atingir a temperatura de 810 °C, após resfriamento a partir de 900 °C à taxa de 3 °C/min. O objetivo desse procedimento era obter uma microestrutura isenta de ferrita proeutetoide, composta por martensita particionada e ausferrita (ferrita bainítica + austenita retida), partindo de uma austenita anterior com menor teor de carbono (0,61%, conforme simulação no Thermo-Calc), como sugerido por Melado³⁵. A partir de uma austenita com menor teor de carbono, seria possível aumentar a fração de martensita formada na forma de ripas (escorregada) em relação à martensita formada na forma de placas (maclada), o que poderia aumentar a tenacidade à fratura do ferro nodular temperado e particionado^{117,135}.

Entretanto, a presença de ferrita proeutetoide nas microestruturas reproduzidas nas Figuras 5.19 (b) e 5.20 (b) indica que a formação dessa fase começou antes que a temperatura de 810 °C fosse atingida. Esse evento havia sido considerado possível a partir dos resultados das regressões lineares que modelaram a cinética de formação de ferrita proeutetoide a 810 °C, representados nas Equações 5.1 e 5.2. Os valores dos coeficientes lineares das equações de ajuste foram interpretados como frações volumétricas de ferrita proeutetoide ($\approx 3,2$ e $3,3\%$) formadas antes de se atingir a temperatura de 810 °C, conforme discutido no item 5.3. Essa interpretação agora encontra respaldo nas micrografias supracitadas.

As frações volumétricas percentuais de ferrita proeutetoide formadas durante os recozimentos intercríticos dos tratamentos térmicos projetados estão listadas na Tabela 5.7. Esses valores são próximos dos obtidos na avaliação da cinética de formação de ferrita proeutetoide realizada em outras amostras da barra 2 para tempos similares, conforme apresentado na Tabela 5.4 do item 5.3. Observa-se ainda que a fração volumétrica de ferrita formada no tratamento térmico 2 foi de $2,3 \pm 0,2\%$, situando-se dentro do intervalo obtido a partir do coeficiente linear da Equação 5.2, estimado em $3,3 \pm 1,4\%$.

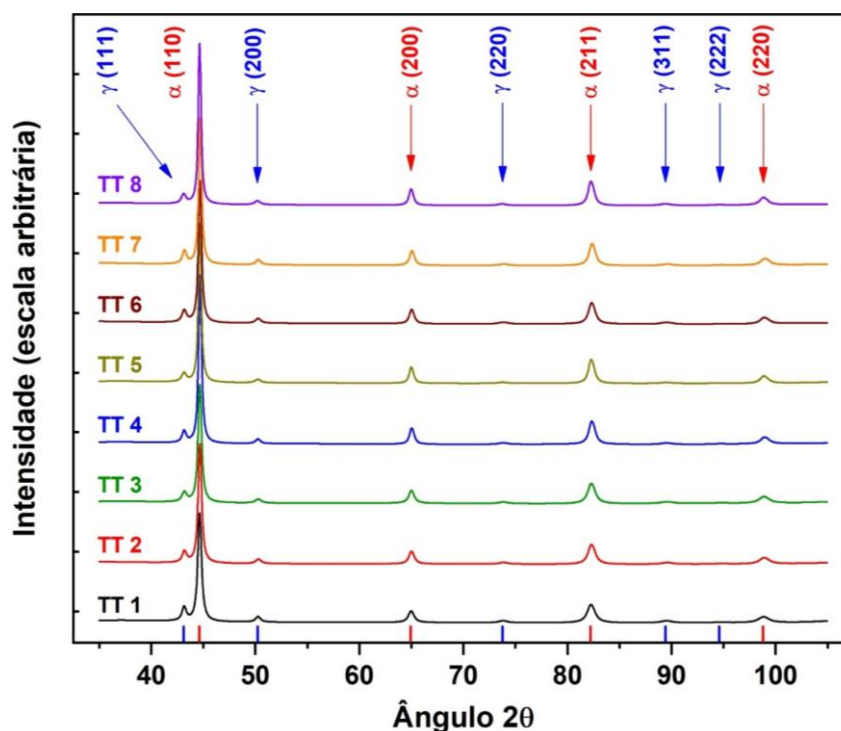
Tabela 5.7 – Valores de fração volumétrica percentual de ferrita proeutetoide formada nos tratamentos térmicos projetados. P_p : percentual de pontos incididos sobre a fase; 95% CI: intervalo de confiança; %RA: precisão relativa; $\%f_{ap}$: fração vol. percentual de ferrita proeutetoide.

Tratamento térmico	P_p (%)	Desvio padrão	95% CI	%RA	$\%f_{ap}$ (%)
1	-	-	-	-	-
2	2,3	0,7	0,2	9,6	$2,3 \pm 0,2$
3	7,6	2,1	0,7	8,8	$7,6 \pm 0,7$
4	25,4	4,8	1,5	6,1	$25,4 \pm 1,5$
5	32,2	4,7	1,5	4,6	$32,2 \pm 1,5$
6	10,0	3,0	1,0	9,7	$10,0 \pm 1,0$
7	19,7	4,8	1,5	7,8	$19,7 \pm 1,5$
8	33,2	4,5	1,4	4,3	$33,2 \pm 1,4$

Fonte: o autor.

As frações volumétricas percentuais de austenita retida ($\%f_\gamma$) resultantes dos tratamentos térmicos projetados foram determinadas por meio do refinamento dos dados de difração de raios X, conforme o método descrito no item 4.2.9. Os gráficos de difração, construídos a partir dos dados refinados, estão ilustrados na Figura 5.21.

Figura 5.21 – Gráficos de difração de raios X das amostras submetidas aos tratamentos térmicos projetados. γ : austenita; α : ferrita. As linhas verticais em azul e vermelho indicam a localização dos picos de difração indexados no refinamento dos dados, realizado pelo método de Rietveld^{114,115} no software GSAS-II¹¹⁶.



Fonte: o autor.

Em todos os gráficos da Figura 5.21, foram identificados picos de difração característicos da austenita (γ) e da ferrita (α). Os picos da ferrita representam as fases com estrutura cristalina CCC: martensita particionada, ferrita bainítica e ferrita proeutetoide (exceto no TT 1). Já os picos da austenita correspondem à única fase com estrutura cristalina CFC, a austenita retida.

Os resultados obtidos a partir do refinamento dos dados de difração estão listados na Tabela 5.8. Os valores de fração volumétrica percentual ($\%f_\gamma$) e do parâmetro de rede (a_γ) da austenita foram determinados diretamente a partir do refinamento. O teor de carbono ($\%C_\gamma$) foi calculado por meio da Equação 4.8, utilizando o parâmetro de rede da austenita retida (a_γ) e o teor de manganês solubilizado na austenita anterior ($\%Mn_\gamma$), estimado por meio de simulação no *software* Thermo-Calc. Dois valores de $\%Mn_\gamma$ foram considerados: 0,17% para a têmpera a partir de 900 °C (TT 1) e 0,23% para a têmpera a partir de 810 °C (TT 2 ao TT 8).

Tabela 5.8 – Resultados dos refinamentos dos dados de difração de raios X pelo método de Rietveld^{114,115} no *software* GSAS-II¹¹⁶. $\%f_\gamma$: fração vol. percentual de austenita retida; a_γ : parâmetro de rede da austenita; $\%C_\gamma$: teor de carbono da austenita; χ^2 : fator chi-quadrado.

Tratamento térmico	$\%f_\gamma$ (%)	a_γ (Å)	$\%C_\gamma$ (%)	χ^2
1	17,5 ± 0,8	3,6315 ± 0,0002	1,62 ± 0,01	1,27 ± 0,07
2	13,8 ± 0,7	3,6290 ± 0,0004	1,54 ± 0,01	1,32 ± 0,07
3	13,7 ± 0,7	3,6292 ± 0,0010	1,54 ± 0,03	1,29 ± 0,03
4	11,7 ± 0,4	3,6303 ± 0,0019	1,58 ± 0,06	1,30 ± 0,06
5	10,5 ± 0,6	3,6315 ± 0,0015	1,61 ± 0,05	1,34 ± 0,05
6	13,4 ± 0,8	3,6303 ± 0,0005	1,58 ± 0,01	1,33 ± 0,08
7	14,6 ± 1,0	3,6312 ± 0,0031	1,61 ± 0,09	1,31 ± 0,05
8	10,8 ± 0,6	3,6338 ± 0,0017	1,68 ± 0,05	1,34 ± 0,05

Fonte: o autor.

A partir dos resultados da Tabela 5.8, observa-se que a fração volumétrica e o teor de carbono da austenita retida variaram de 10,5 a 17,5% e de 1,54 a 1,68%, respectivamente. Esses valores são comparáveis aos obtidos por Melado³⁵ (11 a 23% e 1,34 a 1,65%), variando as temperaturas de têmpera (140 e 170 °C), as temperaturas de partição (300 e 375 °C) e os tempos de partição (15, 60 e 120 min), sem etapas de recozimento intercrítico para formar ferrita proeutetoide.

Considerando que o teor de carbono da austenita anterior era de 0,81% antes da têmpera a partir de 900 °C (TT 1) e de 0,61% antes da têmpera a partir de 810 °C (TT 2 ao TT 8), observa-se que, em todos os tratamentos térmicos projetados, a austenita foi enriquecida em carbono durante a etapa de partição. Além disso, ao comparar o teor de carbono resultante do TT 1 (1,62%) com os dos TT 2 ao 8 (1,54 a 1,68%), conclui-se que nem a presença de ferrita proeutetoide, nem a formação de menores frações volumétricas de martensita impediram o enriquecimento da austenita em carbono.

Os valores médios de fração volumétrica de austenita retida foram submetidos à análise de variância¹³⁶ (ANOVA) e comparados pelo teste de Tukey¹³⁷, considerando um nível de confiança de 95%. Os resultados dessas análises estão apresentados, respectivamente, na Tabela A.1, do Apêndice A, e na Tabela B.1, do Apêndice B. De acordo com o teste de Tukey, a média do TT 1 é estatisticamente diferente de todas as outras médias; as médias dos TT 2, 3, 6 e 7 são estatisticamente iguais entre si, mas diferentes das médias dos TT 4, 5 e 8, que também são iguais entre si.

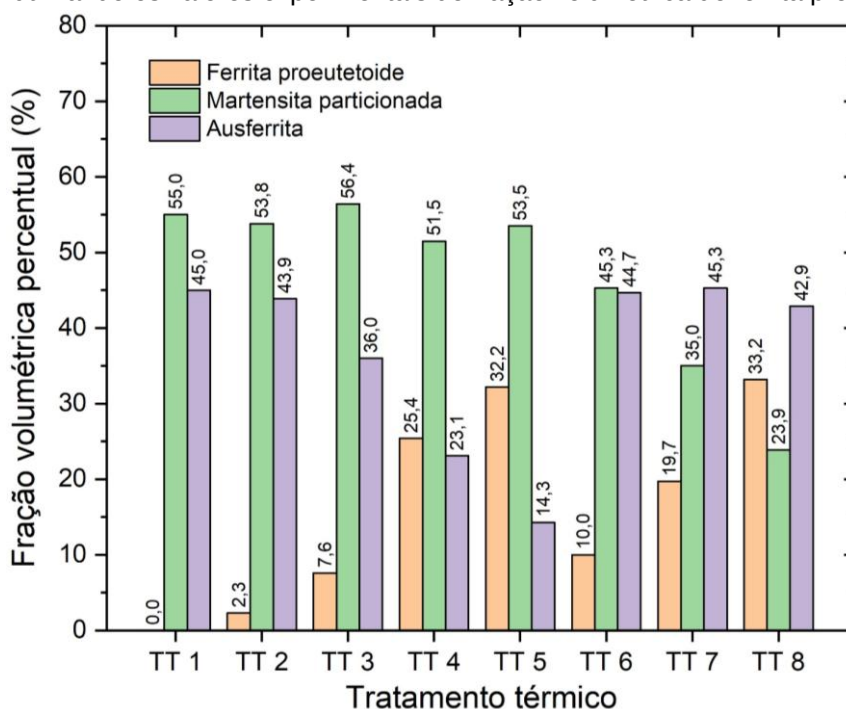
Para a discussão das frações volumétricas de austenita retida, o gráfico da Figura 4.8 foi atualizado com os valores de fração volumétrica de ferrita proeutetoide listados na Tabela 5.7, além das frações volumétricas de martensita particionada e ausferrita, recalculadas por meio da Equação 4.7, com base nos valores experimentais de ferrita proeutetoide. O gráfico atualizado, mostrando a fração volumétrica percentual desses microconstituintes em função dos tratamentos térmicos projetados, está ilustrado na Figura 5.22.

Conforme apresentado na Tabela 5.8, a maior fração volumétrica de austenita retida foi obtida no TT 1 (17,5%). Esse resultado é atribuído à ausência de ferrita proeutetoide na microestrutura antes da têmpera e ao maior teor de carbono na austenita anterior (0,81%) em comparação ao dos TT 2 ao 8 (0,61%).

A formação de ferrita proeutetoide antes da têmpera, nos TT 2 ao 8, reduziu o espaço disponível na austenita e criou interfaces austenita/ferrita que serviram como sítios adicionais para a nucleação de ferrita bainítica durante a partição. Esse processo contribui para um maior consumo da austenita remanescente, resultando em menores frações de austenita retida. Em relação ao teor de carbono, uma martensita com alto teor rejeita mais carbono durante a partição, contribuindo para a estabilização de uma fração maior de austenita. Além disso, maior teor de carbono na

austenita anterior implica em maior estabilidade dessa fase, o que atrasa sua decomposição em ferrita bainítica durante a etapa de partição.

Figura 5.22 – Frações volumétricas percentuais de ferrita proeutetoide, martensita particionada e ausferrita resultantes dos oito tratamentos projetados. As frações de ferrita proeutetoide para os tratamentos térmicos 2 ao 8 foram extraídas da Tabela 5.7. As frações de martensita particionada e ausferrita foram recalculadas por meio da Equação 4.7, utilizando os valores experimentais de fração volumétrica de ferrita proeutetoide.



Fonte: o autor.

Em relação às frações volumétricas de austenita retida obtidas nos TT 2, 3, 6 e 7 (13,8; 13,7; 13,4 e 14,6%), observa-se que, apesar da presença de ferrita proeutetoide (2,3; 7,6; 10,0 e 19,7%) na microestrutura, a fração de austenita remanescente após a têmpera ainda era relativamente alta (43,9; 36,0; 44,7 e 45,3%)*. Parte dessa fração foi parcialmente estabilizada pelo enriquecimento em carbono durante a partição, enquanto a maior parte foi convertida em ferrita bainítica.

Considerando as frações volumétricas de austenita retida obtidas nos TT 4, 5 e 8 (11,7; 10,5 e 10,8%), observa-se que nos TT 4 e 5 as elevadas frações de ferrita proeutetoide (25,4 e 32,2%) e martensita (51,5 e 53,5%) resultaram em frações muito baixas de austenita remanescente após a têmpera (23,1 e 14,3%). Esse pequeno volume de austenita, altamente subdividido, apresentava interfaces austenita/ferrita e

* Antes da etapa de partição, as frações volumétricas de ausferrita apresentadas no gráfico da Figura 5.22 correspondem às frações volumétricas de austenita remanescente, ou seja, à quantidade de austenita disponível para enriquecimento em carbono e/ou transformação em ferrita bainítica durante a partição.

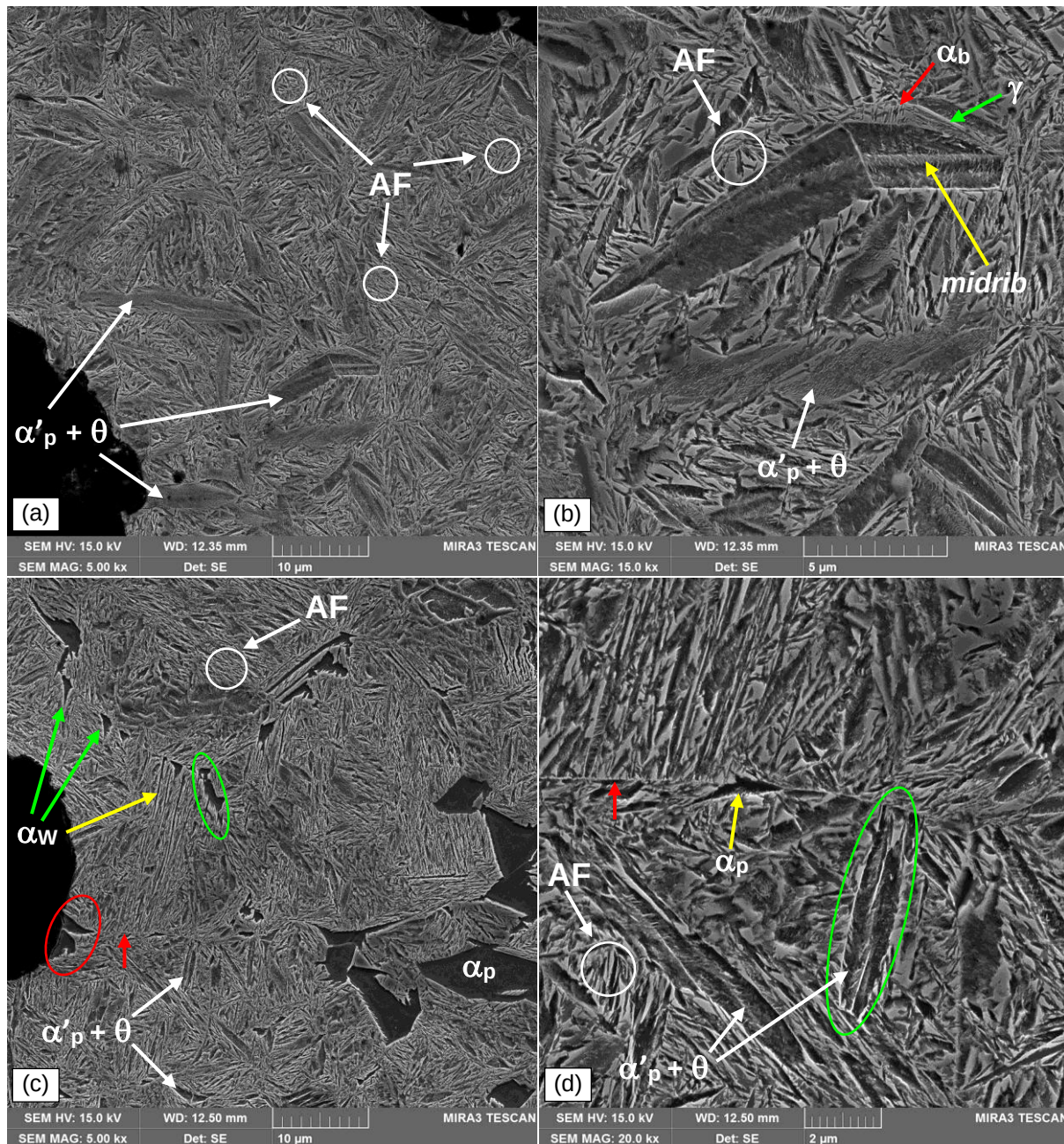
austenita/martensita que favoreceram a nucleação de ferrita bainítica durante a partição. A fração de austenita retida do TT 5 (10,5%) chama a atenção, considerando que após a têmpera estima-se que havia apenas 14,3% de austenita. Já no TT 8, apesar dos 42,9% de austenita remanescente após a têmpera, devido à baixa fração de martensita (23,9%) não havia carbono suficiente para difundir para a austenita e estabilizar uma fração maior dessa fase durante a partição.

A microestrutura da matriz das amostras tratadas termicamente foi caracterizada por meio de MEV-FEG e mapeamento de fases por EBSD. Os resultados dessas caracterizações são apresentados e discutidos a seguir. Na Figura 5.23 estão ilustradas imagens de MEV-FEG das microestruturas resultantes dos tratamentos térmicos 1 e 2. As imagens (a) e (b) são referentes ao TT 1, enquanto as imagens (c) e (d) referem-se ao TT 2.

Na imagem (a), estão destacadas placas de martensita particionada (α'_p), que possuem carbonetos de revenimento (θ) precipitados em seu interior, e regiões que contêm ausferrita (AF). As placas de martensita foram formadas na têmpera, enquanto os carbonetos e a ausferrita são resultantes da etapa de partição^{26,35,36}. A ausferrita é um agregado composto por feixes de subunidades (plaquetas ou ripas) de ferrita bainítica (α_b), com filmes de austenita (γ) enriquecida em carbono entremeio às subunidades. Esse microconstituente é isento de carbonetos e, por esse motivo, não é chamado de bainita⁸. A ferrita bainítica, por sua vez, é um produto da decomposição isotérmica incompleta da austenita. Essa decomposição não se completa porque parte da austenita permanece retida após a partição, estabilizada pelo carbono rejeitado pela martensita e pelas subunidades de ferrita bainítica durante a partição^{35,36}.

Os carbonetos de revenimento podem ser observados no interior das placas de martensita ilustradas na imagem (b), na forma de “estrias” orientadas em diferentes direções. Melado³⁵ e Nishikawa³⁶ detectaram esses carbonetos, mesmo nos tempos mais curtos de partição, indicando que a precipitação ocorreu rapidamente durante o aquecimento até a temperatura de partição. Nishikawa³⁶, por meio de difração de raios X *in situ* utilizando fonte de luz síncrotron, identificou o carboneto de transição η em suas amostras, mas não descartou a possibilidade de presença do carboneto ε . Como a identificação detalhada desses carbonetos não faz parte do escopo deste trabalho, eles passarão a ser referidos apenas como carbonetos de transição e continuarão a ser denotados pelo símbolo θ .

Figura 5.23 – Imagens de MEV-FEG de microestruturas de amostras tratadas termicamente: (a) e (b) TT 1; (c) e (d) TT 2. AF: ausferrita; α'_p : martensita particionada; θ : carbonetos; α_b : ferrita bainítica; γ : austenita; *midrib*: espinha central da placa de martensita; α_w : ferrita de Widmanstätten; α_p : ferrita proeutetoide. Microestruturas reveladas com ataque em solução de nital 2% por 20 s. Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.



Fonte: o autor.

Ainda na imagem (b), estão assinalados pela seta vermelha possíveis indícios de nucleação simpática^{79,80} de ferrita bainítica (α_b) em uma interface martensita/austenita, ocorrida durante a partição. Nishikawa³⁷ *et al.* apresentaram evidências experimentais da nucleação de feixes de ferrita bainítica em interfaces martensita/austenita e, assim como Melado³⁵, destacaram que as placas de

martensita primária desempenham um papel importante na nucleação da ferrita bainítica, atuando como sítios adicionais. Essa característica promove maior refino da microestrutura e reduz a janela de processo em comparação ao ADI^{35,36}.

Um filme de austenita retida (γ) entre placas de martensita está indicado pela seta verde na imagem (b). Essa observação evidencia que a martensita particiona carbono e estabiliza a austenita, mesmo com a precipitação de carbonetos de transição na martensita^{36,37}. Logo abaixo, a espinha central (*midrib*) de uma placa de martensita está destacada pela seta amarela. A intensidade do ataque metalográfico não permite determinar com certeza se o relevo observado na *midrib* corresponde a maclas de deformação, formadas para acomodar a transformação martensítica¹¹⁷, ou a carbonetos de transição precipitados durante o aquecimento da etapa de partição^{36,37}.

Conforme mencionado anteriormente, a microestrutura resultante do TT 2 está ilustrada na imagem (c). Ao compará-la com a imagem (a), capturada com a mesma ampliação, observa-se que a microestrutura formada nas etapas de têmpera e partição do TT 2 é mais refinada do que a obtida no TT 1. As placas de martensita (α'_p) são visivelmente menores, e a ausferrita (AF) apresenta uma aparência ainda mais refinada. Esse refinamento microestrutural é atribuído a dois fatores: a presença de ferrita proeutetoide na microestrutura antes da têmpera e o menor teor de carbono na austenita anterior (0,61%) em comparação ao do TT 1 (0,81%).

A formação de grãos de ferrita proeutetoide (α_p) antes da têmpera criou interfaces austenita/ferrita que serviram como sítios adicionais para a nucleação de ferrita bainítica durante a partição, além de reduzir o espaço disponível na austenita. Em relação ao carbono, menores teores na austenita anterior diminuem a estabilidade dessa fase, acelerando sua decomposição em ferrita bainítica. Uma martensita com menos carbono rejeita uma quantidade menor desse elemento durante a partição, contribuindo menos para a estabilização da austenita. Além disso, a redução do teor de carbono na austenita anterior aumenta a proporção de martensita na forma de ripas em relação às placas e resulta na formação de placas menores^{90,120}.

Outras características microestruturais estão destacadas na imagem (c), como o grão alotriomórfico de ferrita proeutetoide formado no contorno de grão da austenita anterior, contornado pela elipse verde. Próxima a ele, indicada pela seta amarela, observa-se uma placa lateral secundária de ferrita de Widmanstätten,

formada pelo mecanismo de nucleação simpática a partir de um pequeno grão alotriomórfico de ferrita proeutetoide presente no contorno de grão da austenita anterior. Mais acima, ao longo desse mesmo contorno de grão, “dentes de serra” secundários de ferrita de Widmanstätten são destacados pelas setas verdes.

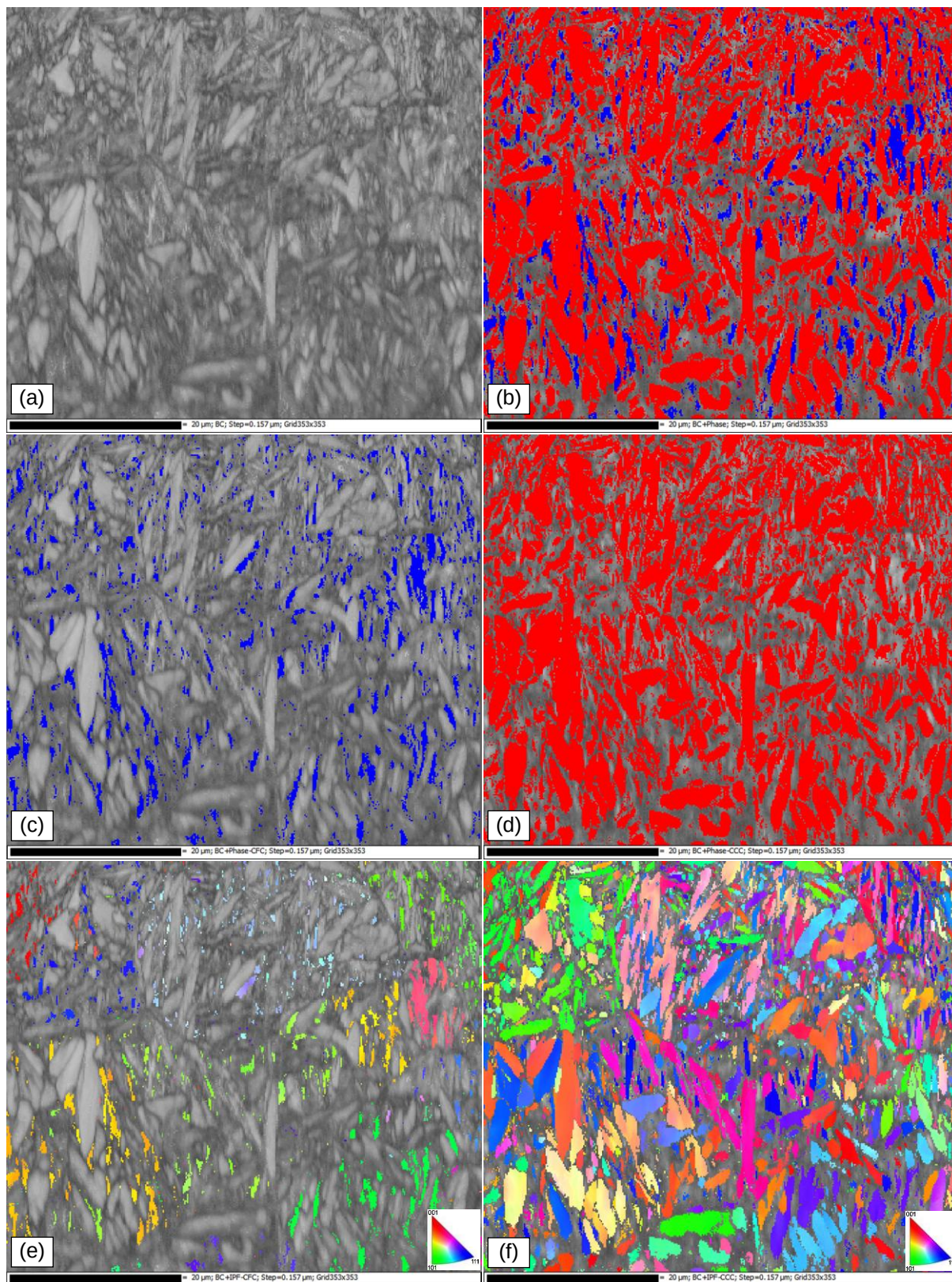
Ainda na imagem (c), dois grãos de ferrita proeutetoide com interface com o nódulo de grafita estão contornados pela elipse vermelha. O grão superior parece ter nucleado no contorno de grão da austenita anterior, enquanto o inferior teria nucleado na interface entre a austenita anterior e o nódulo de grafita. Considerando essas morfologias descritas, conclui-se que os grãos alotriomórficos de ferrita proeutetoide se formaram durante o resfriamento até a temperatura de recozimento intercrítico (810 °C) à taxa de 3 °C/min, enquanto os “dentes de serra” e as placas laterais de ferrita de Widmanstätten se formaram no início do resfriamento da têmpera, a partir da temperatura de recozimento.

O contorno de grão da austenita anterior, indicado pela seta vermelha na imagem (c), e a região ao seu redor são mostrados com maior ampliação na imagem (d). Observa-se uma intensa nucleação de fases ao longo desse contorno de grão. Um grão alotriomórfico de ferrita proeutetoide (α_p) está indicado pela seta amarela, enquanto uma placa de martensita particionada (α'_p) é destacada pela elipse verde.

Nota-se que no interior das placas de martensita dessa condição de tratamento, também há carbonetos de transição (θ) precipitados, embora a morfologia deles não esteja tão bem definida quanto a dos carbonetos em placas de martensita ilustradas na imagem (b). Além disso, a quantidade de carbonetos precipitados parece ser menor, e sua distribuição no interior das placas parece diferente daquela observada na martensita particionada resultante do TT 1. Essas características são atribuídas ao menor teor de carbono solubilizado na austenita anterior (0,61%) na temperatura de recozimento intercrítico (810 °C).

Na Figura 5.24 são apresentados os mapas de EBSD de uma região da microestrutura resultante do TT 1. Eles foram gerados no *software* Tango, a partir dos dados brutos coletados no AZTec, sem aplicar os artifícios de redução de ruído e de iteração entre pontos vizinhos para diminuir o número de pontos não indexados. Nos mapas (b), (c) e (d), as regiões em azul representam a fase indexada com estrutura CFC, a austenita, enquanto as em vermelho correspondem às fases indexadas com estrutura CCC, a martensita particionada e a ferrita bainítica.

Figura 5.24 – Mapas de EBSD de uma região da microestrutura da amostra submetida ao tratamento térmico 1. Mapas de: (a) contraste; (b) fases: em azul, fase com estrutura CFC (austenita); em vermelho fases com estrutura CCC (martensita particionada e ferrita bainítica); (c) distribuição da austenita; (d) distribuição da martensita e da ferrita; (e) orientações da austenita; (f) orientações da martensita e da ferrita.



Fonte: o autor.

O mapa de contraste de banda apresentado em (a) representa o índice de qualidade (IQ) do padrão de difração de elétrons retroespalhados produzido. Esse índice é sensível à densidade de defeitos da rede cristalina na região de análise. Em áreas com elevada densidade de defeitos, ocorre maior espalhamento dos elétrons retroespalhados, o que distorce o padrão de difração e reduz o contraste na imagem capturada. Assim, no mapa de contraste de banda, as regiões mais claras (brancas/cinzas) representam fases com menor densidade de defeitos, enquanto as mais escuras (pretas) indicam aquelas com maior densidade¹³⁸.

Nota-se no mapa (a) que placas de martensita particionada são visivelmente mais claras, enquanto as regiões localizadas entre elas são mais escuras, indicando maior densidade de defeitos cristalinos. A etapa de partição promove o revenimento da martensita, com a precipitação de carbonetos de transição, a partição de carbono para a austenita e a diminuição da densidade de defeitos. Por outro lado, a formação de ferrita bainítica gera interfaces ferrita/austenita semicoerentes, que são separadas por defeitos cristalinos. Esses defeitos aliviam as tensões elásticas de desajuste entre os reticulados por meio de uma estrutura de discordâncias e degraus estruturais^{8,79,80}.

As regiões não indexadas no mapa (b), representadas em tons de cinza, correspondem às áreas mais escuras do mapa (a). Pelo contexto apresentado nos dois parágrafos anteriores, considera-se que essas regiões são majoritariamente constituídas por ferrita bainítica e austenita retida (ausferrita). Ao comparar os mapas (a), (b), (c) e (d), observa-se que a maior parte da austenita indexada localiza-se próxima às placas de martensita particionada, formando filmes de austenita enriquecida em carbono, similares ao destacado pela seta verde na Figura 5.23 (b).

De acordo com os resultados quantitativos do mapeamento de EBSD, 55,4% da microestrutura analisada é composta por fases de estrutura CCC (áreas em vermelho no mapa (b)); 7,7% por fases de estrutura CFC (em azul) e 36,9% corresponde a regiões não indexadas (em tons de cinza). Ao normalizar esses valores em relação ao percentual total indexado, obtêm-se 87,8% de ferrita (martensita particionada + ferrita bainítica) e 12,2% de austenita retida. Esse percentual de austenita retida é 30,3% menor do que o valor médio obtido por meio da técnica de difração de raios X (17,5%). Segundo Melado³⁵, os filmes mais finos de austenita, localizados entre as placas de martensita e as ripas de ferrita bainítica, não são contabilizados no EBSD, mas são detectados por difração de raios X. Grande parte

desses filmes provavelmente está localizada nas áreas da microestrutura que não foram indexadas.

Nas imagens (e) e (f), estão ilustrados os mapas de orientações da austenita e da ferrita (martensita particionada + ferrita bainítica), respectivamente. No mapa (e), os filmes de austenita retida que apresentam a mesma cor possuem a mesma orientação cristalográfica, o que também ocorre com as placas de martensita particionada e a ferrita bainítica no mapa (f).

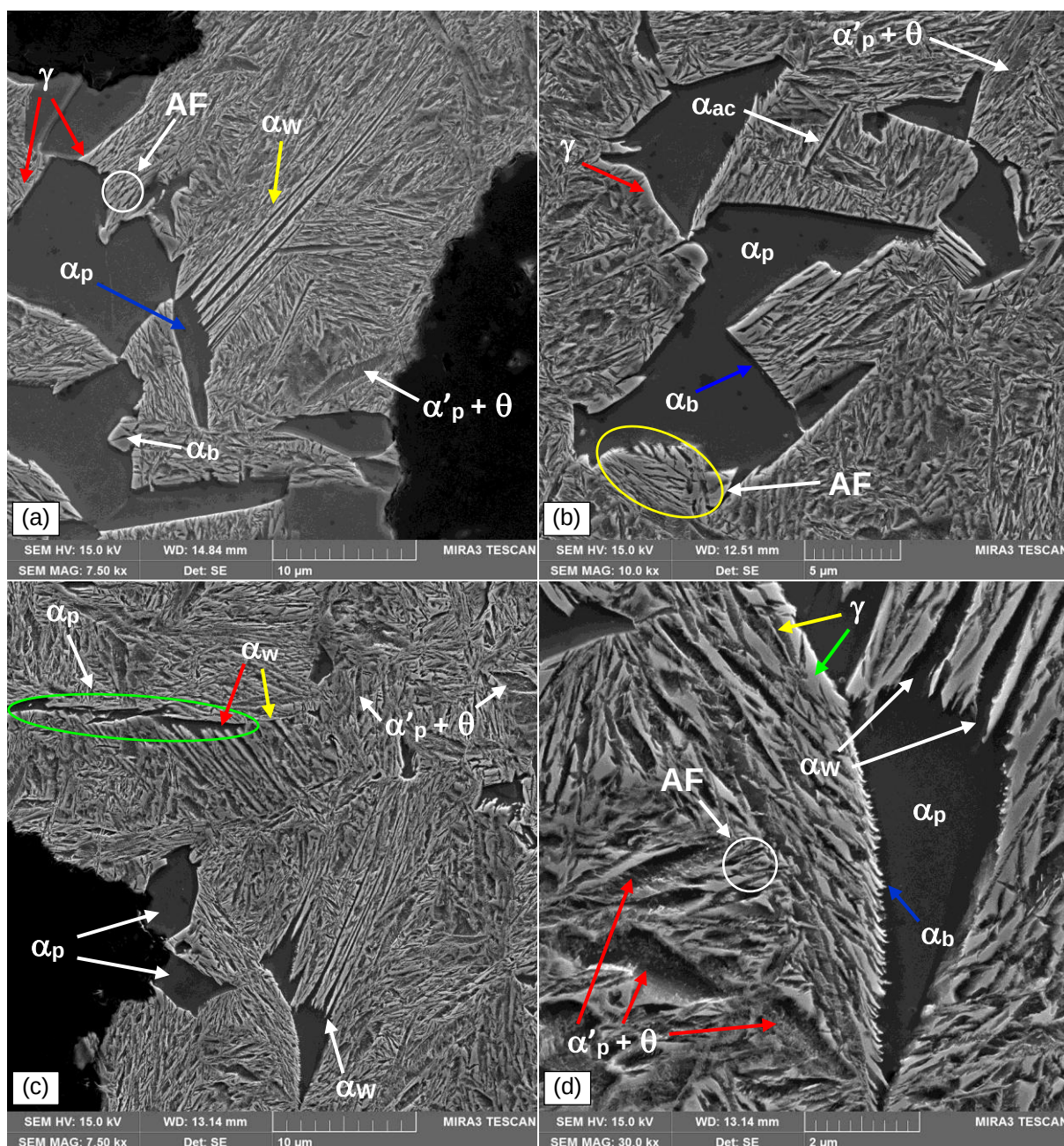
As regiões em verde, localizadas na parte inferior direita do mapa (e), por exemplo, apresentam a mesma orientação cristalográfica porque faziam parte de um mesmo grão de austenita anterior. Esse grão foi subdividido pela formação das placas de martensita na etapa de têmpera. A fração de austenita que não foi consumida ficou contida entre as placas. Depois, na etapa de partição, parte dessa austenita foi consumida durante a formação da ferrita bainítica; o restante foi estabilizado pelo carbono rejeitado pela martensita e pela ferrita bainítica em crescimento. Essa fração de austenita que foi estabilizada está representada por essas áreas em verde.

No caso das placas de martensita do mapa (f), as várias orientações observadas resultam da existência de múltiplas variantes do plano de hábito da transformação martensítica, cada uma correspondendo a uma orientação diferente desse plano. Como há muitas possibilidades para o mesmo plano de hábito (24 variantes para o plano ¹³⁹, por exemplo) e placas adjacentes tendem a adotar variantes diferentes, a microestrutura resultante apresenta uma distribuição de placas aparentemente aleatória, mesmo havendo um único plano de hábito para todas as placas de uma mesma liga¹²⁰.

Imagens de MEV-FEG das microestruturas formadas nos tratamentos térmicos 3 e 6 estão ilustradas na Figura 5.25. As imagens (a) e (b) referem-se ao TT 3, enquanto as imagens (c) e (d) são referentes ao TT 6. Ao contrário da amostra do TT 2, que foi temperada diretamente a 195 °C após atingir a temperatura de 810 °C, as amostras dos TT 3 e 6 passaram por um recozimento intercrítico a 810 °C por 10 minutos antes da têmpera a 185 e 202 °C, respectivamente. Esse procedimento resultou em grãos de ferrita proeutetoide maiores e em maior quantidade nessas microestruturas, quando comparadas às do TT 2, como apresentado nas Figuras 5.19 e 5.20 e na Tabela 5.7. Conforme destacado nas imagens da Figura 5.25, além de grãos de ferrita proeutetoide (α_p), todas as microestruturas apresentam placas de

martensita particionada (α'_p), carbonetos de transição (θ) precipitados no interior das placas e ausferrita (AF).

Figura 5.25 – Imagens de MEV-FEG de microestruturas de amostras tratadas termicamente: (a) e (b) TT 3; (c) e (d) TT 6. γ : austenita; AF: ausferrita; α_w : ferrita de Widmanstätten; α_p : ferrita proeutetoide; α'_p : martensita particionada; θ : carbonetos; α_b : ferrita bainítica. Microestruturas reveladas com ataque em solução de nital 2% por 20 s. Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.



Fonte: o autor.

Na imagem (a), estão destacados pelas setas vermelhas blocos de austenita retida (γ) nas antigas interfaces ferrita/austenita, formadas durante o recozimento intercrítico. Vários blocos são observados nas microestruturas, delimitados por ferrita

bainítica (α_b). Placas laterais secundárias de ferrita de Widmanstätten (α_w) estão destacadas pela seta amarela. Essas placas nuclearam a partir de um contorno de grão da ferrita proeutetoide (α_p) alotriomórfica, indicada pela seta azul, e formaram-se no início do resfriamento da têmpera, a partir da temperatura de recozimento intercrítico.

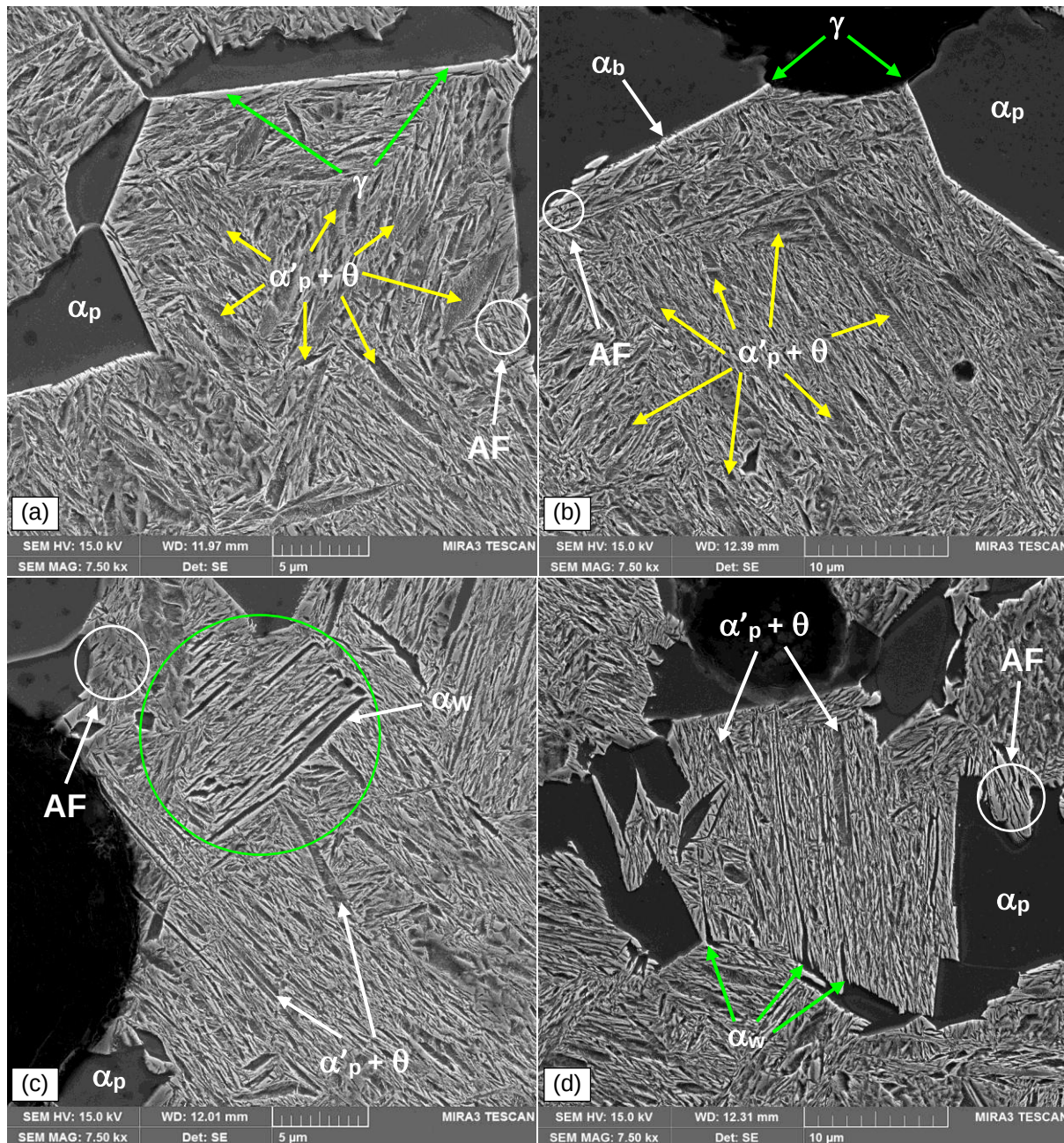
Na microestrutura ilustrada em (b), a austenita retida (γ) indicada pela seta vermelha apresenta-se na forma de um filme contínuo na interface formada com o grão de ferrita proeutetoide. Em contrapartida, na interface destacada pela seta azul, a austenita não se manteve na forma de filme contínuo, pois ocorreu a nucleação de ferrita bainítica (α_b) a partir da antiga interface ferrita/austenita. Logo abaixo, destacada pela elipse amarela, nota-se uma região com ausferrita (AF) com morfologia semelhante à do ADI.

Na imagem (c), uma fina e contínua rede de grãos alotriomórficos de ferrita proeutetoide (α_p), formada ao longo de um contorno de grão da austenita anterior, conforme a sugerida por Basso *et al.*¹⁸, está destacada pela elipse verde. A partir de um dos grãos dessa rede, nota-se que ocorreu a formação de placas laterais secundárias de ferrita de Widmanstätten (α_w), indicadas pela seta vermelha. Logo ao lado, após a elipse verde, observa-se uma placa lateral primária de ferrita de Widmanstätten, nucleada no contorno de grão da austenita anterior, conforme indicação da seta amarela.

Em destaque na imagem (d), observa-se a austenita retida (γ) na forma de um filme fino entre placas de martensita particionada (seta amarela) e na forma de bloco em uma interface com a ferrita proeutetoide (seta verde). Mais abaixo, assinalada pela seta azul, nota-se intensa nucleação de ferrita bainítica (α_b) ocorrida em uma interface ferrita/austenita durante a partição. Ainda na imagem (d), destacam-se carbonetos de transição (θ) precipitados no interior das placas de martensita (setas vermelhas), cuja morfologia e distribuição diferem das observadas na microestrutura resultante do TT 1.

Nas imagens de MEV-FEG da Figura 5.26 estão ilustradas as microestruturas formadas nos tratamentos térmicos 4, 5, 7 e 8. Conforme destacado nas imagens, todas as microestruturas apresentam grãos de ferrita proeutetoide (α_p), placas de martensita particionada (α'_p), carbonetos de transição (θ) precipitados no interior das placas e ausferrita (AF).

Figura 5.26 – Imagens de MEV-FEG de microestruturas de amostras tratadas termicamente: (a) TT 4; (b) TT 5; (c) TT 7 (d) TT 8. γ : austenita; α'_p : martensita particionada; θ : carbonetos; α_p : ferrita proeutetoide; AF: ausferrita; α_b : ferrita bainítica; α_w : ferrita de Widmanstätten. Microestruturas reveladas com ataque em solução de nital 2% por 20 s. Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.



Fonte: o autor.

Nas microestruturas reproduzidas nas imagens (a) e (b), referentes aos tratamentos térmicos 4 e 5, nota-se uma grande quantidade de placas de martensita particionada (α'_p), distribuídas ao longo das microestruturas, com algumas delas indicadas por setas amarelas. A elevada fração de martensita era esperada, uma vez que esses tratamentos térmicos foram projetados para atingir 55% de martensita

particionada, com frações complementares de 20% de ferrita proeutetoide e 25% de ausferrita no TT 4, e de 30% de ferrita proeutetoide e 15% de ausferrita no TT 5, conforme apresentado na Figura 4.8 do item 4.2.7.

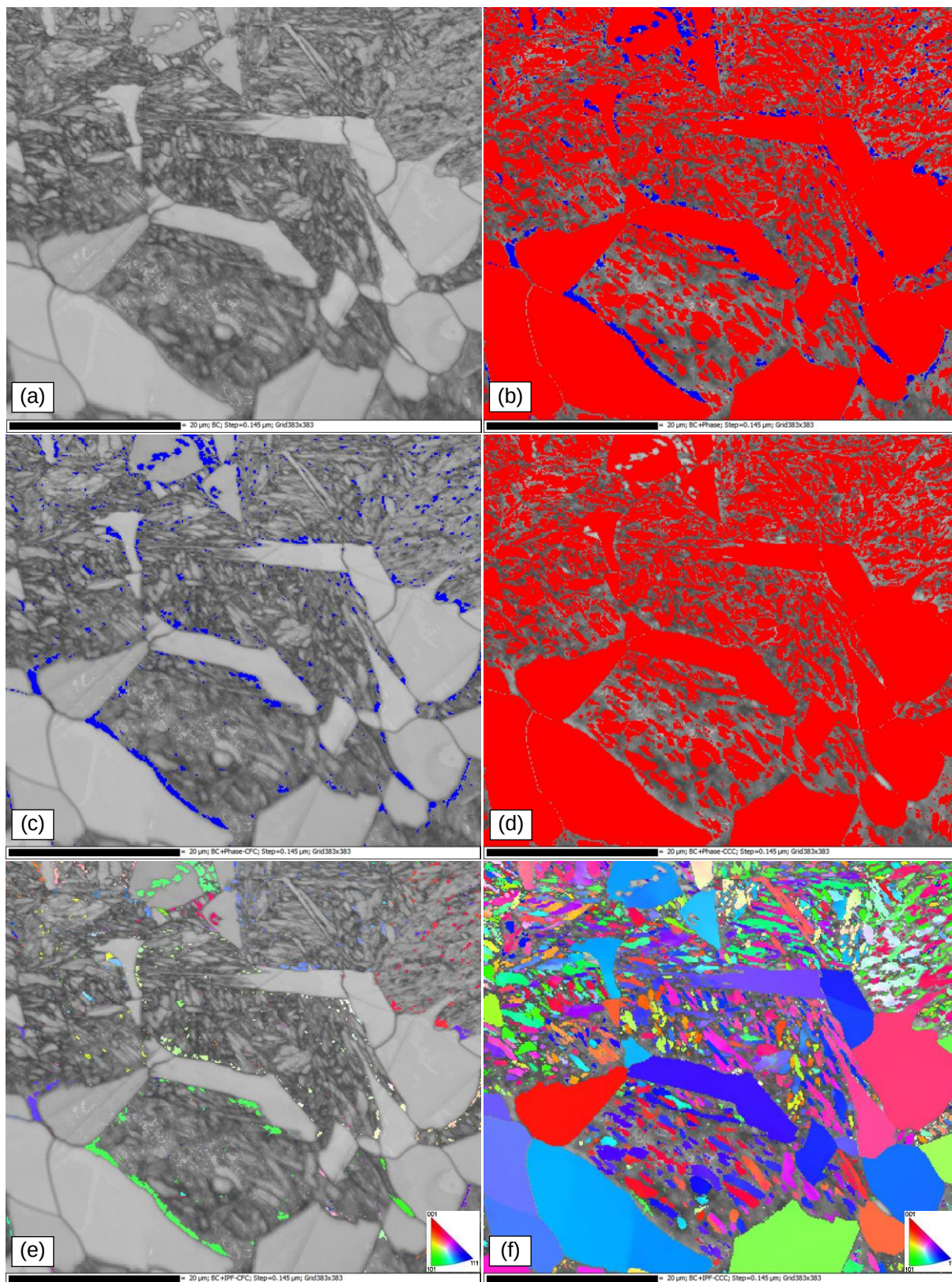
Os detalhes indicados pelas setas verdes, tanto na imagem (a) quanto na (b), são filmes de austenita retida (γ), localizados em interfaces formadas com grãos de ferrita proeutetoide (α_p). Considera-se que a austenita dessas regiões foi inicialmente estabilizada pelo carbono rejeitado durante a nucleação dos grãos de ferrita proeutetoide adjacentes e, posteriormente, pelo carbono particionado pela martensita. Logo abaixo desses filmes é possível observar muitas placas de martensita, enquanto ao longo deles há pouca ferrita bainítica formada.

Nas microestruturas ilustradas nas imagens (c) e (d), referentes aos tratamentos térmicos 7 e 8, a quantidade de placas de martensita particionada (α'_p) é visualmente menor em comparação às microestruturas das imagens (a) e (b). Essa diferença era esperada, pois os tratamentos térmicos 7 e 8 foram projetados para apresentar frações mais baixas de martensita, correspondendo a 35% e 25%, respectivamente, como indicado na Figura 4.8 do item 4.2.7.

Na imagem (c), são observados vários produtos alongados isentos de carbonetos, destacados pelo círculo verde. Esses produtos podem ser classificados como placas laterais primárias de ferrita de Widmanstätten (α_w), enquanto os indicados pelas setas verdes na imagem (d) correspondem a placas laterais secundárias. Em todas as amostras temperadas a partir da temperatura de recozimento intercrítico (810 °C), observou-se a formação desses produtos alongados.

Na Figura 5.27, são exibidos os mapas de EBSD de uma região da microestrutura resultante do TT 4. Esses mapas foram gerados no *software* Tango, a partir dos dados brutos obtidos no AZTec, sem a aplicação de artifícios de redução de ruído ou de iteração entre pontos vizinhos para diminuir o número de pontos não indexados. Esse procedimento é similar ao utilizado para os mapas apresentados na Figura 5.24. Nos mapas (b), (c) e (d), as regiões em azul representam a fase indexada com estrutura CFC, a austenita, enquanto as regiões em vermelho correspondem às fases indexadas com estrutura CCC, a ferrita proeutetoide, a martensita particionada e a ferrita bainítica.

Figura 5.27 – Mapas de EBSD de uma região da microestrutura da amostra submetida ao tratamento térmico 4. Mapas de: (a) contraste; (b) fases: em azul, fases com estrutura CFC (austenita); em vermelho fases com estrutura CCC (martensita particionada, ferrita bainítica e ferrita proeutetoide); (c) distribuição da austenita; (d) distribuição da martensita e das ferritas; (e) orientações da austenita; (f) orientações da martensita e das ferritas.



Fonte: o autor.

Nota-se, no mapa de contraste de banda apresentado em (a), que os grãos de ferrita proeutetoide e as placas de martensita particionada são visivelmente mais claros que as regiões localizadas entre as placas. Os grãos de ferrita proeutetoide foram formados a 810 °C por um mecanismo de transformação que envolve a difusão do ferro e de substitucionais a longas distâncias, com a reconstrução difusional do reticulado (mecanismo de transformação reconstrutivo)⁹⁰. Desse modo, é natural que esses grãos apareçam como as regiões mais claras (brancas/cinzas) no mapa de contraste por apresentarem menor densidade de defeitos devido ao mecanismo de transformação que os originou.

As regiões não indexadas no mapa (b), representadas em tons de cinza e correspondentes às áreas mais escuras do mapa (a), são majoritariamente constituídas por ferrita bainítica e austenita retida (ausferrita). Ao comparar os mapas (a), (b), (c) e (d), nota-se que a maior parte da austenita indexada se localiza nas interfaces formadas com grãos de ferrita proeutetoide, formando filmes de austenita enriquecida em carbono, similares aos indicados pelas setas verdes nas Figuras 5.26 (a) e 5.26 (b). O carbono acumulado nessas interfaces, rejeitado durante a nucleação da ferrita proeutetoide e a partição da martensita, enriqueceu essa austenita, tornando-a estável durante a etapa de partição e o resfriamento até a temperatura ambiente.

Segundo os resultados quantitativos do mapeamento de EBSD, 68,6% da microestrutura analisada corresponde a fases com estrutura CCC (áreas em vermelho no mapa (b)); 3,3% a fases com estrutura CFC (em azul) e 28,1% a regiões não indexadas (em tons de cinza). Ao normalizar esses valores em relação ao percentual total indexado, obtêm-se 95,4% de ferrita (ferrita proeutetoide + martensita particionada + ferrita bainítica) e 4,6% de austenita retida. Esse percentual de austenita retida é 60,7% menor do que o valor médio obtido por meio da técnica de difração de raios X (11,7%). É provável que a austenita retida dos filmes localizados entre as subunidades de ferrita bainítica foi detectada pela difração de raios X, mas não tenha sido indexada durante o mapeamento de EBSD.

Os mapas de orientações da austenita e da ferrita (ferrita proeutetoide + martensita particionada + ferrita bainítica) estão ilustrados, respectivamente, nas imagens (e) e (f). No mapa (e), os filmes de austenita retida que apresentam a mesma cor possuem a mesma orientação cristalográfica, o que também ocorre com os grãos

de ferrita proeutetoide, as placas de martensita particionada e a ferrita bainítica no mapa (f).

Nota-se que os grãos de ferrita proeutetoide apresentam orientações aleatórias, característica típica de microestruturas recozidas. Conforme discutido no mapa (f) da Figura 5.24, as placas de martensita apresentam distribuição aleatória em função das múltiplas variantes do plano de hábito da transformação martensítica. Já os filmes de austenita retida, localizados nas interfaces com os grãos de ferrita proeutetoide, apresentam a mesma orientação cristalográfica dos respectivos grãos da austenita anterior.

5.6 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA APÓS TRATAMENTOS TÉRMICOS

Conforme descrito no capítulo de Materiais e Métodos, a caracterização mecânica dos corpos de prova submetidos aos tratamentos térmicos projetados foi realizada por meio de ensaios de tração, dureza e impacto.

O ensaio de tração foi realizado para determinar o módulo de elasticidade (E em GPa), o limite de escoamento (σ_{LE} em MPa), o limite de resistência à tração (σ_{LRT} em MPa) e o alongamento percentual ($A\%$). O ensaio Brinell (HBW) foi utilizado para medir a dureza das amostras, enquanto a dureza da microestrutura da matriz foi medida por meio do ensaio de microdureza Vickers (HV). A energia absorvida no impacto (E_{abs} em J) foi avaliada por meio do ensaio Charpy. Os resultados dessas técnicas são apresentados e discutidos a seguir.

Na Tabela 5.9 estão listados os valores médios das propriedades mecânicas investigadas, associados às frações volumétricas de ferrita proeutetoide ($\%f_{\alpha p}$), martensita particionada ($\%f_{\alpha'p}$), ausferrita ($\%f_{AF}$) e austenita retida ($\%f_{\gamma}$) obtidas nos tratamentos térmicos 1 ao 8. Todas as médias listadas na Tabela 5.9 foram submetidas à análise de variância¹³⁶ (ANOVA) e ao teste de Tukey¹³⁷, considerando um nível de confiança de 95%.

Todos os resultados da análise de variância são apresentados no Apêndice A. As tabelas de comparação de médias pelo teste de Tukey, referentes às frações volumétricas de ferrita proeutetoide, martensita particionada, ausferrita e austenita retida, estão no Apêndice B. Já as tabelas de comparação das médias das propriedades mecânicas listadas na Tabela 5.9 são apresentadas ao longo da discussão dos resultados.

Tabela 5.9 – Resumo das propriedades mecânicas investigadas, associadas às frações volumétricas de ferrita proeutetoide ($\%f_{\alpha p}$), martensita particionada ($\%f_{\alpha'p}$), ausferrita ($\%f_{AF}$) e austenita retida ($\%f_r$). E: módulo de elasticidade; σ_{LE} : limite de escoamento; σ_{LRT} : limite de resistência à tração; A%: alongamento percentual; HBW: dureza Brinell; HV: dureza Vickers; E_{abs} : energia absorvida no impacto (J). As frações volumétricas de martensita particionada e ausferrita foram estimadas por meio da Equação 4.6 para o TT 1, e da Equação 4.7 para os TT 2 ao 8, a partir dos valores experimentais que resultaram nas médias de fração volumétrica de ferrita proeutetoide listadas aqui e na Tabela 5.7. As frações volumétricas de austenita retida foram extraídas da Tabela 5.8.

	Frações volumétricas				Tração			Dureza		Impacto	
TT	%f _{αp} (%)	%f _{α'p} (%)	%f _{AF} (%)	%f _γ (%)	E (GPa)	σ _{LE} (MPa)	σ _{LRT} (MPa)	A% (%)	HBW (2,5/187,5)	HV (0,01)	E _{abs} (J)
Bruto	-	-	-	-	162 ± 22	350 ± 17	499 ± 17	13,1 ± 7	192 ± 6	-	103,4 ± 11,4
1	-	55	45	17,5 ± 0,8	157 ± 5	1292 ± 37	1462 ± 55	1,9 ± 0,7	396 ± 19	619 ± 21	75,3 ± 10,5
2	2,3 ± 0,2	53,8 ± 0,1	43,9 ± 0,1	13,8 ± 0,7	165 ± 11	1209 ± 32	1380 ± 28	1,7 ± 0,5	357 ± 17	594 ± 19	55,6 ± 5,8
3	7,6 ± 0,7	56,4 ± 0,3	36,0 ± 0,2	13,7 ± 0,7	150 ± 5	1114 ± 40	1313 ± 37	1,6 ± 0,2	349 ± 15	580 ± 15	58,8 ± 11,2
4	25,4 ± 1,5	51,5 ± 0,6	23,1 ± 0,3	11,7 ± 0,4	150 ± 7	1043 ± 59	1218 ± 42	1,4 ± 0,2	306 ± 15	555 ± 20	60,8 ± 8,7
5	32,2 ± 1,5	53,5 ± 1,0	14,3 ± 0,3	10,5 ± 0,6	153 ± 10	850 ± 72	1118 ± 35	1,5 ± 0,2	291 ± 17	518 ± 20	65,8 ± 8,5
6	10,0 ± 1,0	45,4 ± 0,4	44,7 ± 0,4	13,4 ± 0,8	157 ± 13	1033 ± 96	1234 ± 79	1,6 ± 0,2	341 ± 8	552 ± 14	67,9 ± 8,6
7	19,7 ± 1,5	35,0 ± 0,5	45,3 ± 0,9	14,6 ± 1,0	160 ± 9	942 ± 65	1157 ± 59	1,6 ± 0,3	306 ± 16	540 ± 10	77,5 ± 4,0
8	33,2 ± 1,4	23,9 ± 0,5	42,9 ± 0,9	10,8 ± 0,6	149 ± 5	833 ± 66	1077 ± 63	2,0 ± 0,6	291 ± 14	511 ± 9	79,3 ± 3,6

Fonte: o autor.

Em relação ao módulo de elasticidade (E) médio determinado para cada condição ensaiada, conforme os resultados da análise de variância apresentados na Tabela A.2, os valores médios listados na Tabela 5.9 não apresentam diferenças estatisticamente significativas. Desse modo, esses valores podem ser considerados equivalentes. Essa hipótese foi confirmada pelo teste de Tukey, com a comparação das médias apresentada na Tabela 5.10. Médias classificadas nesse teste com a mesma letra são estatisticamente iguais.

Tabela 5.10 – Comparação entre as médias do módulo de elasticidade (E) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Todas as médias pertencem ao mesmo grupo (A), indicando que não há diferenças estatisticamente significativas entre elas.

TT	Médias	Grupo
2	165	A
Bruto	162	A
7	160	A
1	157	A
6	157	A
5	153	A
3	150	A
4	150	A
8	149	A

Fonte: o autor.

Observa-se que o módulo de elasticidade variou entre 149 e 165 GPa, abaixo dos valores especificados na norma ISO 1083:2018¹⁴⁰ para ferros nodulares de matriz ferrítica (169 GPa) e de matrizes perlítica, ausferrítica e de martensita revenida (176 GPa). Além da microestrutura da matriz, o tamanho, a quantidade, a distribuição dos nódulos e a nodularidade influenciam o módulo de elasticidade. Grande quantidade de pequenos nódulos, distribuições irregulares e baixa nodularidade reduzem o módulo elástico^{2,141}.

Conforme apresentado na Tabela 5.1 e nos mapas da Figura 5.2, essas características da grafita apresentaram grande variação ao longo da seção transversal da barra do FUCO FE 45012, cuja microestrutura bruta de solidificação foi caracterizada. A nodularidade variou de 89,6% (no raio de 10 mm, 2º quadrante) a 95,8% (no raio de 20 mm, 3º quadrante); o número de nódulos por mm² variou de 198

(no centro, 3º quadrante) a 708 (no raio de 25 mm, 2º quadrante); e o diâmetro médio dos nódulos variou de 12,7 μm (no raio de 25 mm, 2º quadrante) a 25,6 μm (no raio de 15 mm, 2º quadrante). Além disso, nas Figuras 5.1 e 5.3 foram observadas grafitas flotadas, explodidas, em grumos e alinhamentos de grafitas. Todos esses fatores, somados à distribuição de ferrita proeutetoide ao redor dos nódulos de grafita, contribuíram para que os valores de módulo elástico medidos fossem inferiores aos relatados na literatura.

A partir da análise de variância dos valores de limite de escoamento (σ_{LE}), apresentada na Tabela A.3, observou-se que as médias de um ou mais tratamentos térmicos diferem estatisticamente. A comparação dessas médias foi realizada por meio do teste de Tukey, e os resultados estão apresentados na Tabela 5.11. Nesse teste, médias estatisticamente diferentes são classificadas com letras diferentes.

Tabela 5.11 – Comparação entre as médias do limite de escoamento (σ_{LE}) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Valores que não compartilham uma mesma letra possuem diferenças estatisticamente significativas.

TT	Médias	Grupos			
1	1292	A			
2	1209	A	B		
3	1114		B	C	
4	1043			C	D
6	1033			C	D
7	942				D E
5	850				E
8	833				E
Bruto	350				F

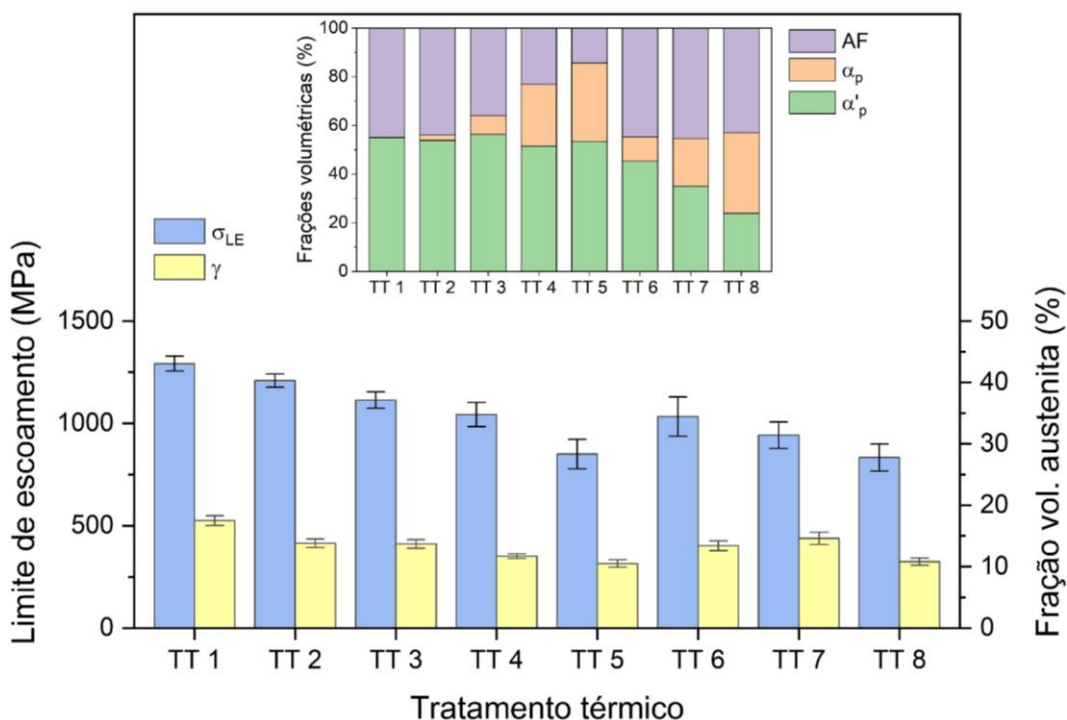
Fonte: o autor.

Nota-se que entre as médias comparadas, há pares e trios de valores estatisticamente iguais, com algumas pertencendo a dois grupos distintos, enquanto outras a apenas um. O único limite de escoamento que diferiu estatisticamente de todos os outros é o referente ao material bruto de solidificação, que apresentou o menor valor (350 MPa), mas superou o requisito mínimo (310 MPa) da norma ASTM A536-84⁴⁴ para essa classe de ferro nodular (65-45-12), conforme observado na Tabela 3.2.

Entre os tratamentos térmicos projetados, o TT 1, com o maior valor (1292 MPa), resultou em um limite de escoamento 269% superior ao do bruto de solidificação, enquanto o TT 8, com o menor valor (833 MPa), resultou em um limite de escoamento 138% maior. O limite de escoamento resultante do TT 1 ficou próximo do valor obtido por Melado³⁵ (1300 MPa) para têmpera a 170 °C e partição a 375 °C por 15 min. Já os TT 2 ao 8 resultaram em limites de escoamento superiores ao do ADI dual (500 MPa), especificado na norma ASTM A897/A897M-16⁸¹, que situaram-se entre os valores apresentados pelas classes de ADI 2 e 5 (750 e 1300 MPa), conforme observado na Tabela 3.4.

Em relação às microestruturas projetadas, o efeito da ferrita proeutetoide no limite de escoamento pode ser analisado com base nos gráficos da Figura 5.28. No gráfico de barras principal, estão apresentados o limite de escoamento (σ_{LE}) e a fração volumétrica de austenita retida (γ) resultantes dos tratamentos térmicos projetados. Já no gráfico de barras secundário, estão ilustradas as frações volumétricas de ausferrita (AF), ferrita proeutetoide (α_p) e martensita particionada (α'_p) formadas nesses tratamentos.

Figura 5.28 – Limite de escoamento e frações volumétricas em função dos tratamentos térmicos projetados. No gráfico principal, estão representados o limite de escoamento (σ_{LE}) e a fração volumétrica de austenita retida (γ), no secundário, as frações volumétricas de ausferrita (AF), ferrita proeutetoide (α_p) e martensita particionada (α'_p). Ambos os gráficos estão em função dos tratamentos térmicos 1 ao 8.



Fonte: o autor.

De acordo com os resultados do teste de Tukey, apresentados na Tabela B.2 para as frações volumétricas de ferrita proeutetoide, na Tabela B.3 para as de ausferrita e na Tabela B.4 para as de martensita particionada, observa-se que as frações de ferrita proeutetoide são estatisticamente diferentes nos TT 3, 4 e 5, assim como nos TT 6, 7 e 8. Por sua vez, as frações de ausferrita diferem estatisticamente entre os TT 3, 4 e 5, enquanto as de martensita particionada apresentam diferenças significativas entre os TT 6, 7 e 8. Essas variações correspondem ao fato de que as frações de ferrita proeutetoide foram projetadas para substituir a ausferrita nos TT 3, 4 e 5, e a martensita nos TT 6, 7 e 8, conforme pode ser observado no gráfico secundário da Figura 5.28.

Analizando o gráfico principal da Figura 5.28 em conjunto com a Tabela 5.11, observa-se que tanto a substituição da ausferrita quanto da martensita particionada por ferrita proeutetoide resultou na diminuição do limite de escoamento. Isso é evidenciado pelo fato de que as médias dos limites de escoamento dos TT 1 e 2 são estatisticamente iguais entre si e diferentes das médias dos TT 5 e 8. Além disso, a redução do limite de escoamento foi semelhante em ambos os casos, uma vez que as médias dos TT 5 e 8 também são estatisticamente iguais. Ou seja, a formação de ferrita proeutetoide nas microestruturas resultou na diminuição do limite de escoamento, independentemente do microconstituente substituído, seja ausferrita ou martensita particionada.

No que diz respeito às frações volumétricas de austenita retida apresentadas no gráfico principal da Figura 5.28, considerando a comparação das médias realizada por meio do teste de Tukey e apresentada na Tabela A.2, conclui-se que as variações observadas na fração volumétrica de austenita retida não exerceram influência sobre o comportamento apresentado pelo limite de escoamento. Aranzabal *et al.*¹⁴² e Rao e Putatunda¹⁴³ relataram que, no ADI, maiores frações de austenita retida levaram à redução do limite de escoamento. No entanto, as maiores frações de austenita retida obtidas neste trabalho estão associadas aos tratamentos que resultaram nos maiores limites de escoamento, o que contrasta com o comportamento descrito na literatura.

Os resultados da comparação das médias do limite de resistência à tração (σ_{LRT}) pelo teste de Tukey estão apresentados na Tabela 5.12, enquanto os da análise de variância estão listados na Tabela A.7. Entre as médias comparadas, há pares, trios e um quarteto de valores estatisticamente iguais, com várias pertencendo a dois grupos distintos. O único limite de resistência à tração que diferiu estatisticamente de

todos os outros refere-se ao material bruto de solidificação, que apresentou o menor valor (499 MPa), mas ultrapassou o requisito mínimo (450 MPa) da norma ASTM A536-84⁴⁴ para essa classe de ferro nodular (65-45-12), conforme valor indicado na Tabela 3.2.

Tabela 5.12 – Comparação entre as médias do limite de resistência à tração (σ_{LRT}) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Valores que não compartilham uma mesma letra possuem diferenças estatisticamente significativas.

TT	Médias	Grupos			
1	1462	A			
2	1380	A	B		
3	1313		B	C	
6	1234			C	D
4	1218			C	D
7	1157				D E
5	1118				D E
8	1077				E
Bruto	499				F

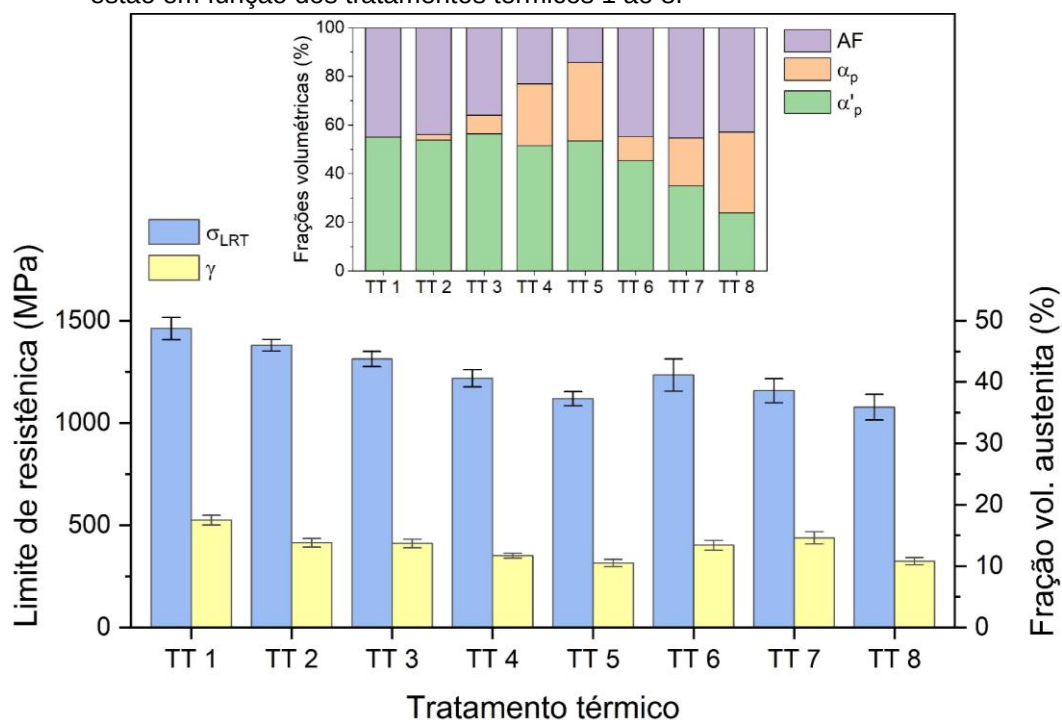
Fonte: o autor.

Nota-se que o limite de resistência à tração resultante do TT 1 (1462 MPa), foi 193% maior que o do bruto de solidificação, enquanto o do TT 8 (1077 MPa) foi 116% maior. O limite de resistência referente ao TT 1 ficou um pouco acima do valor obtido por Melado³⁵ (1453 MPa) após têmpera a 170 °C e partição a 375 °C por 15 min. Os limites de resistência resultantes dos TT 2 ao 8, por sua vez, ficaram entre os valores apresentados pelas classes de ADI 2 e 4 (1050 e 1400 MPa) e foram superiores ao do ADI dual (750 MPa), especificados na norma ASTM A897/A897M-16⁸¹, conforme Tabela 3.4.

O efeito das microestruturas projetadas no limite de resistência à tração pode ser observado nos gráficos da Figura 5.29. O limite de resistência à tração (σ_{LRT}) e a fração volumétrica de austenita retida (γ), resultantes dos tratamentos térmicos 1 ao 8, estão representados no gráfico de barras principal. As frações volumétricas de ausferrita (AF), ferrita proeutetoide (α_p) e martensita particionada (α'_p) estão ilustradas no gráfico de barras secundário.

De maneira semelhante ao comportamento observado para o limite de escoamento, a substituição da martensita particionada e da ausferrita por ferrita proeutetoide também resultou na redução do limite de resistência à tração. Esse efeito é confirmado pela diferença estatística entre os limites de resistência dos TT 1 e 2 em relação aos TT 5 e 8. Além disso, a equivalência dos efeitos, independentemente do microconstituente substituído, é evidenciada pelo fato de que as médias dos TT 1 e 2 são estatisticamente iguais entre si, assim como as médias dos TT 5 e 8, como mostrado na Tabela 5.12. As reduções nos limites de escoamento e de resistência à tração causadas pela ferrita proeutetoide são coerentes com o fato dessa fase apresentar menor resistência mecânica que a martensita particionada e a ausferrita.

Figura 5.29 – Limite de resistência à tração e frações volumétricas em função dos tratamentos térmicos projetados. No gráfico principal, estão representados o limite de resistência à tração (σ_{LRT}) e a fração volumétrica de austenita retida (γ), no secundário, as frações volumétricas de ausferrita (AF), ferrita proeutetoide (α_p) e martensita particionada (α'_p). Ambos os gráficos estão em função dos tratamentos térmicos 1 ao 8.



Fonte: o autor.

Analisando o limite de resistência à tração em relação às frações volumétricas de austenita retida, conclui-se que as variações observadas na fração volumétrica de austenita retida não tiveram influência sobre o comportamento apresentado pelo limite de resistência à tração. Assim como no caso do limite de escoamento, Aranzabal *et al.*¹⁴² e Rao e Putatunda¹⁴³ demonstraram que, no ADI, maiores frações de austenita retida também estão associadas à redução do limite de resistência à tração.

Outra vez, os resultados obtidos neste trabalho contrastam com o comportamento descrito na literatura, já que os tratamentos térmicos que resultaram nas maiores frações volumétricas de austenita retida proporcionaram os maiores limites de resistência à tração.

Conforme observado na Tabela 5.9, os valores médios de alongamento percentual ($A\%$) resultantes dos tratamentos térmicos 1 ao 8 variaram entre 1,4 e 2,0%, valores que estão muito abaixo do alongamento médio de 13,1% apresentado pelos corpos de prova da condição bruto de solidificação. Os resultados da comparação das médias do alongamento percentual pelo teste de Tukey estão listados na Tabela 5.13, enquanto os da análise de variância estão apresentados na Tabela A.8.

Tabela 5.13 – Comparação entre as médias do alongamento percentual ($A\%$) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Valores que não compartilham uma mesma letra possuem diferenças estatisticamente significativas.

TT	Médias	Grupos
Bruto	13,0	A
8	2,00	B
1	1,85	B
2	1,70	B
3	1,63	B
7	1,58	B
6	1,58	B
5	1,53	B
4	1,43	B

Fonte: o autor.

Conforme o resultado do teste de Tukey, os valores médios de alongamento percentual resultantes dos TT 1 ao 8 não apresentam diferenças estatisticamente significativas. O valor de alongamento percentual referente ao material bruto de solidificação, além de ser estatisticamente diferente das outras médias, ficou acima do requisito mínimo (12%) especificado na norma ASTM A536-84⁴⁴ para essa classe de ferro nodular (65-45-12), conforme indicado na Tabela 3.2.

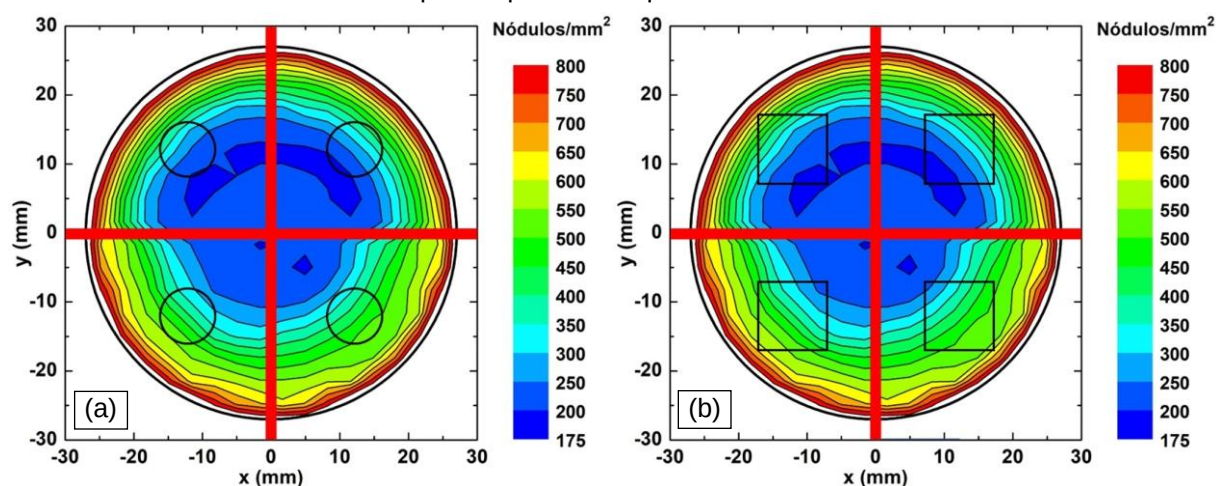
O alongamento percentual do TT 1 é 79,6% inferior ao obtido por Melado³⁵ (9,3%) para têmpera a 170 °C e partição a 375 °C por 15 min. Em relação aos TT 2 ao 8, seus valores de alongamento são bem inferiores ao do ADI dual (11%),

especificado na norma ASTM A897/A897M-16⁸¹, situando-se entre os valores apresentados pelas classes de ADI 4 e 5 (1,0 e 2,0%), conforme Tabela 3.4.

Os tratamentos térmicos 3 ao 8 foram projetados visando a obtenção de ferros nodulares temperados e particionados com níveis de alongamento percentual comparáveis aos dos ADI duais, que exibem de 5% a 28% de alongamento, conforme resultados compilados da literatura a partir de várias publicações^{14,15,17,98-101}. Notadamente, esse objetivo não foi atingido. Alguns fatores que contribuíram para os baixos valores de alongamento obtidos são considerados a seguir.

O mapa de distribuição do número de nódulos da Figura 5.2 (c) está reproduzido nas imagens (a) e (b) da Figura 5.30, com os padrões de corte e usinagem do material das barras, apresentados na Figura 4.4, sobrepostos a ele. Na imagem (a), estão sobrepostas as seções transversais correspondentes ao comprimento útil dos corpos de prova de tração, e na imagem (b), as seções transversais dos corpos de prova de impacto.

Figura 5.30 – Mapas de distribuição do número de nódulos por unidade de área ao longo da seção transversal da barra 1 do FUCO FE 45012, com as posições dos cortes do material e das seções transversais dos corpos de prova sobrepostas. (a) Seções transversais correspondentes ao comprimento útil dos corpos de prova de tração; (b) Seções transversais dos corpos de prova de impacto.



Fonte: o autor.

Nota-se que, devido aos gradientes microestruturais existentes entre o centro e a superfície das barras, a distribuição do número de nódulos não era homogênea ao longo da seção transversal dos corpos de prova de tração e impacto. Essa heterogeneidade na distribuição dos nódulos de grafita contribuiu para os baixos valores de alongamento obtidos. Regiões com grande concentração de nódulos pequenos, adjacentes a outras com baixa contagem de nódulos grandes, como

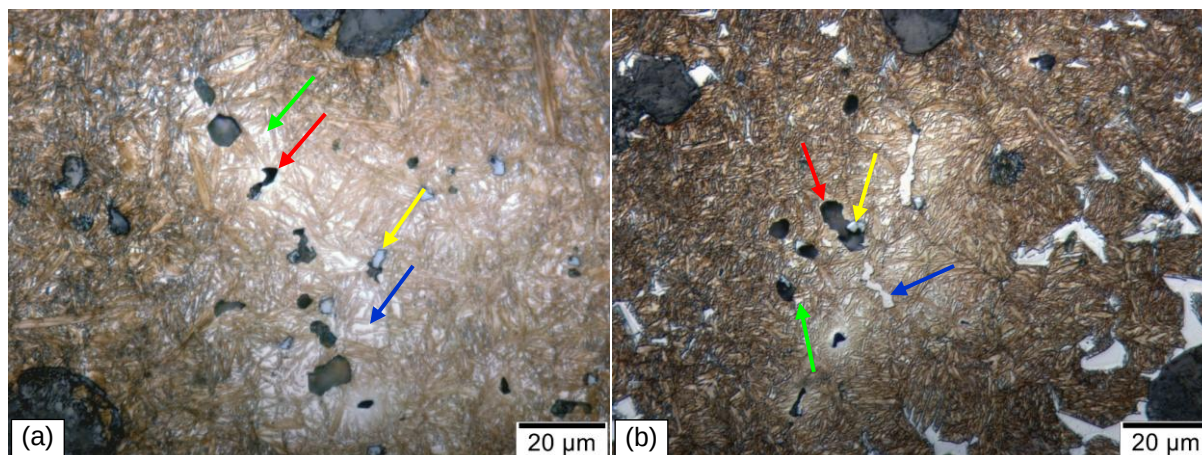
observado nos mapas da Figura 5.30, geram diferença de intensidade de concentração de tensão entre essas regiões, diminuindo significativamente a ductilidade do material nos ensaios de tração e impacto.

Liu *et al.*¹⁴⁴ avaliaram os efeitos da quantidade de nódulos de grafita nas propriedades mecânicas de um ferro nodular. Segundo os autores, uma distribuição homogênea de nódulos proporciona uma distribuição uniforme de tensões durante a solicitação do material sob tração. Nos ensaios realizados por eles, os corpos de prova com maior quantidade de nódulos apresentaram maior ductilidade. Os autores atribuíram esse aumento de plasticidade à diminuição da intensidade de concentração de tensões no material durante o ensaio de tração, proporcionada pela distribuição homogênea de pequenos nódulos de grafita ao longo da microestrutura.

As microestruturas resultantes dos tratamentos térmicos projetados também devem ser consideradas. A distribuição de ferrita proeutetoide ao redor dos nódulos de grafita, em uma microestrutura contendo também regiões de elevada resistência mecânica, formadas por martensita particionada e ausferrita, constitui outro fator relevante. Durante o ensaio de tração, as regiões ao redor dos nódulos agem como concentradores de tensões. Quando os nódulos estão circundados por grãos de ferrita proeutetoide, cuja resistência mecânica é inferior à da martensita particionada e da ausferrita, a deformação plástica tende a se concentrar nessas áreas. Isso favorece a formação de microtrincas na interface entre a ferrita e os nódulos de grafita e/ou entre a ferrita e os microconstituintes de maior resistência mecânica. O livre caminho médio disponível para as trincas se propagarem é maior na ferrita. O crescimento e a propagação dessas trincas resultam na fratura precoce do material, limitando significativamente os níveis de alongamento alcançados^{2,82}.

Um fator que também pode ter contribuído é a presença de concentradores de tensões e microconstituintes frágeis nos contornos de células de solidificação, como microrrechupes, inclusões e carbonetos de solidificação. As regiões dos corpos de prova com baixo número de nódulos apresentam níveis mais elevados de segregação de carbono e manganês nos contornos de células, devido à menor taxa de nucleação durante a solidificação. Nessas regiões, foram observados carbonetos de solidificação, inclusões de sulfeto de manganês, microrrechupes e o microconstituente MA (martensita-austenita), todos deletérios à ductilidade^{74,98}. Micrografias destacando essas regiões em amostras submetidas aos tratamentos térmicos 1 e 3 estão ilustradas na Figura 5.31.

Figura 5.31 – Imagens de microscopia óptica de regiões do contorno de células de solidificação de amostras submetidas aos tratamentos térmicos projetados. (a) TT 1; (b) TT 3. Microestruturas reveladas com pré-ataque em nital 2% por 5 s, seguido de ataque com metabissulfito de sódio 1% por 60 s. Na captura da imagem (b), utilizou-se o filtro Nomarski. Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.



Fonte: o autor.

Nas imagens da Figura 5.31, carbonetos de solidificação estão indicados pelas setas azuis, inclusões de sulfeto de manganês pelas amarelas, microrrechupes pelas vermelhas e o microconstituente MA pelas verdes. Esses defeitos microestruturais foram mais frequentemente observados em amostras retiradas dos quadrantes superiores (1° e 2°) das barras do FUCO FE 45012.

Em microestruturas de elevada resistência mecânica, como as formadas por martensita particionada e ausferrita, o mecanismo de fratura por clivagem apresenta maior influência na falha do material do que em microestruturas com elevada plasticidade, como as formadas predominantemente por ferrita. Esse mecanismo de fratura, que contribui para a redução da ductilidade, tende a iniciar preferencialmente nesses defeitos observados nos contornos de células de solidificação^{74,98}.

Os resultados da comparação das médias da dureza Brinell (HBW) pelo teste de Tukey estão apresentados na Tabela 5.14, e os da análise de variância estão listados na Tabela A.9. Entre as médias comparadas, há quatro pares de valores estatisticamente iguais, com uma delas pertencendo a dois grupos distintos. Duas médias são estatisticamente diferentes de todas as outras, a da condição bruto de solidificação (192 HBW) e a resultante do tratamento térmico 1 (396 HBW). As classes de ferros nodulares não têm um valor de dureza especificado por norma, mas a ABNT NBR 6916-17⁴³ lista uma faixa de dureza aproximada para as classes, apenas como referência. A dureza média do bruto ficou dentro da faixa sugerida para a classe FE 42012 (150-200 HBW).

Tabela 5.14 – Comparação entre as médias da dureza Brinell (HBW) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Valores que não compartilham uma mesma letra possuem diferenças estatisticamente significativas.

TT	Médias	Grupos		
1	396	A		
2	357		B	
3	349		B	C
6	341			C
4	306			D
7	306			D
5	291			E
8	291			E
Bruto	192			F

Fonte: o autor.

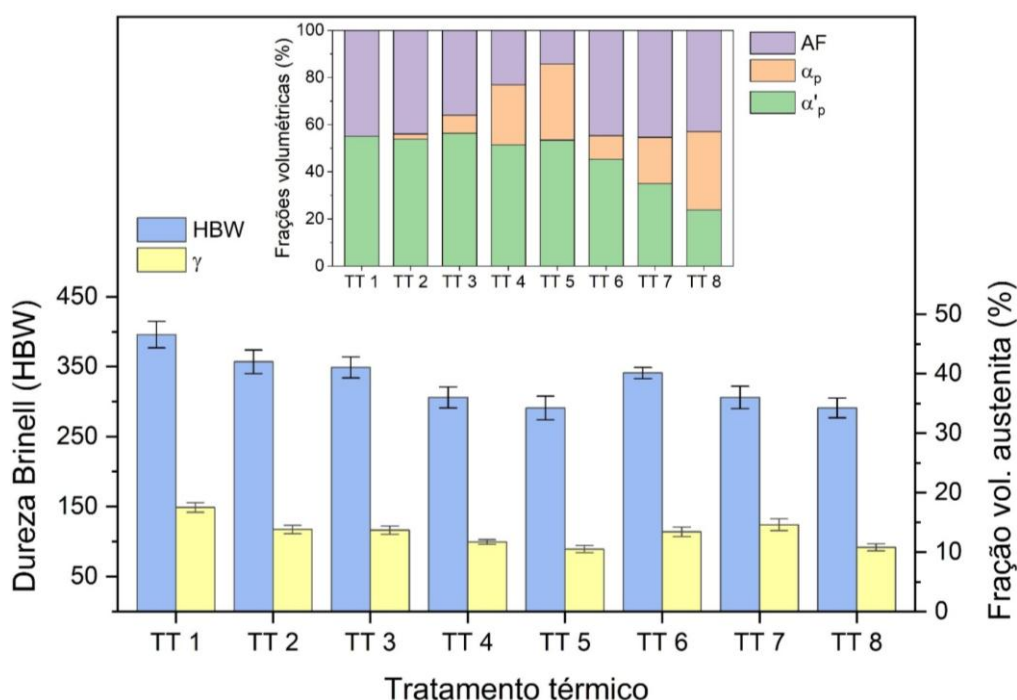
Das amostras tratadas termicamente, a dureza resultante do TT 1 foi 106% maior que a do bruto de solidificação, enquanto as durezas dos TT 5 e 8 (291 HBW) foram 52% maior. A dureza referente ao TT 1 ficou um pouco abaixo do valor obtido por Melado³⁵ (418 HBW) após têmpera a 170 °C e partição a 375 °C por 15 min. Em relação à faixa de dureza listada apenas como referência na norma ASTM A897/A897M-16⁸¹ para as classes de ADI, as durezas dos TT 2 ao 8 ficaram entre os valores apresentados pelas classes de ADI 1 e 3 (269-341 e 341-444 HBW), conforme Tabela 3.4. Em comparação à faixa do ADI dual (241-302 HBW), as durezas dos TT 5 e 8 ficaram dentro do intervalo, enquanto as demais ficaram acima.

A variação da dureza Brinell em função das microestruturas projetadas pode ser avaliada nos gráficos da Figura 5.32. No gráfico de barras principal, estão representadas a dureza Brinell (HBW) e a fração volumétrica de austenita retida (γ) resultantes dos tratamentos térmicos 1 ao 8. Já no gráfico de barras secundário, estão ilustradas as frações volumétricas de ausferrita (AF), ferrita proeutetoide (α_p) e martensita particionada (α'_p).

Conforme apresentado na Tabela 5.14, as médias das durezas dos TT 1, 2, 4 e 5 são estatisticamente diferentes entre si, assim como as médias dos TT 1, 2, 6, 7 e 8. Desse modo, ao comparar os dois gráficos de barras da Figura 5.32, é possível afirmar que a redução de dureza observada do TT 1 ao TT 5 é resultado da

substituição de martensita particionada (α'_p) por valores crescentes de ferrita proeutetoide (α_p). De maneira similar, a redução de dureza observada entre os TT 1, 2, 6, 7 e 8, é consequência da substituição de ausferrita (AF) por valores crescentes de ferrita proeutetoide (α_p). Além disso, como as médias dos TT 3 e 6, TT 4 e 7, e TT 5 e 8 são estatisticamente iguais entre si, pode-se afirmar que tanto a substituição de martensita particionada por ferrita proeutetoide quanto a substituição de ausferrita por ferrita proeutetoide causaram o mesmo efeito de redução na dureza Brinell.

Figura 5.32 – Dureza Brinell e frações volumétricas em função dos tratamentos térmicos projetados. No gráfico principal, estão representadas a dureza Brinell (HBW) e a fração volumétrica de austenita retida (γ), no secundário, as frações volumétricas de ausferrita (AF), ferrita proeutetoide (α_p) e martensita particionada (α'_p). Ambos os gráficos estão em função dos tratamentos térmicos 1 ao 8.



Fonte: o autor.

No gráfico de barras principal, comparando os valores de dureza Brinell com as frações volumétricas de austenita retida, conclui-se que as variações de dureza não foram influenciadas pelas variações de fração volumétrica de austenita retida, assim como observado para o limite de escoamento e o limite de resistência à tração. Para que houvesse relação entre essas variáveis, os menores valores de dureza Brinell deveriam estar associadas às maiores frações de austenita retida.

A dureza das regiões compostas por martensita particionada e ausferrita nas microestruturas das amostras foi determinada por meio do ensaio de microdureza Vickers (HV). Os valores médios foram comparados utilizando o teste de Tukey, com

os resultados apresentados na Tabela 5.15. Já os resultados da análise de variância dessas médias estão listados na Tabela A.10.

Tabela 5.15 – Comparação entre as médias da dureza Vickers (HV) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Valores que não compartilham uma mesma letra possuem diferenças estatisticamente significativas.

TT	Médias	Grupos	
1	619	A	
2	594		B
3	580		B
4	555		C
6	552		C
7	539		C
5	518		D
8	511		D

Fonte: o autor.

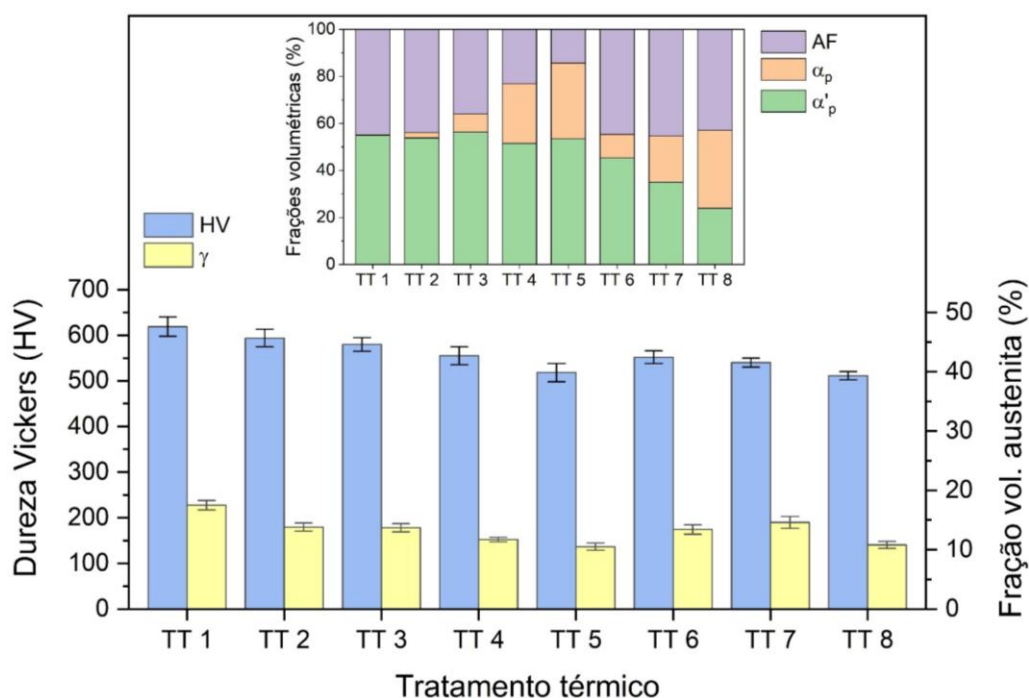
Entre as médias comparadas, há dois pares e um trio de valores estatisticamente iguais, e nenhuma delas faz parte de mais de um grupo. A única média estatisticamente diferente de todas as outras é a da dureza resultante do TT 1 (619 HV). Em relação ao valor obtido por Melado (522 HV) após têmpera a 170 °C e partição a 375 °C por 15 min, a dureza referente ao TT 1 é 18,6% superior. Essa diferença pode ser atribuída à temperatura de têmpera adotada para o TT 1 neste trabalho (151 °C), que resultou em uma fração volumétrica de martensita particionada maior do que a obtida por Melado³⁵ (55% x 45%).

A variação da dureza Vickers da matriz em função das microestruturas projetadas pode ser avaliada nos gráficos da Figura 5.33. No gráfico de barras principal, estão ilustradas a dureza Vickers (HV) e a fração volumétrica de austenita retida (γ) referentes aos tratamentos térmicos 1 ao 8. Já no gráfico de barras secundário, estão representadas as frações volumétricas de ausferrita (AF), ferrita proeutetoide (α_p) e martensita particionada (α'_p).

A dureza Vickers da matriz resultante do TT 1 é superior à dos TT 2 ao 5, devido ao maior teor de carbono da martensita formada na têmpera do TT 1 (0,81%) em comparação ao teor de carbono da martensita formada na têmpera desses tratamentos (0,61%). Como a temperatura e o tempo de partição foram os mesmos

em todos os tratamentos térmicos, o revenimento da martensita ocorreu sob as mesmas condições. Portanto, é natural que a martensita particionada do TT 1 proporcione maior dureza à matriz da microestrutura quando comparada à martensita particionada dos outros tratamentos. No caso dos TT 6 ao 8, além do menor teor de carbono, há menos martensita particionada na matriz resultante desses tratamentos do que na matriz resultante do TT 1, conforme ilustrado no gráfico secundário da Figura 5.33.

Figura 5.33 – Dureza Vickers e frações volumétricas em função dos tratamentos térmicos projetados. No gráfico principal, estão representadas a dureza Vickers (HV) e a fração volumétrica de austenita retida (γ), no secundário, as frações volumétricas de ausferrita (AF), ferrita proeutetoide (α_p) e martensita particionada (α'_p). Ambos os gráficos estão em função dos tratamentos térmicos 1 ao 8.



Fonte: o autor.

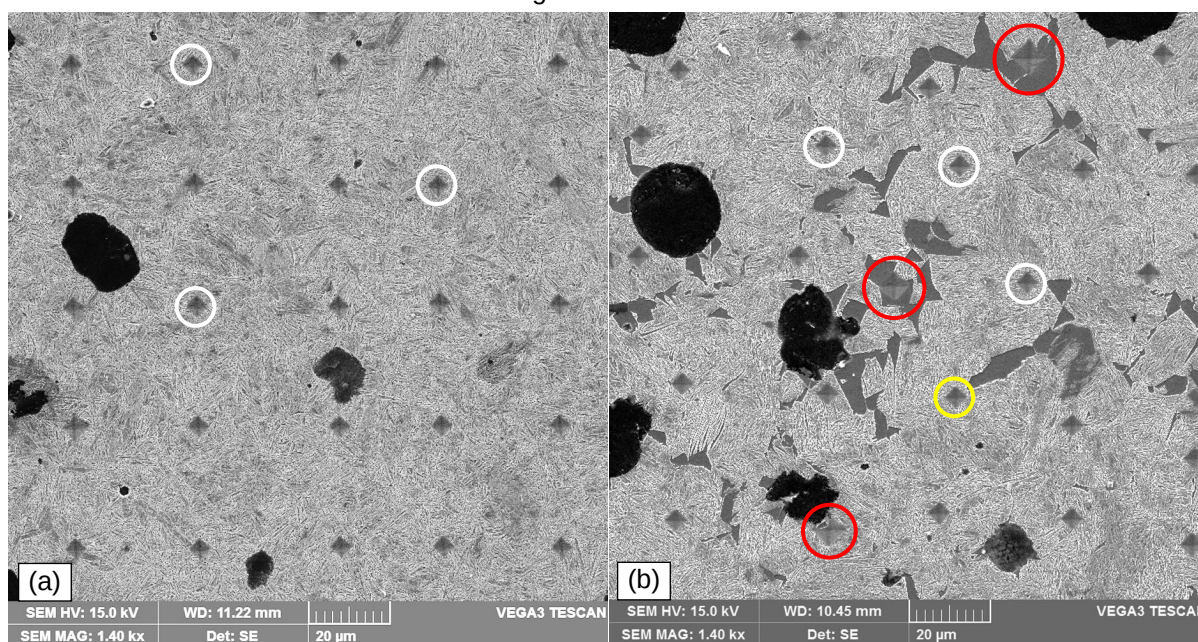
Conforme apresentado na Tabela 5.15, as médias das durezas dos TT 3, 4 e 5 são decrescentes e estatisticamente diferentes entre si, assim como as médias dos TT 2, 6 e 8. No gráfico de barras secundário da Figura 5.33, nota-se que há uma redução gradativa da fração de ausferrita (AF) em relação à fração de martensita particionada (α'_p) na matriz da microestrutura, do TT 3 ao TT 5. Por outro lado, entre os TT 2, 6 e 8, observa-se uma redução gradativa da fração de martensita particionada em relação à fração de ausferrita. Para o cálculo da dureza média, somente as medidas realizadas na matriz formada por martensita particionada e ausferrita foram consideradas; as indentações nos grãos de ferrita proeutetoide e nos nódulos de

grafita foram descartadas. Ainda assim, não se pode descartar uma possível influência causada pela presença de ferrita na microestrutura na queda de dureza observada entre os TT 3 ao 5 e entre os TT 2, 6 e 8. Conforme demonstrado nos resultados da caracterização microestrutural, em meio à matriz de martensita particionada e ausferrita formada nesses tratamentos, foram observados produtos alongados isentos de carbonetos, caracterizados como ferrita de Widmanstätten.

Comparando os valores de dureza Vickers com as frações volumétricas de austenita retida no gráfico de barras principal, conclui-se que as variações de dureza Vickers não foram influenciadas pelas variações de fração volumétrica de austenita retida, assim como observado para o limite de escoamento, o limite de resistência à tração e a dureza Brinell. Para que houvesse relação entre essas variáveis, os menores valores de dureza Vickers deveriam estar associados às maiores frações de austenita retida.

Imagens de MEV das matrizes de indentações 5x5 realizadas nas amostras dos TT 1 e 6 estão reproduzidas na Figura 5.34. Nas imagens (a) e (b), exemplos de indentações cujas medidas foram consideradas para o cálculo da dureza média estão destacados pelos círculos brancos. Na imagem (b), exemplos de indentações descartadas estão destacados pelos círculos vermelhos, e, pelo círculo amarelo, a indentação reproduzida com maior ampliação na Figura 5.35.

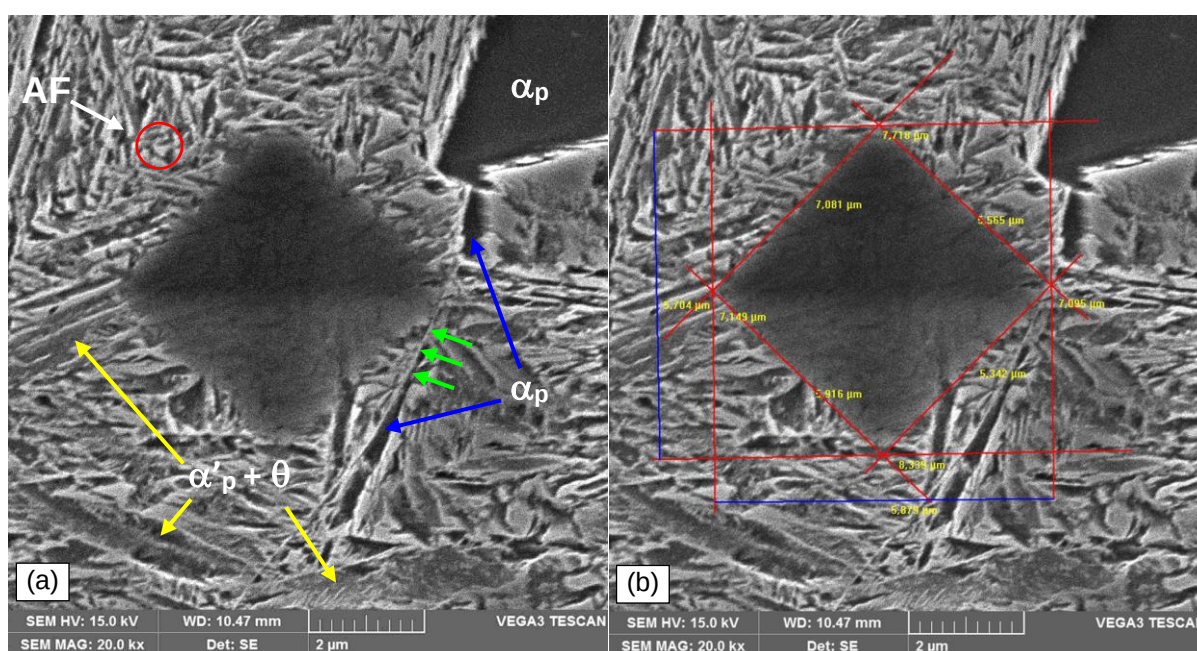
Figura 5.34 – Imagens de MEV das indentações do ensaio de microdureza Vickers. (a) Matriz de indentações na amostra do TT 1; (b) matriz de indentações na amostra do TT 6. Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.



Fonte: o autor.

Na Figura 5.35 estão reproduzidas imagens de MEV da indentação destacada pelo círculo amarelo na imagem (b) da Figura 5.34. Na imagem (a), estão indicadas pelas setas amarelas placas de martensita particionada com carbonetos de transição precipitados em seu interior; pelas setas verdes, um contorno de grão da austenita anterior; pelas setas azuis, pequenos grãos alotriomórficos de ferrita proeutetoide; e pelo círculo vermelho, uma região contendo ausferrita.

Figura 5.35 – Imagens de MEV de uma indentação do ensaio de microdureza Vickers realizada na amostra do TT 6. (a) Indentação destacada pelo círculo amarelo na imagem (b) da Figura 5.34; (b) marcações feitas no *software* Image-Pro Plus 5.1 para a medida das diagonais da indentação apresentada em (a). Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.



Fonte: o autor.

As retas vermelhas ilustradas na imagem (b) são marcações feitas no *software* Image-Pro Plus 5.1, utilizadas como referência para as medidas das diagonais realizadas com as retas azuis. O valor de dureza determinado com base nas medidas apresentadas na imagem (b) foi de 553 HV.

Os resultados da comparação das médias da energia absorvida no ensaio de impacto Charpy (E_{abs}), utilizando o teste de Tukey, estão apresentados na Tabela 5.16, e os da análise de variância estão listados na Tabela A.11. Entre as médias comparadas, os valores referentes à condição bruto de solidificação (103,4 J) e ao TT 8 (79,3 J) foram classificados como estatisticamente iguais. Da mesma forma, as médias dos TT 1 ao 8 não apresentam diferenças estatisticamente significativas. Esse resultado pode ser atribuído à baixa quantidade de amostras utilizada nos ensaios.

Conforme recomendação da norma ASTM A897/A897M-16⁸¹, foram ensaiados quatro corpos de prova de cada condição investigada, considerando-se apenas os três maiores valores de energia para o cálculo do valor médio de energia absorvida no impacto (E_{abs}). Uma amostragem maior seria necessária para obter médias com diferenças estatisticamente significativas, dada a dispersão de resultados inerente ao ensaio de impacto.

Tabela 5.16 – Comparação entre as médias da energia absorvida no impacto (E_{abs}) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Valores que não compartilham uma mesma letra possuem diferenças estatisticamente significativas.

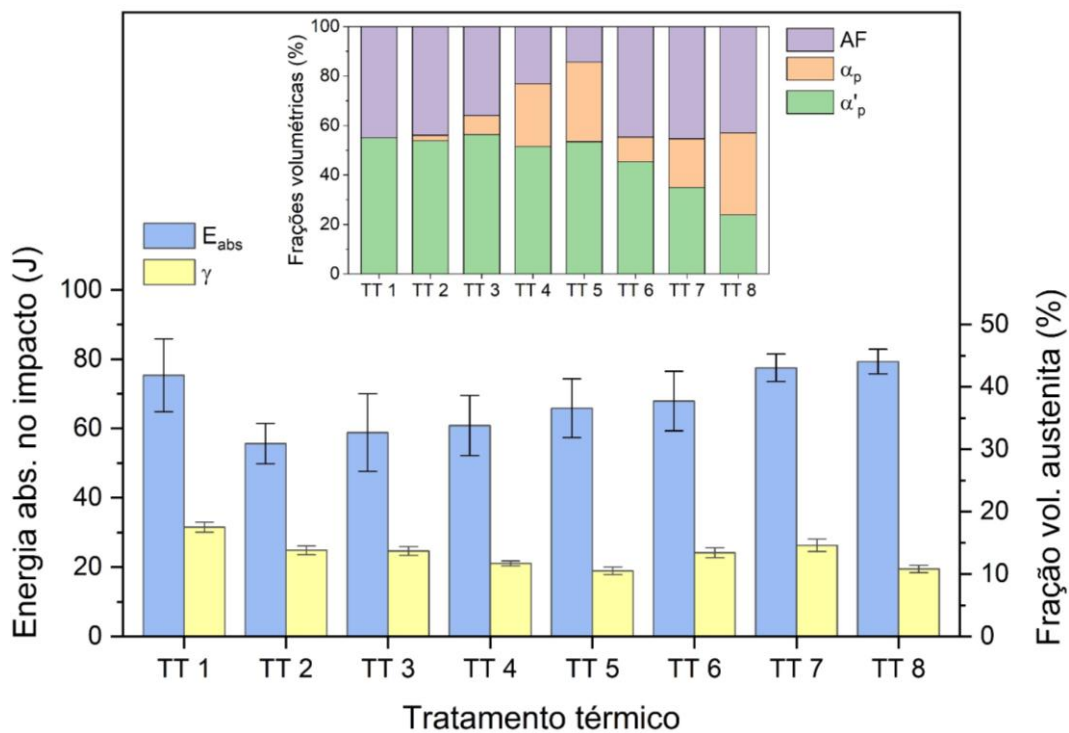
TT	Médias	Grupos	
Bruto	103,4	A	
8	79,3	A	B
7	77,5		B
1	75,3		B
6	67,9		B
5	65,8		B
4	60,8		B
3	58,8		B
2	55,6		B

Fonte: o autor.

O valor médio da energia absorvida pelos corpos de prova resultantes do TT 1 (75,3 J) foi 27,2% menor que o do bruto de solidificação e ficou um pouco abaixo do valor obtido por Melado³⁵ (81,2 J) após têmpera a 170 °C e partição a 375 °C por 15 min. As médias das energias absorvidas resultantes dos TT 2 ao 8 ficaram entre os valores apresentados pelas classes de ADI 2 e 4 (80 e 35 J) e foram inferiores à do ADI dual (110 J), especificados na norma ASTM A897/A897M-16⁸¹, conforme Tabela 3.4.

A variação da energia absorvida no impacto em função das microestruturas projetadas pode ser avaliada nos gráficos da Figura 5.36. No gráfico de barras principal, estão representadas a energia absorvida (E_{abs}) e a fração volumétrica de austenita retida (γ) resultantes dos tratamentos térmicos 1 ao 8. Já no gráfico de barras secundário, estão ilustradas as frações volumétricas de ausferrita (AF), ferrita proeutetoide (α_p) e martensita particionada (α'_p).

Figura 5.36 – Energia absorvida no impacto e frações volumétricas em função dos tratamentos térmicos projetados. No gráfico principal, estão representadas a energia absorvida no impacto (E_{abs}) e a fração volumétrica de austenita retida (γ), no secundário, as frações volumétricas de ausferrita (AF), ferrita proeutetoide (α_p) e martensita particionada (α'_p). Ambos os gráficos estão em função dos tratamentos térmicos 1 ao 8.



Fonte: o autor.

Nota-se no gráfico de barras principal da Figura 5.36 a magnitude da dispersão dos resultados, evidenciada pelas barras de desvio padrão. De acordo com os resultados apresentados na Tabela 5.16, estatisticamente todos esses valores de energia absorvida no impacto (E_{abs}) são iguais. No entanto, considerando o número reduzido de amostras utilizadas nos ensaios e o comportamento de outras propriedades mecânicas, como o limite de escoamento, o limite de resistência à tração e a dureza Brinell, em relação às frações volumétricas projetadas, sugere-se que essa igualdade estatística pode não refletir a real influência da microestrutura na energia absorvida no ensaio de impacto.

Desse modo, nota-se uma tendência de aumento na energia absorvida conforme a fração volumétrica de ferrita proeutetoide cresce entre os TT 2 e 5, e entre os TT 2, 6, 7 e 8. Observa-se, ainda, que a substituição de martensita particionada por ferrita proeutetoide parece promover uma elevação maior na energia absorvida no impacto do que a substituição de ausferrita por ferrita proeutetoide. Outra tendência observada é uma possível influência da fração volumétrica de austenita retida nos valores de energia absorvida dos TT 1 e 2.

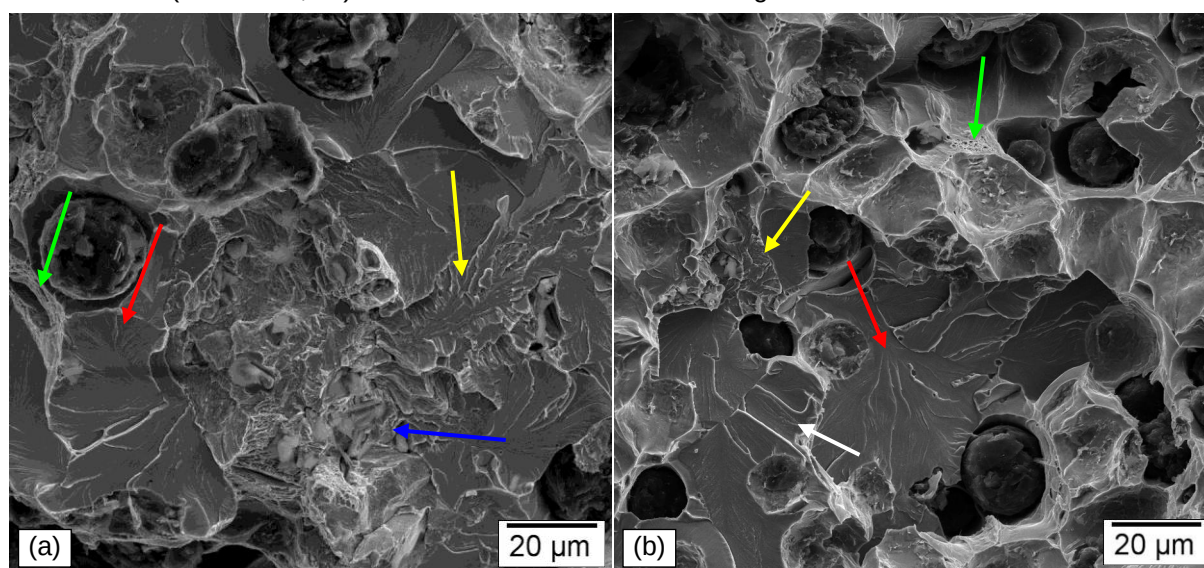
Além disso, a heterogeneidade na distribuição dos nódulos de grafita ao longo da seção transversal dos corpos de prova, conforme ilustrado na Figura 5.30 (b), possivelmente contribuiu não apenas para a dispersão dos valores de energia absorvida nos ensaios de impacto, mas também para limitar os valores máximos obtidos, devido aos gradientes de tensão gerados durante a sollicitação dinâmica.

Contudo, para validar essas hipóteses, seria necessário realizar novos ensaios de impacto com uma quantidade de corpos de prova adequadamente definida para cada condição investigada, por meio de um planejamento estatístico de experimentos¹³⁶.

5.7 ANÁLISE DAS SUPERFÍCIES DE FRATURA

Imagens de MEV-FEG das superfícies de fratura de corpos de prova do material bruto de solidificação, submetidos aos ensaios de tração (a) e impacto (b), estão ilustradas na Figura 5.37. Nas duas imagens, regiões com morfologia de fratura por clivagem estão indicadas pelas setas vermelhas, por *quasi*-clivagem, pelas setas amarelas e por *dimples* (alvéolos), pelas setas verdes. Na imagem (a), uma região de fratura ao longo de um contorno de célula de solidificação contendo inclusões de sulfeto de manganês e colônias de perlita está indicada pela seta azul. Na imagem (b), uma região com degraus de clivagem formados pela passagem de uma trinca através de um contorno de grão rotacionado está destacada pela seta branca.

Figura 5.37 – Imagens de MEV-FEG das superfícies de fratura de corpos de prova do material bruto de solidificação, submetidos aos ensaio de: (a) tração ($A_{\%} = 19,5\%$); (b) Impacto ($E_{abs} = 114,8$ J). Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.



Fonte: o autor.

A fratura por clivagem, comum em ferros fundidos de matriz ferrítica, é um mecanismo de fratura frágil. Nas superfícies das imagens (a) e (b), ela se apresenta na forma de múltiplas facetas com “marcas de rio” em seu interior, conforme observado nas áreas indicadas pelas setas vermelhas. Cada faceta corresponde a um grão de ferrita fraturado por clivagem¹⁴⁵.

No entanto, a fratura sofrida pelos corpos de prova do material bruto de solidificação não ocorreu exclusivamente por um mecanismo de fratura frágil. A deformação plástica em larga escala e o crescimento de trincas dúcteis podem ocorrer antes mesmo do início da clivagem¹⁴⁵. O alongamento percentual do corpo de prova de tração (19,5%), a energia absorvida pelo corpo de prova de impacto (114,8 J) e a presença de *dimples* nas duas superfícies de fratura evidenciam que a ruptura de ambos ocorreu por um mecanismo de fratura misto, com predominância de fratura dúctil.

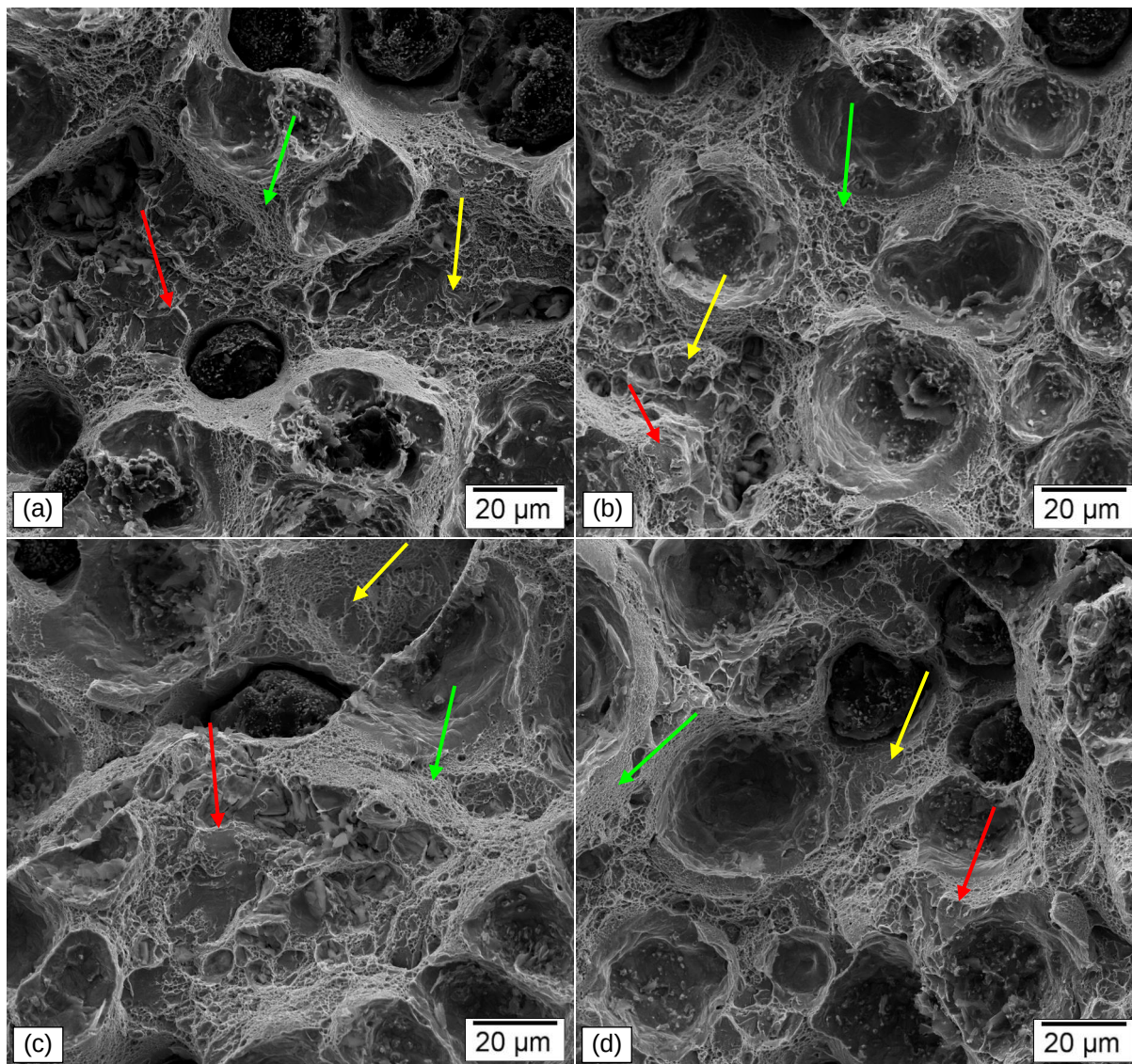
Durante a solicitação mecânica, microvazios foram formados nas interfaces matriz-grafita e nas regiões entre os nódulos, em inclusões e partículas de segunda fase. Com o aumento da tensão, os microvazios cresceram até coalescerem com vazios vizinhos, formando uma trinca macroscópica que levou os corpos de prova à fratura^{2,145}. O resultado disso, em escala microscópica, foi a formação de regiões com aparência rugosa na superfície de fratura. Essas regiões, conhecidas como *dimples*, estão indicadas pelas setas verdes.

Outro modo de fratura identificado nas imagens (a) e (b), a *quasi*-clivagem, exhibe facetas não tão bem definidas quanto as da clivagem, conforme pode ser notado nas áreas indicadas pelas setas amarelas. Nas regiões de *quasi*-clivagem, a superfície de fratura apresenta características tanto de clivagem quanto de *dimples*. As cristas de ruptura no interior das facetas da *quasi*-clivagem são mais irregulares que as “marcas de rio” da clivagem, devido à presença de deformação plástica. As facetas de *quasi*-clivagem são frequentemente identificadas em superfícies de fratura de ferros nodulares perlíticos, ausferríticos e martensíticos^{98,145}. As regiões indicadas pelas setas amarelas nas imagens (a) e (b) correspondem a áreas de colônias de perlita.

Na Figura 5.38 são apresentadas imagens de MEV-FEG das superfícies de fratura de corpos de prova submetidos a ensaios de tração (a) e (c) e de impacto (b) e (d), após tratamentos térmicos. As imagens (a) e (b) referem-se aos corpos de prova submetidos ao TT 1, enquanto (c) e (d) correspondem ao TT 2. Em todas as imagens,

estão indicados exemplos de regiões de fratura por *dimples*, pelas setas verdes; por clivagem, pelas setas vermelhas; e por *quasi-clivagem*, pelas setas amarelas.

Figura 5.38 – Imagens de MEV-FEG das superfícies de fratura de corpos de prova submetidos a ensaio de tração: (a) TT 1 ($A\% = 1,7\%$); (c) TT 2 ($A\% = 1,5\%$); e a ensaio de impacto: (b) TT 1 ($E_{abs} = 83,7 \text{ J}$); (d) TT 2 ($E_{abs} = 62,2 \text{ J}$). Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.



Fonte: o autor.

Em todas as superfícies apresentadas, nota-se a predominância da morfologia de fratura por *dimples*, com poucas áreas com morfologia de fratura por clivagem e *quasi-clivagem*. Os *dimples* estão distribuídos ao longo das regiões adjacentes aos nódulos de grafita, enquanto as áreas de clivagem e *quasi-clivagem* são mais frequentes nas regiões dos contornos de célula de solidificação, local onde ocorre a formação de carbonetos de solidificação, inclusões de sulfeto de manganês,

microrrechupes e, eventualmente, do microconstituente MA, conforme apresentado na Figura 5.31.

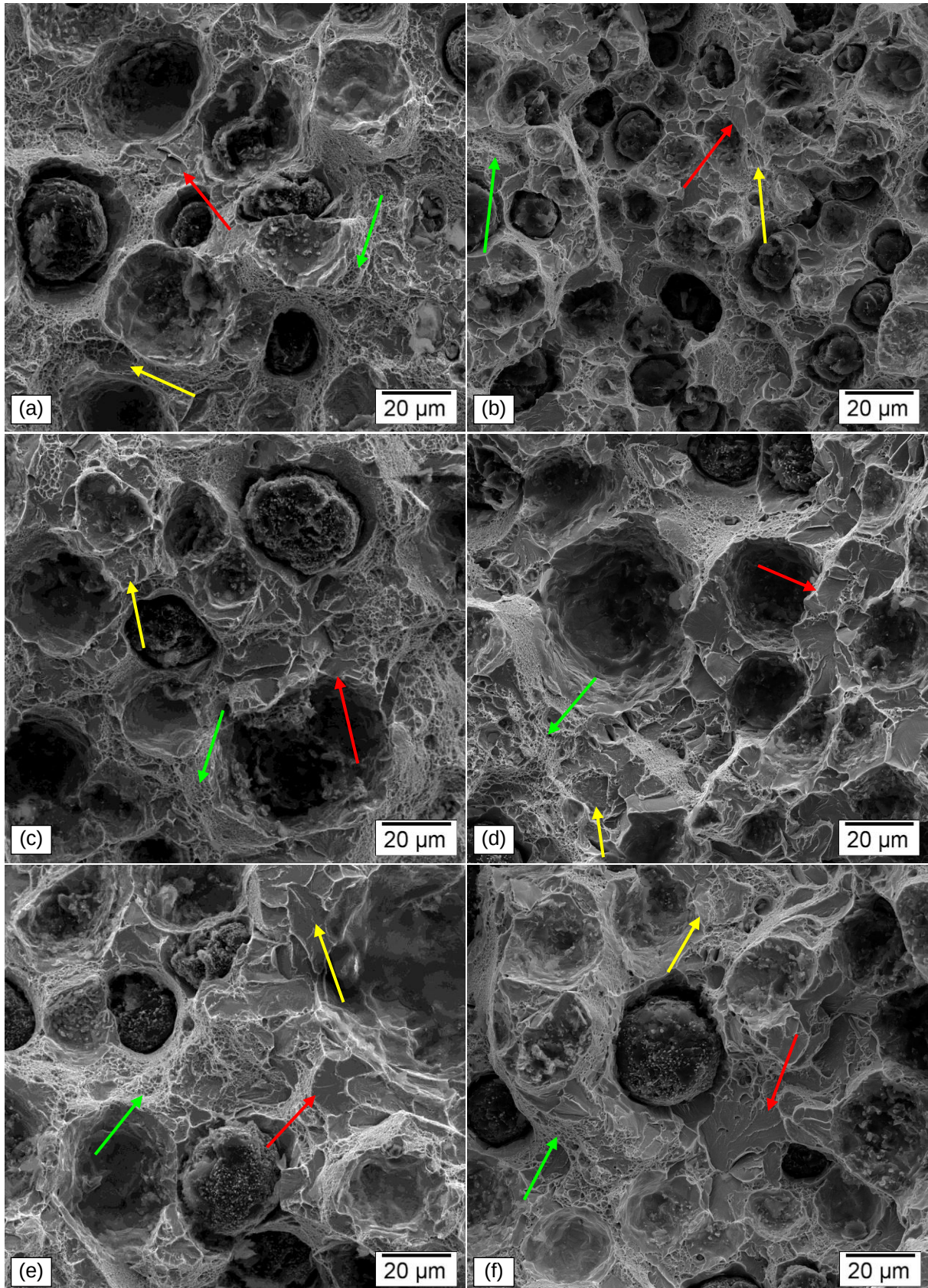
Observa-se que, na imagem (d), referente ao corpo de prova de impacto submetido ao TT 2, há mais áreas de clivagem e *quasi*-clivagem do que na imagem (b), relativa ao corpo de prova de impacto submetido ao TT 1. Além disso, o corpo de prova do TT 2 absorveu uma energia menor no ensaio de impacto em comparação ao do TT 1, com valores de 62,2 J e 83,7 J, respectivamente. Isso é consequência da presença de pequenos grãos de ferrita proeutetoide em meio a microestrutura formada por martensita particionada e ausferrita. Nesses grãos, as trincas se propagam preferencialmente ao longo dos planos cristalográficos da família {100}, promovendo as fraturas por clivagem.

Ainda nas imagens da Figura 5.38, é possível observar *dimples* de tamanhos variados. Há um conjunto de *dimples* maiores, formados após a nucleação de vazios em nódulos de grafita, juntamente com um conjunto de *dimples* menores, localizados nas regiões entre os nódulos e nucleados em pequenas inclusões. O tamanho dos *dimples* em uma superfície de fratura depende do número e da distribuição dos microvazios nucleados¹⁴⁵.

Os *dimples* maiores são formados nas interfaces da grafita com a matriz e nas regiões com menor concentração de sítios de nucleação de microvazios, como inclusões e partículas de segunda fase. Em locais com poucos microvazios nucleados, há mais espaço para que eles cresçam antes de coalescer, resultando em *dimples* maiores. Por outro lado, em áreas com muitos sítios de nucleação, a grande quantidade de microvazios restringe seu crescimento, originando *dimples* menores, como os destacados pela seta verde na imagem (d). A distribuição desigual de partículas nucleantes e o crescimento de microvazios de forma isolada no início do carregamento produzem superfícies de fratura com *dimples* de tamanhos variados¹⁴⁵.

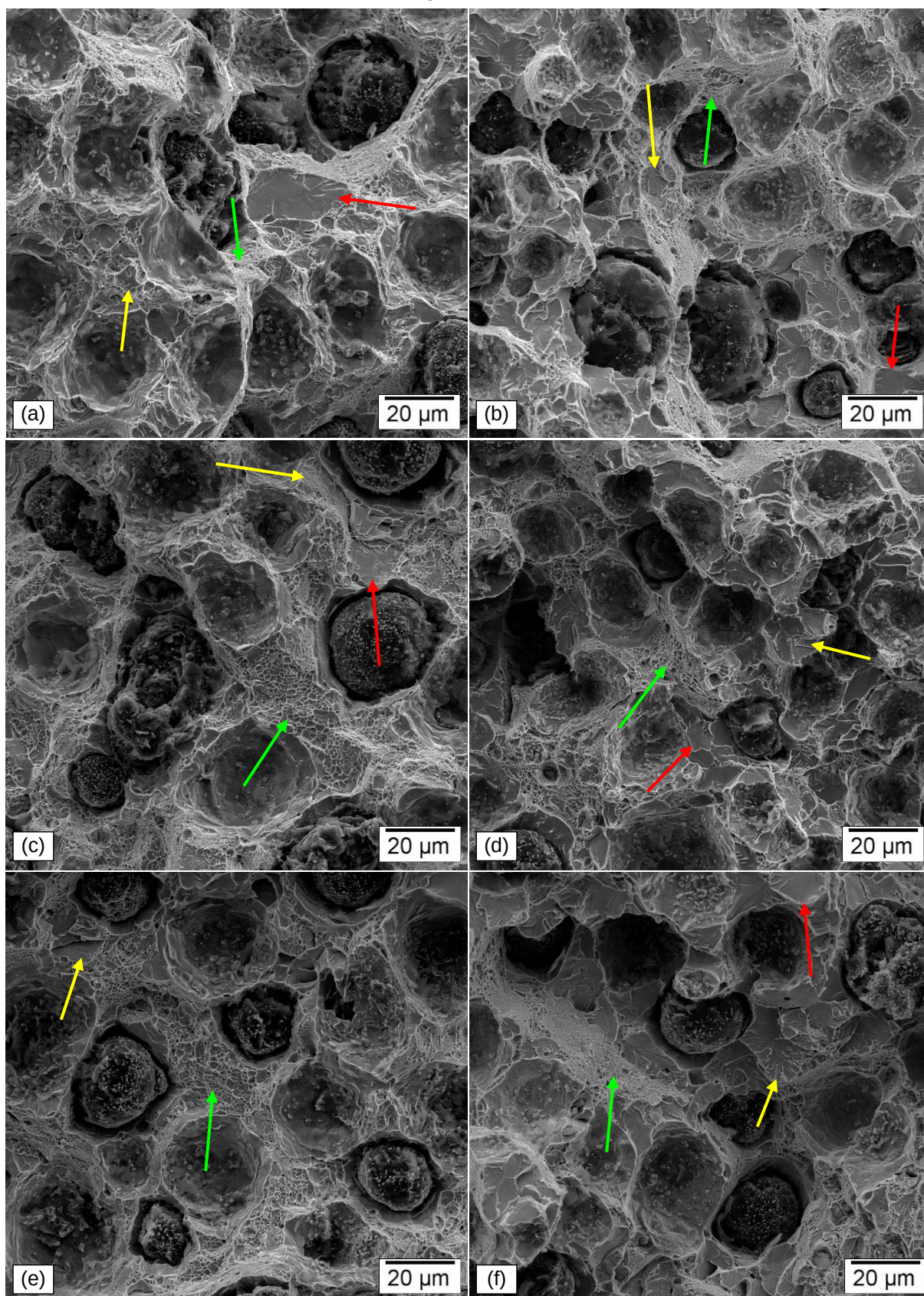
Na Figuras 5.39 e 5.40 são apresentadas imagens de MEV-FEG das superfícies de fratura de corpos de prova de tração e impacto, submetidos aos TT 3, 4 e 5, e TT 6, 7 e 8, respectivamente. Em cada figura, as imagens (a), (c) e (e) referem-se às superfícies de fratura dos corpos de prova rompidos no ensaio de tração, enquanto as imagens (b), (d) e (f) correspondem às superfícies dos corpos rompidos no ensaio de impacto. Em todas as imagens, regiões de fratura por *dimples* são indicadas pelas setas verdes; por clivagem, pelas setas vermelhas; e por *quasi*-clivagem pelas setas amarelas.

Figura 5.39 – Imagens de MEV-FEG das superfícies de fratura de corpos de prova submetidos a ensaio de tração: (a) TT 3 ($A_{\%} = 1,7\%$); (c) TT 4 ($A_{\%} = 1,4\%$); (e) TT 5 ($A_{\%} = 1,3\%$); e a ensaio de impacto: (b) TT 3 ($E_{abs} = 67,1 \text{ J}$); (d) TT 4 ($E_{abs} = 66,3 \text{ J}$); (f) TT 5 ($E_{abs} = 72,8 \text{ J}$). Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.



Fonte: o autor.

Figura 5.40 – Imagens de MEV-FEG das superfícies de fratura de corpos de prova submetidos a ensaio de tração: (a) TT 6 ($A_{\%} = 1,5\%$); (c) TT 7 ($A_{\%} = 2,0\%$); (e) TT 8 ($A_{\%} = 2,8\%$); e a ensaio de impacto: (b) TT 6 ($E_{abs} = 77,6$ J); (d) TT 7 ($E_{abs} = 81,3$ J); (f) TT 8 ($E_{abs} = 83,2$ J). Os detalhes destacados nas imagens estão descritos no texto.



Fonte: o autor.

Comparando as imagens das Figuras 5.39 e 5.40 com as da Figura 5.38, observam-se alterações na morfologia das superfícies de fratura, relacionadas a mudanças nos mecanismos atuantes. Nos corpos de prova dos TT 1 e 2, a morfologia das superfícies de fratura indica a predominância do mecanismo por *dimples*. Por outro lado, a morfologia das superfícies de fratura dos corpos de prova dos TT 3 ao 5 e TT 6 ao 8 evidencia uma transição para um mecanismo misto de fratura, com maior ocorrência de fraturas por clivagem e *quasi*-clivagem. Em comparação aos TT 1 e 2, nessas superfícies há um aumento áreas com morfologia de fratura por clivagem e *quasi*-clivagem.

Essa mudança no mecanismo de fratura está associada às frações volumétricas de ferrita proeutetoide formadas na etapa de recozimento intercrítico dos TT 3 ao 8. Observa-se que as regiões das superfícies de fratura com maior incidência dos mecanismos de clivagem e *quasi*-clivagem concentram-se ao redor dos nódulos de grafita, de maneira similar às distribuições de ferrita proeutetoide apresentadas nas Figuras 5.19 e 5.20. No entanto, mesmo com a transição para um mecanismo misto de fratura, maiores valores de energia absorvida no impacto foram registrados para as amostras com maior fração volumétrica de ferrita proeutetoide e menor fração de martensita (77,6; 81,3 e 83,2 J para os corpos de prova dos TT 6, 7 e 8). Conforme mencionado anteriormente, a deformação plástica em larga escala e o crescimento de trincas dúcteis podem ocorrer antes mesmo do início da fratura por clivagem.

5.8 SÍNTESE DOS RESULTADOS

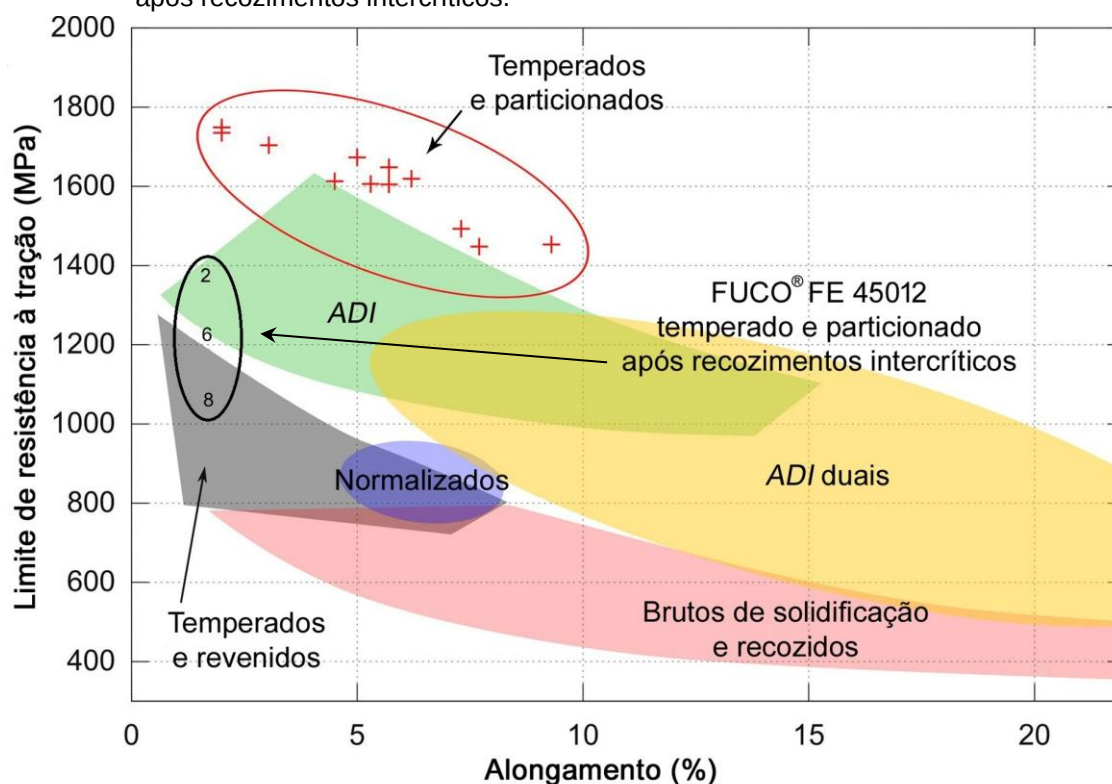
Nesta seção, é apresentada uma síntese dos resultados obtidos, correlacionando as microestruturas formadas com as principais propriedades mecânicas observadas. Além disso, a resistência mecânica e a capacidade de alongamento do FUCO FE 45012 temperado e particionado após recozimentos intercríticos são comparadas com as de diferentes classes de ferros nodulares tratados termicamente. Por fim, são sugeridas rotas para trabalhos futuros.

Conforme apresentado nos itens 5.5 e 5.6, os tratamentos térmicos projetados neste trabalho e aplicados ao FUCO FE 45012 resultaram em microestruturas compostas por uma matriz de martensita particionada e ausferrita, contendo diferentes frações volumétricas de ferrita proeutetoide (2,3 a 33,2%) distribuídas ao longo da microestrutura. Essa combinação de microconstituintes proporcionou ao material

limites de resistência à tração entre 1077 e 1380 MPa, limites de escoamento entre 833 e 1209 MPa, e alongamentos percentuais de até 2%.

Os resultados de limite de resistência à tração e de alongamento percentual dos tratamentos térmicos 2, 6 e 8 são comparados aos de diferentes classes de ferros nodulares tratados termicamente, em uma versão atualizada do diagrama *banana plot* da Figura 3.13, apresentada na Figura 5.41. Esses tratamentos foram incluídos na comparação porque as médias de seus limites de resistência à tração diferem estatisticamente de forma significativa. Por outro lado, as médias dos tratamentos 3, 4, 5 e 7 não foram incluídas, pois são estatisticamente iguais ou se sobrepõem às médias dos tratamentos 2, 6 e 8, conforme indicado na Tabela 5.12.

Figura 5.41 – Diagrama de resistência à tração (MPa) versus alongamento (%), comparando várias classes de ferros nodulares. Aos dados previamente apresentados na Figura 3.13, foram adicionados os resultados obtidos neste trabalho para os temperados e particionados após recozimentos intercríticos.



Fonte: adaptado de MELADO, A. C.; NISHIKAWA, A. S.; GOLDENSTEIN, H.; GILES, M. A.; REED, P. A. S. 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. ISSN 01421123. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2017.07.009.

Conforme destacado na Figura 5.41, comparado às demais classes de ferros nodulares, o FUCO FE 45012 temperado e particionado após recozimentos intercríticos apresentou valores de limite de resistência à tração e de alongamento

percentual semelhantes aos valores dos ADI de média resistência e baixa ductilidade e dos ferros nodulares temperados e revenidos de elevada resistência e baixa ductilidade.

Observa-se no diagrama *banana plot*, que o alongamento percentual do FUCO FE 45012 temperado e particionado após recozimentos intercríticos ficou bem abaixo da faixa apresentada pelos ADI duais (5 a 28%). Como alternativas para tentar aumentar a capacidade de alongamento do material, sugere-se:

- 1) adotar etapas de austenitização parcial no campo intercrítico, em vez de austenitização plena seguida de recozimentos intercríticos, para alcançar distribuições mais homogêneas de ferrita proeutetoide;
- 2) selecionar temperaturas de têmpera que limitem as frações volumétricas de martensita a, no máximo, 40%, visando obter maiores frações volumétricas de austenita retida.

6 CONCLUSÕES

As conclusões formuladas a partir da análise dos resultados obtidos neste trabalho são apresentadas a seguir.

- 1) Em relação aos tratamentos térmicos projetados
 - a) Foram obtidas microestruturas compostas por martensita particionada e ausferrita, com frações volumétricas de ferrita proeutetoide variando de 2,3 a 33,2%.
- 2) Em relação às microestruturas obtidas
 - a) Nas microestruturas formadas nos tratamentos térmicos 2 ao 8, foram observados grãos de ferrita proeutetoide e partículas alongadas de ferrita de Widmanstätten distribuídos em uma matriz composta por martensita particionada e ausferrita.
 - b) Verificou-se que, após tempos curtos de recozimento intercrítico, a ferrita proeutetoide ficou distribuída tanto ao redor quanto entre os nódulos de grafita. Com o aumento do tempo de recozimento, observou-se o envolvimento dos nódulos por grãos poligonais de ferrita, resultando na formação de uma morfologia semelhante à da microestrutura tipo "olho de boi".
 - c) A formação de ferrita proeutetoide no recozimento intercrítico reduziu o espaço disponível na austenita e criou interfaces ferrita/austenita que favoreceram a nucleação de ferrita bainítica durante a partição. Esses fatores contribuíram para as baixas frações volumétricas de austenita retida observadas.
 - d) Nas microestruturas com ferrita proeutetoide, o enriquecimento da austenita em carbono foi semelhante ao verificado nas microestruturas de têmpera e partição isentas desta fase.
 - e) Nas microestruturas com ferrita proeutetoide, as placas de martensita revelaram-se menores e a ausferrita exibiu morfologia mais refinada.

Adicionalmente, a morfologia, a distribuição e a quantidade de carbonetos de transição precipitados no interior das placas de martensita aparentaram ser distintas daquelas observadas na martensita particionada da microestrutura isenta de ferrita.

- f) Nas interfaces entre austenita e ferrita proeutetoide, o acúmulo de carbono, rejeitado tanto durante a nucleação da ferrita quanto durante a partição da martensita, originou filmes de austenita retida estáveis à temperatura ambiente.

3) Em relação ao efeito das microestruturas nas propriedades mecânicas

- a) O aumento da fração volumétrica de ferrita proeutetoide nas microestruturas resultou na redução do limite de escoamento, do limite de resistência à tração e da dureza Brinell.
- b) Observou-se um comportamento semelhante na redução do limite de escoamento, do limite de resistência à tração e da dureza Brinell, independentemente de a ferrita proeutetoide ter substituído martensita particionada ou ausferrita.
- c) Verificou-se que a dureza Vickers da matriz, composta por martensita particionada e ausferrita, foi influenciada pelo teor de carbono da austenita anterior, pela fração volumétrica de martensita particionada e pela presença de ferrita de Widmanstätten.
- d) As distribuições de ferrita proeutetoide, obtidas a partir dos tratamentos térmicos 2 ao 8, não conferiram ao ferro nodular temperado e particionado níveis de alongamento percentual comparáveis aos exibidos pelos ADI duais.
- e) Os baixos níveis de alongamento percentual observados foram atribuídos, fundamentalmente, à distribuição heterogênea de nódulos de grafita ao longo da seção transversal dos corpos de prova e à presença de grãos poligonais de ferrita proeutetoide envolvendo os nódulos.

- 4) Em relação ao efeito das microestruturas nos mecanismos de fratura
- a) Tanto a microestrutura isenta de ferrita proeutetoide quanto as microestruturas com baixa fração volumétrica dessa fase exibiram predominância de fratura por *dimples*, com poucas regiões de clivagem e *quasi-clivagem*.
 - b) Microestruturas com frações volumétricas crescentes de ferrita proeutetoide apresentaram um mecanismo misto de fratura, com aumento das áreas de clivagem e *quasi-clivagem* à medida que as frações volumétricas dessa fase dessa fase aumentaram.

REFERÊNCIAS

- 1 Census of world casting production: fewer castings made in 2020. **Casting Source**, Schaumburg, v. 24, p. 37-38, jan/feb 2022. Disponível em: <https://www.qgdigitalpublishing.com/publication/?m=55225&i=735042&p=36&ver=html5>. Acesso em: 11 jul. 2024.
- 2 GUESSER, W. L. **Propriedades mecânicas dos ferros fundidos**. São Paulo: Editora Blucher, 2009. ISBN 978-85-212-0501-2.
- 3 KOHOUT, J. A simple relation for deviation of grey and nodular cast irons from Hooke's law. **Materials Science and Engineering: A**, v. 313, n. 1, p. 16-23, 2001. ISSN 0921-5093.
- 4 SCHUTT, K. H. Atualização de projetos e aplicações de componentes fundidos. **Revista Fundição e Serviços**, São Paulo, v. 21, n. 236, p. 38-71, ago. 2012. ISSN 1808-3587. Disponível em: <http://www.arandanet.com.br/assets/revistas/fs/2012/agosto/index.php>. Acesso em: 29 jan. 2020.
- 5 FERES, F. Tendências e oportunidades: ferro fundido nodular pode substituir o aço carbono. **O mundo da usinagem**, São Paulo, v. 11, n. 65, p. 36-38, 2010. ISSN 1518-6091 RG BN 217-147. Disponível em: <https://omundodausinagem.com.br/edicao-065/>. Acesso em: 29 jan. 2020.
- 6 TUPY S.A. **FUCO® perfis fundidos**. [S. l.: s. n.], [2011]. Disponível em: http://www.tupy.com.br/imagens/promocional/catalogo_tecnico_fuco.pdf. Acesso em: 28 mar. 2020. (Catálogo técnico - CT1111).
- 7 ANGELO JR., E. C. **Caracterização de ferro fundido nodular obtido por fundição contínua**. 2003. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, 2003.
- 8 GOLDENSTEIN, H. Bainita nos aços. In: BOTT, I.; PARANHOS, R.; RIOS, P. R. (ed.). **Aços: perspectivas para os próximos 10 anos**. Rio de Janeiro: [s. n.], 2002. p. 77-88. ISBN 8590296512. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/329569499_Bainita_nos_Acos. Acesso em: 29 jan. 2020.
- 9 PUTATUNDA, S. K.; KESANI, S.; TACKETT, R.; LAWES, G. Development of austenite free ADI (austempered ductile cast iron). **Materials Science and Engineering: A**, v. 435-436, p. 112-122, 2006. ISSN 0921-5093. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.07.051>.
- 10 RAO, P. P.; PUTATUNDA, S. K. Investigations on the fracture toughness of austempered ductile irons austenitized at different temperatures. **Materials Science and Engineering: A**, v. 349, n. 1, p. 136-149, 2003. ISSN 0921-5093. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00633-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00633-0).
- 11 BOERI, R. The austenite-to-ausferrite transformation. In: STEFANESCU, D. M. (ed.). **Cast iron science and technology**. ASM International, v. 1A, 2017. p. 114-118. ISBN 978-1-62708-179-5. DOI: 10.31399/asm.hb.v01a.a0006319.

- 12 ARANZABAL, J.; SERRAMOGLIA, G.; GORIA, C. A.; ROUSIÈRE, D. Development of a new mixed (ferritic-ausferritic) ductile iron for automotive suspension parts. **International Journal of Cast Metals Research**, v. 16, n. 1-3, p. 185-190, 2003. ISSN 1364-0461. DOI: 10.1080/13640461.2003.11819580.
- 13 BASSO, A.; CALDERA, M.; IACUTE; CHAPETTI, M.; SIKORA, J. Mechanical characterization of dual phase austempered ductile iron. **ISIJ International**, v. 50, n. 2, p. 302-306, 2010. DOI: 10.2355/isijinternational.50.302.
- 14 BASSO, A.; SIKORA, J. Review on production processes and mechanical properties of dual phase austempered ductile iron. **International Journal of Metalcasting**, v. 6, n. 1, p. 7-14, 2012. ISSN 2163-3193. DOI: 10.1007/BF03355473.
- 15 DRUSCHITZ, A. P.; FITZGERALD, D. C.; MADI™: Introducing a new, machinable, austempered ductile iron. In: SAE 2003 WORLD CONGRESS & EXHIBITION, 2003, Detroit. **Proceedings** [...] Detroit: SAE International, 2003. p. 1-9. Disponível em: <https://doi.org/10.4271/2003-01-0831>. Acesso em: 28 mar. 2020.
- 16 VERDU, C.; ADRIEN, J.; REYNAUD, A. Contribution of dual phase (α , G, B) heat treatments to fatigue properties of SG cast irons. **International Journal of Cast Metals Research**, v. 18, n. 6, p. 346-354, 2005. ISSN 1364-0461. DOI: 10.1179/136404605225023189.
- 17 GUESSER, W. L.; LOPES, C. L.; BERNARDINI, P. A. N. Austempered ductile iron with dual microstructures: effect of initial microstructure on the austenitizing process. **International Journal of Metalcasting**, 2020. ISSN 2163-3193. DOI: 10.1007/s40962-019-00397-y.
- 18 BASSO, A.; MARTÍNEZ, R.; SIKORA, J. Influence of chemical composition and holding time on austenite (γ) $\rightarrow$ ferrite (α) transformation in ductile iron occurring within the intercritical interval. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 509, n. 41, p. 9884-9889, 2011. ISSN 0925-8388. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.07.069>.
- 19 GALARRETA, I. A.; BOERI, R. E.; SIKORA, J. A. Free ferrite in pearlitic ductile iron - morphology and its influence on mechanical properties. **International Journal of Cast Metals Research**, v. 9, n. 6, p. 353-358, 1997. ISSN 1364-0461. DOI: 10.1080/13640461.1997.11819677.
- 20 SPEER, J.; MATLOCK, D. K.; DE COOMAN, B. C.; SCHROTH, J. G. Carbon partitioning into austenite after martensite transformation. **Acta Materialia**, v. 51, n. 9, p. 2611-2622, 2003. ISSN 1359-6454. DOI: [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00059-4](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00059-4).
- 21 SPEER, J. G.; EDMONDS, D. V.; RIZZO, F. C.; MATLOCK, D. K. 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, p. 219-237, 2004. ISSN 1359-0286. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cossms.2004.09.003>.

- 22 SPEER, J. G.; ASSUNÇÃO, F. C. R.; MATLOCK, D. K.; EDMONDS, D. V. The "quenching and partitioning" process: background and recent progress. **Materials Research**, v. 8, n. 4, p. 417-423, 2005. ISSN 1516-1439. DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/S1516-14392005000400010>.
- 23 EDMONDS, D. V.; HE, K.; RIZZO, F. C.; DE COOMAN, B. C.; MATLOCK, D. K.; SPEER, J. G. Quenching and partitioning martensite - a novel steel heat treatment. **Materials Science and Engineering: A**, v. 438-440, p. 25-34, 2006. ISSN 0921-5093. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.02.133>.
- 24 SPEER, J. G. Phase transformations in quenched and partitioned steels. *In*: PERELOMA, E.; EDMONDS, D. V. (ed.). **Phase transformations in steels**. Woodhead Publishing, v. 2, 2012. cap. 8, p. 247-270. ISBN 978-1-84569-971-0. DOI: <https://doi.org/10.1533/9780857096111.2.247>.
- 25 WANG, L.; SPEER, J. G. Quenching and partitioning steel heat treatment. **Metallography, Microstructure, and Analysis**, v. 2, n. 4, p. 268-281, 2013. ISSN 2192-9270. DOI: 10.1007/s13632-013-0082-8.
- 26 SILVA, A. J. S. T. D. **Têmpera e partição em ferros fundidos nodulares**. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.
- 27 NISHIKAWA, A. S.; GOLDENSTEIN, H.; Quenching and partitioning heat treatment on a ductile cast iron. *In*: ALEMI meeting, 13. 2014, Kyoto. **Presentations** [...] Kyoto, 2014. p. 1-40. Disponível em: <http://www.alemi.ca/pdf/2014/goldenstein2014.pdf>. Acesso em: 10 abr. 2020.
- 28 SILVA, A. J. S. T. D.; GOLDENSTEIN, H.; GUESSER, W. L.; CAMPOS, M. F. D. Quenching and partitioning heat treatment in ductile cast irons. **Materials Research**, v. 17, n. 5, p. 1115-1123, 2014. ISSN 1516-1439. DOI: 10.1590/1516-1439.220713.
- 29 MELADO, A. C.; VIEIRA, E. A.; NISHIKAWA, A. S.; GOLDENSTEIN, H.; Influência do tempo de partição nas propriedades mecânicas de um ferro fundido nodular submetido ao processo de têmpera e partição. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 21. 2014, Cuiabá. **Anais** [...] Cuiabá, 2014. p. 5572-5580. Disponível em: <http://www.metallum.com.br/21cbecimat/CD/PDF/305-055.pdf>. Acesso em: 15 abr. 2020.
- 30 DA SILVA, A. J. S. T.; DE CAMPOS, M. F.; NISHIKAWA, A. S.; GUESSER, W. L.; GOLDENSTEIN, H.; Quenching and Partitioning Process in Ductile Cast Irons. *In*: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON THE SCIENCE AND PROCESSING OF CAST IRON, 10. 2014, Mar del Plata. **Proceedings** [...] Mar del Plata, 2014. p. 1-8. Disponível em: <http://rinfi.fi.mdp.edu.ar/xmlui/handle/123456789/42>. Acesso em: 15 abr. 2020.
- 31 MELADO, A. C.; NISHIKAWA, A. S.; FUJIOKA, R. K.; VIEIRA, E. A.; GOLDENSTEIN, H.; Efeito da porcentagem de austenita retida nas propriedades mecânicas de um ferro fundido nodular submetido ao processo de têmpera e

- partição. *In*: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 70. 2015, Rio de Janeiro. **Anais [...]** Rio de Janeiro, 2015. p. 2337-2344. Disponível em: <https://abmproceedings.com.br/ptbr/article/download-pdf/efeito-da-porcentagem-de-austenita-retida-nas-propriedades-mecanicas-de-um-ferro-fundido-nodular-submetido-ao-processo-de-tempera-e-particao>. Acesso em: 15 abr. 2020.
- 32 NISHIKAWA, L. P.; MELADO, A. C.; GOLDENSTEIN, H.; BAURI, L. F.; FILHO, D. D. S.; NUNES, E.; Enhancing mechanical properties of ductile cast iron conrods through different heat treatments. *In*: SAE BRASIL INTERNATIONAL CONGRESS AND DISPLAY, 25. 2016, São Paulo. **Proceedings [...]** Detroit: SAE International, 2016. p. 1-7. Disponível em: <https://doi.org/10.4271/2016-36-0360>. Acesso em: 15 abr. 2020.
 - 33 MELADO, A. C.; NISHIKAWA, A. S.; GOLDENSTEIN, H.; GILES, M. A.; REED, P. A. S. 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. ISSN 01421123. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2017.07.009.
 - 34 NISHIKAWA, A. S.; SANTOFIMIA, M. J.; SIETSMA, J.; GOLDENSTEIN, H. Influence of bainite reaction on the kinetics of carbon redistribution during the Quenching and Partitioning process. **Acta Materialia**, v. 142, p. 142-151, 2018. ISSN 13596454. DOI: 10.1016/j.actamat.2017.09.048.
 - 35 MELADO, A. C. **Ferros fundidos nodulares de alta resistência obtidos por tratamento térmico de têmpera e partição: microestrutura e comportamento mecânico**. 2018. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.
 - 36 NISHIKAWA, A. S. **Têmpera e partição de ferros fundidos nodulares: microestrutura e cinética**. 2018. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.
 - 37 NISHIKAWA, A. S.; MIYAMOTO, G.; FURUHARA, T.; TSCHIPTSCHIN, A. P.; GOLDENSTEIN, H. Phase transformation mechanisms during Quenching and Partitioning of a ductile cast iron. **Acta Materialia**, v. 179, p. 1-16, 2019. ISSN 1359-6454. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.08.001>.
 - 38 GOODRICH, G. M. Ductile iron castings. *In*: VISWANATHAN, S. *et al.* (ed.). **Casting**. ASM International, v. 15, 2008. p. 856-871. ISBN 978-1-62708-187-0. DOI: 10.31399/asm.hb.v15.a0005324.
 - 39 STEFANESCU, D. M. Classification and basic types of cast iron. *In*: STEFANESCU, D. M. (ed.). **Cast iron science and technology**. ASM International, v. 1A, 2017. p. 12-27. ISBN 978-1-62708-179-5. DOI: 10.31399/asm.hb.v01a.a0006294.
 - 40 TIEDJE, N. S. Specification and selection of ductile irons. *In*: STEFANESCU, D. M. (ed.). **Cast iron science and technology**. ASM International, v. 1A, 2017. p. 593-597. ISBN 978-1-62708-179-5. DOI: 10.31399/asm.hb.v01a.a0006325.

- 41 RUNDMAN, K. B.; IACOVIELLO, F. Cast irons. *In*: MRIDHA, S. (ed.). **Reference module in materials science and materials engineering**. Elsevier, 2016. p. ISBN 978-0-12-803581-8. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.09803-9>.
- 42 STEFANESCU, D. M. The meritocratic ascendance of cast iron: from magic to virtual cast iron. **International Journal of Metalcasting**, v. 13, n. 4, p. 726-752, 2019. ISSN 2163-3193. DOI: 10.1007/s40962-019-00347-8.
- 43 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 6916-2017**: Ferro fundido nodular ou ferro fundido com grafita esferoidal - Especificação. São Paulo: ABNT, 2018. 24 p.
- 44 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **A536-84**: Standard specification for ductile iron castings. West Conshohocken: ASTM International, 2019. 6 p.
- 45 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **A247-19**: Standard test method for evaluating the microstructure of graphite in iron castings. West Conshohocken: ASTM International, 2019. 13 p.
- 46 PEHLKE, R. D. Steel continuous casting. *In*: VISWANATHAN, S. *et al.* (ed.). **Casting**. ASM International, v. 15, 2008. p. 918-925. ISBN 978-1-62708-187-0. DOI: 10.31399/asm.hb.v15.a0005296.
- 47 CAMPBELL, J.; SVIDRÓ, J. T.; SVIDRÓ, J. Molding and casting processes. *In*: STEFANESCU, D. M. (ed.). **Cast iron science and technology**. ASM International, v. 1A, 2017. p. 189-206. ISBN 978-1-62708-179-5. DOI: 10.31399/asm.hb.v01a.a0006297.
- 48 ANGELO JR., E. C.; TORRES, R. D.; GUESSER, W. L.; Caracterização de ferros fundidos nodulares produzidos por fundição contínua. *In*: CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA, 2. 2002, João Pessoa. **Anais [...]** João Pessoa, 2002. p. 1-12. Disponível em: <http://abcm.org.br/anais/conem/2002/trabalhos/tema01/CPB0032.PDF>. Acesso em: 28 jan. 2020.
- 49 MELNIKOV, A. P.; FILIPENKA, Y. V. A study the relationship between composition, structure and properties of ductile iron in continuous casting. **Litiyo i Metallurgiya (Casting and Metallurgy)**, n. 3, p. 11-16, 2011. ISSN 2414-0406. DOI: 10.21122/1683-6065-2011-3-11-16.
- 50 CHAENGKHAM, P.; SRICHANDR, P. Continuously cast ductile iron: Processing, structures, and properties. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 211, n. 8, p. 1372-1378, 2011. ISSN 0924-0136. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2011.03.008>.
- 51 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 15850-2010**: Barras de ferro fundido cinzento e nodular produzidas pelo processo de fundição contínua. São Paulo: ABNT, 2010. 18 p.

- 52 ANGELO JR., E. C.; TORRES, R. D.; GUESSER, W. L.; Image analyses characterization of the microstructure in ductile iron. *In: INTERNATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING*, 17. 2003, São Paulo. **Proceedings** [...] São Paulo, 2003. p. 1-6. Disponível em: <http://www.abcm.org.br/anais/cobem/2003/html/pdf/COB03-0882.pdf>. Acesso em: 28 jan. 2020.
- 53 DE SOUSA, J. A. G.; MACHADO, Á. R.; DA SILVA, R. B.; GUESSER, W. L. Study of the variability of the machinability along the cross section of ductile iron produced by continuous casting. **Procedia Manufacturing**, v. 10, p. 307-318, 2017. ISSN 2351-9789. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2017.07.062>.
- 54 GANGASANI, P. R.; Analysis of the fatigue data of all grades of continuously cast ductile iron bars. *In: SAE 2003 WORLD CONGRESS & EXHIBITION*, 2008, Detroit. **Proceedings** [...] Detroit: SAE International, 2008. p. 1-14. DOI: 10.4271/2008-01-0701.
- 55 STEFANESCU, D. M.; LACAZE, J. Thermodynamics principles as applied to cast iron. *In: STEFANESCU, D. M. (ed.). Cast iron science and technology*. ASM International, v. 1A, 2017. p. 32-45. ISBN 978-1-62708-179-5. DOI: 10.31399/asm.hb.v01a.a0006295.
- 56 STEFANESCU, D. M. Microstructure evolution during the liquid/solid transformation in cast iron. *In: STEFANESCU, D. M. (ed.). Cast iron science and technology*. ASM International, v. 1A, 2017. p. 59-80. ISBN 978-1-62708-179-5. DOI: 10.31399/asm.hb.v01a.a0006304.
- 57 GARCIA, A. **Solidificação: fundamentos e aplicações**. 2. ed. Campinas: Editora da UNICAMP, 2007. ISBN 852680782X.
- 58 CREESE, R. C.; HEALY, G. W. Metallurgical thermodynamics and the carbon equivalent expression. **Metallurgical Transactions B**, v. 16, n. 1, p. 169-170, 1985. ISSN 1543-1916. DOI: 10.1007/BF02657502.
- 59 GERVAL, V.; LACAZE, J. Critical temperature range in spheroidal graphite cast irons. **ISIJ International**, v. 40, n. 4, p. 386-392, 2000. DOI: 10.2355/isijinternational.40.386.
- 60 LACAZE, J. The austenite-to-pearlite/ferrite transformation. *In: STEFANESCU, D. M. (ed.). Cast iron science and technology*. ASM International, v. 1A, 2017. p. 106-113. ISBN 978-1-62708-179-5. DOI: 10.31399/asm.hb.v01a.a0006300.
- 61 HAYRYNEN, K. Heat treatment of ductile iron. *In: STEFANESCU, D. M. (ed.). Cast iron science and technology*. ASM International, v. 1A, 2017. p. 256-269. ISBN 978-1-62708-179-5. DOI: 10.31399/asm.hb.v01a.a0006322.
- 62 BASSO, A. D.; MARTÍNEZ, R. A.; SIKORA, J. Influence of austenitising and austempering temperatures on microstructure and properties of dual phase ADI. **Materials Science & Technology**, v. 23, n. 11, p. 1321-1326, 2007. ISSN 02670836. DOI: 10.1179/174328407X236544.

- 63 LOPES, C. L. **Estudo da influência da microestrutura na cinética de austenitização na zona crítica e propriedades mecânicas de ferros nodulares austemperados duais**. 2014. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2014.
- 64 BASSO, A.; MARTÍNEZ, R.; SIKORA, J. Influence of section size on dual phase ADI microstructure and properties: comparison with fully ferritic and fully ausferritic matrices. **Materials Science and Technology**, v. 25, n. 10, p. 1271-1278, 2009. ISSN 0267-0836. DOI: 10.1179/174328408X365784.
- 65 FRANCO, E.; COSTA, C. E. D.; STAHLSCHMIDT, J.; GUESSER, W. L. Otimização dos parâmetros de austenização de um ferro nodular austemperado a partir da zona crítica. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, v. 6, n. 3, p. 142-144, 2010. DOI: 10.4322/tmm.00603004.
- 66 SIKORA, J.; BOERI, R. Solid state transformations in ductile iron - influence of prior austenite matrix microstructure. **International Journal of Cast Metals Research**, v. 11, n. 5, p. 395-400, 1999. ISSN 1364-0461. DOI: 10.1080/13640461.1999.11819306.
- 67 RIVERA, G.; BOERI, R.; SIKORA, J. Revealing and characterising solidification structure of ductile cast iron. **Materials Science and Technology**, v. 18, n. 6, p. 691-697, 2002. ISSN 0267-0836. DOI: 10.1179/026708302225003668.
- 68 BOERI, R.; SIKORA, J. Solidification macrostructure of spheroidal graphite cast iron. **International Journal of Cast Metals Research**, v. 13, n. 5, p. 307-313, 2001. ISSN 1364-0461. DOI: 10.1080/13640461.2001.11819412.
- 69 RIVERA, G. L.; BOERI, R. E.; SIKORA, J. A. Revealing the solidification structure of nodular iron. **Cast Metals**, v. 8, n. 1, p. 1-5, 1995. ISSN 0953-4962. DOI: 10.1080/09534962.1995.11819186.
- 70 PANNEERSELVAM, S.; MARTIS, C. J.; PUTATUNDA, S. K.; BOILEAU, J. M. An investigation on the stability of austenite in austempered ductile cast iron (ADI). **Materials Science and Engineering: A**, v. 626, p. 237-246, 2015. ISSN 0921-5093. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.12.038>.
- 71 PUTATUNDA, S.; SINGH, I. Fracture toughness of unalloyed austempered ductile cast iron (ADI). **Journal of Testing and Evaluation**, v. 23, n. 5, p. 325-332, 1995. ISSN 0090-3973. DOI: 10.1520/JTE11401J.
- 72 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. ISSN 1543-1940. DOI: 10.1007/s11661-997-0208-1.
- 73 Austempered ductile iron castings. *In*: STEFANESCU, D. M. (ed.). **Cast iron science and technology**. ASM International, v. 1A, 2017. p. 612-616. ISBN 978-1-62708-179-5. DOI: 10.31399/asm.hb.v01a.a0006339.

- 74 BONETI, L. L. T.; HUPALO, M. F.; VUROBI JUNIOR, S.; ROSÁRIO, A. M. Influence of casting heterogeneities on microstructure and mechanical properties of austempered ductile iron (ADI) **Matéria (Rio J.)**, v. 22, n. 3, 2017. ISSN 1517-7076. DOI: <https://doi.org/10.1590/s1517-707620170003.0192>.
- 75 PUTATUNDA, S. K.; GADICHERLA, P. K.; PERFORMANCE. Effect of austempering time on mechanical properties of a low manganese austempered ductile iron. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 9, n. 2, p. 193-203, 2000. ISSN 1544-1024. DOI: 10.1361/105994900770346150.
- 76 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, p. 265-279, 2004. ISSN 0921-5093. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.04.076>.
- 77 MEIER, L.; HOFMANN, M.; SAAL, P.; VOLK, W.; HOFFMANN, H. In-situ measurement of phase transformation kinetics in austempered ductile iron. **Materials Characterization**, v. 85, p. 124-133, 2013. ISSN 1044-5803. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.09.005>.
- 78 HUPALO, M. F.; RAMOS, D. D. S.; RABELO, A.; LIMA, N. B. D. Aspectos cinéticos e microestruturais da transformação bainítica incompleta em ferros nodulares austemperados. **Revista Escola de Minas**, v. 65, p. 217-224, 2012. ISSN 0370-4467. DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/S0370-44672012000200010>.
- 79 AARONSON, H. I.; WELLS, C. Sympathetic nucleation of ferrite. **Journal of Metals**, v. 8, n. 10, p. 1216-1223, 1956. ISSN 1543-1851. DOI: 10.1007/BF03377853.
- 80 AARONSON, H. I.; SPANOS, G.; MASAMURA, R. A.; VARDIMAN, R. G.; MOON, D. W.; MENON, E. S. K.; HALL, M. G. Sympathetic nucleation: an overview. **Materials Science and Engineering: B**, v. 32, n. 3, p. 107-123, 1995. ISSN 0921-5107. DOI: [https://doi.org/10.1016/0921-5107\(95\)80022-0](https://doi.org/10.1016/0921-5107(95)80022-0).
- 81 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **A897/A897M-16**: Standard specification for austempered ductile iron castings. West Conshohocken: ASTM International, 2016. 11 p.
- 82 KOBAYASHI, T. Fracture characteristics and fracture toughness of spheroidal graphite cast iron. **Advanced Materials Research**, v. 4-5, p. 47-60, 1997. ISSN 1662-8985. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.4-5.47.
- 83 KOBAYASHI, T.; YAMADA, S. Effect of holding time in the ($\alpha + \gamma$) temperature range on toughness of specially austempered ductile iron. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 27, n. 7, p. 1961-1971, 1996. ISSN 1543-1940. DOI: 10.1007/BF02651945.
- 84 KOBAYASHI, T.; YAMAMOTO, H. Development of high toughness in austempered type ductile cast iron and evaluation of its properties. **Metallurgical**

- Transactions A**, v. 19, n. 2, p. 319-327, 1988. ISSN 1543-1940. DOI: 10.1007/BF02652541.
- 85 HULTGREN, A. Isothermal transformation of austenite. **Transactions of the American Society for Metals**, v. 39, p. 915-1006, 1947.
 - 86 HILLERT, M.; ÅGREN, J. On the definitions of paraequilibrium and orthoequilibrium. **Scripta Materialia**, v. 50, n. 5, p. 697-699, 2004. ISSN 1359-6462. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2003.11.020>.
 - 87 SPEER, J. G.; MATLOCK, D. K.; DECOOMAN, B. C.; SCHROTH, J. G. Comments on "On the definitions of paraequilibrium and orthoequilibrium" by M. Hillert and J. Ågren, Scripta Materialia, 50, 697–9 (2004). **Scripta Materialia**, v. 52, n. 1, p. 83-85, 2005. ISSN 1359-6462. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.08.029>.
 - 88 MATLOCK, D. K.; BRÄUTIGAM, V. E.; SPEER, J. G. Application of the quenching and partitioning (Q&P) process to a medium-carbon, high-Si microalloyed bar steel. **Materials Science Forum**, v. 426-432, p. 1089-1094, 2003. ISSN 1662-9752. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.426-432.1089.
 - 89 KOISTINEN, D. P.; MARBURGER, R. E. A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels. **Acta Metallurgica**, v. 7, n. 1, p. 59-60, 1959. ISSN 0001-6160. DOI: [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(59\)90170-1](https://doi.org/10.1016/0001-6160(59)90170-1).
 - 90 BHADESHIA, H. K. D. H.; HONEYCOMBE, R. **Steels: microstructure and properties**. 4. ed. Amsterdam: Elsevier, 2017. ISBN 9780081002704.
 - 91 DE DIEGO-CALDERÓN, I.; DE KNIJF, D.; MONCLÚS, M. A.; MOLINA-ALDAREGUIA, J. M.; SABIROV, I.; FÖJER, C.; PETROV, R. H. Global and local deformation behavior and mechanical properties of individual phases in a quenched and partitioned steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 630, p. 27-35, 2015. ISSN 0921-5093. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.01.077>.
 - 92 DE KNIJF, D.; PETROV, R.; FÖJER, C.; KESTENS, L. A. I. Effect of fresh martensite on the stability of retained austenite in quenching and partitioning steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 615, p. 107-115, 2014. ISSN 0921-5093. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.07.054>.
 - 93 VOIGT, R. C.; LOPER, C. R. Austempered ductile iron - process control and quality assurance. **Journal of Heat Treating**, v. 3, n. 4, p. 291-309, 1984. ISSN 0190-9177. DOI: 10.1007/BF02833124.
 - 94 VAN BOHEMEN, S. M. C. Bainite and martensite start temperature calculated with exponential carbon dependence. **Materials Science and Technology**, v. 28, n. 4, p. 487-495, 2012. ISSN 0267-0836. DOI: 10.1179/1743284711Y.0000000097.

- 95 VAN BOHEMEN, S. M. C.; SIETSMA, J. Effect of composition on kinetics of athermal martensite formation in plain carbon steels. **Materials Science and Technology**, v. 25, n. 8, p. 1009-1012, 2009. ISSN 0267-0836. DOI: 10.1179/174328408X365838.
- 96 OWHADI, A.; HEDJAZI, J.; DAVAMI, P.; FAZLI, M.; SHABESTARI, J. M. Microsegregation of manganese and silicon in high manganese ductile iron. **Materials Science and Technology**, v. 13, n. 10, p. 813-817, 1997. ISSN 0267-0836. DOI: 10.1179/mst.1997.13.10.813.
- 97 BLACKMORE, P. A.; HARDING, R. A. The effects of metallurgical process variables on the properties of austempered ductile irons. **Journal of Heat Treating**, v. 3, n. 4, p. 310-325, 1984. ISSN 0190-9177. DOI: 10.1007/BF02833125.
- 98 BASSO, A.; SIKORA, J.; MARTÍNEZ, R. Analysis of mechanical properties and its associated fracture surfaces in dual-phase austempered ductile iron. v. 36, n. 7, p. 650-659, 2013. ISSN 8756-758X. DOI: 10.1111/ffe.12032.
- 99 KOWALSKI, A.; KLUSKA-NAWARECKA, S.; REGULSKI, K. ADI after austenitising from intercritical temperature. **Archives of Foundry Engineering**, v. 13, n. 1, p. 81-88, 2013. ISSN 1897-3310.
- 100 KILICLI, V.; ERDOGAN, M. The strain-hardening behavior of partially austenitized and the austempered ductile irons with dual matrix structures. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 17, n. 2, p. 240-249, 2008. ISSN 1544-1024. DOI: 10.1007/s11665-007-9143-y.
- 101 PANNEERSELVAM, S.; PUTATUNDA, S. K.; GUNDLACH, R.; BOILEAU, J. Influence of intercritical austempering on the microstructure and mechanical properties of austempered ductile cast iron (ADI). **Materials Science and Engineering: A**, v. 694, p. 72-80, 2017. ISSN 0921-5093. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.03.096>.
- 102 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **E3-11**: Standard guide for preparation of metallographic specimens. West Conshohocken: ASTM International, 2017. 12 p.
- 103 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **E2567-16a**: Standard test method for determining nodularity and nodule count in ductile iron using image analysis. West Conshohocken: ASTM International, 2016. 4 p.
- 104 INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO/TR 945-2:2011**: Microstructure of cast irons - Part 2: Graphite classification by image analysis. Geneva: International Organization for Standardization, 2011. 14 p.
- 105 INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 945-4:2015**: Microstructure of cast irons - Part 4: Determination of nodularity in spheroidal graphite cast irons. Geneva: International Organization for Standardization, 2015. 15 p.

- 106 BENEDETTI, M.; FONTANARI, V.; LUSUARDI, D. Effect of graphite morphology on the fatigue and fracture resistance of ferritic ductile cast iron. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 206, p. 427-441, 2019. ISSN 0013-7944. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2018.12.019>.
- 107 SALZBRENNER, R. Fracture toughness behaviour of ferritic ductile cast iron. **Journal of Materials Science**, v. 22, n. 6, p. 2135-2147, 1987. ISSN 1573-4803. DOI: 10.1007/BF01132950.
- 108 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **E562-19**: Standard test method for determining volume fraction by systematic manual point count. West Conshohocken: ASTM International, 2019. 7 p.
- 109 DURFERRITI DO BRASIL QUÍMICA LTDA. **Ficha de Informações de Segurança de Produto Químico – FISPQ: AS 140**. Diadema: Durferit, 2017. (Revisão 07).
- 110 DURFERRITI DO BRASIL QUÍMICA LTDA. **Austêmpera, Martêmpera, Revenimento – Sais AS**. Diadema: Durferit, 2005. (Catálogo 11).
- 111 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. ISSN 1359-6462. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.10.045>.
- 112 VAN BOHEMEN, S. M. C.; SIETSMA, J. Martensite formation in partially and fully austenitic plain carbon steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 40, n. 5, p. 1059-1068, 2009. ISSN 1543-1940. DOI: 10.1007/s11661-009-9796-2.
- 113 MITTEMEIJER, E. J. Analysis of the kinetics of phase transformations. **Journal of Materials Science**, v. 27, n. 15, p. 3977-3987, 1992. ISSN 1573-4803. DOI: 10.1007/BF01105093.
- 114 RIETVELD, H. M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. **Journal of Applied Crystallography**, v. 2, n. 2, p. 65-71, 1969. ISSN 1600-5767. DOI: <https://doi.org/10.1107/S0021889869006558>.
- 115 YOUNG, R.; MACKIE, P.; DREELE, R. Application of the pattern-fitting structure-refinement method of X-ray powder diffractometer patterns. **Journal of Applied Crystallography**, v. 10, p. 262-269, 1977. DOI: <https://doi.org/10.1107/S0021889877013466>.
- 116 TOBY, B. H.; VON DREELE, R. B. GSAS-II: the genesis of a modern open-source all purpose crystallography software package. **Journal of Applied Crystallography**, v. 46, n. 2, p. 544-549, 2013. ISSN 0021-8898. DOI: [doi:10.1107/S0021889813003531](https://doi.org/10.1107/S0021889813003531). Disponível em: <https://doi.org/10.1107/S0021889813003531>.

- 117 KRAUSS, G. Martensite in steel: strength and structure. **Materials Science and Engineering: A**, v. 273-275, p. 40-57, 1999. ISSN 0921-5093. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00288-9](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00288-9).
- 118 KURDUMOFF, G.; KAMINSKY, E. X-ray studies of the structure of quenched carbon steel. **Nature**, v. 122, n. 3074, p. 475-476, 1928. ISSN 1476-4687. DOI: 10.1038/122475a0.
- 119 ROBERTS, C. S. Effect of carbon on the volume fractions and lattice parameters of retained austenite and martensite. **The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society**, v. 5, n. 2, p. 203-204, 1953. ISSN 1543-1851. DOI: 10.1007/BF03397477.
- 120 KRAUSS, G. **Steels: processing, structure, and performance**. 2. ed. Materials Park: ASM International, 2015. ISBN 978-1-62708-265-5.
- 121 DYSON, D. J.; HOLMES, B. Effect of alloying additions on the lattice parameter of austenite. **Journal of The Iron and Steel Institute**, v. 208, p. 469-474, 1970.
- 122 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **E8/E8M-16a**: Standard test methods for tension testing of metallic materials. West Conshohocken: ASTM International, 2016. 30 p.
- 123 DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG. **DIN EN 50125:2014-01**: Test pieces for tensile testing of metallic materials. Berlin: Beuth Verlag GmbH, 2014. 9 p.
- 124 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **E10-23**: Standard test method for Brinell hardness of metallic materials. West Conshohocken: ASTM International, 2023. 33 p.
- 125 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **E384-22**: Standard test method for microindentation hardness of materials. West Conshohocken: ASTM International, 2022. 40 p.
- 126 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **E23-16b**: Standard test methods for notched bar impact testing of metallic materials. West Conshohocken: ASTM International, 2016. 26 p.
- 127 KÄLLBOM, R.; HAMBERG, K.; BJÖRKEGREN, L. E.; Chunky graphite in ductile iron castings. *In: PROCEEDINGS OF THE WORLD FOUNDRY CONGRESS*, 2006, Harrogate. **Proceedings** [...] Harrogate, 2006. p. 1-10. Disponível em: <http://www.iftabira.org/pdfs/184%20Chunky%20graphite.pdf>. Acesso em: 15 sep. 2021.
- 128 TONN, B.; LACAZE, J.; DUWE, S. Degenerated graphite growth in ductile iron. **Materials Science Forum**, v. 925, p. 62-69, 2018. ISSN 1662-9752. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.925.62.

- 129 SOUZA SANTOS, A. B. D.; BECKERT, E. A.; FENILLI, R.; PIESKE, A. Processos de nodulização de ferros fundidos. **Metalurgia ABM**, v. 39, n. 311, p. 521-526, 1983.
- 130 BONETI, L. L. T. **Influência das temperaturas de austenitização e austêmpera na microestrutura e propriedades de tração de um ferro fundido nodular**. 2014. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) – Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2014.
- 131 MURCIA, S. C.; OSSA, E. A.; CELENTANO, D. J. Nodule evolution of ductile cast iron during solidification. **Metallurgical and Materials Transactions B**, v. 45, n. 2, p. 707-718, 2014. ISSN 1543-1916. DOI: 10.1007/s11663-013-9979-5.
- 132 COLPAERT, H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. 4. ed. rev. e atual. por André Luiz V. da Costa e Silva. São Paulo: Edgard Blücher: Villares Metals, 2008. ISBN 9788521204497.
- 133 PICKERING, E.; COLLINS, J.; TAYLOR, M. Dilatometer quenching tests. **LightForm Wiki**, [s.d.]. Disponível em: <https://lightform-group.github.io/wiki/experiments/quenching-dilatometry#6-common-artefacts-and-misinterpretations>. Acesso em: 04/12/2024.
- 134 VAN BOHEMEN, S. M. C.; SIETSMA, J. Kinetics of martensite formation in plain carbon steels: critical assessment of possible influence of austenite grain boundaries and autocatalysis. **Materials Science and Technology**, v. 30, n. 9, p. 1024-1033, 2014. ISSN 0267-0836. DOI: 10.1179/1743284714Y.00000000532.
- 135 MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. **Mechanical behavior of materials**. 3. ed. New York: Cambridge university press, 2008. ISBN 110739418X.
- 136 BARROS NETO, B. D.; SCARMINO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. 3. ed. Campinas: Editora da UNICAMP, 2007. ISBN 9788526807532.
- 137 TUKEY, J. W. Comparing individual means in the analysis of variance. **Biometrics**, v. 5, n. 2, p. 99-114, Jun 1949. ISSN 0006-341X
- 138 LIMA, L. S. D. D. C. **Desenvolvimento de método para quantificação de fases em aços dual phase via EBSD**. 2019. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2019.
- 139 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **E1820-20b**: Standard test method for measurement of fracture toughness. West Conshohocken: ASTM International, 2020. 65 p.
- 140 INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 1083:2018**: Spheroidal graphite cast irons - Classification. Geneva: International Organization for Standardization, 2018. 38 p.

- 141 SILVA NETO, E. D. **Relações entre propriedades e a microestrutura de materiais bifásicos - caracterização específica para os ferros fundidos ferríticos nodular e cinzento**. 1978. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis 1978.
- 142 ARANZABAL, J.; GUTIERREZ, I.; RODRIGUEZ-IBABE, J. M.; URCOLA, J. J. Influence of the amount and morphology of retained austenite on the mechanical properties of an austempered ductile iron. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 28, n. 5, p. 1143-1156, 1997. ISSN 1543-1940. DOI: 10.1007/s11661-997-0280-6.
- 143 RAO, P. P.; PUTATUNDA, S. K. Comparative study of fracture toughness of austempered ductile irons with upper and lower ausferrite microstructures. **Materials Science and Technology**, v. 14, n. 12, p. 1257-1265, 1998. ISSN 0267-0836. DOI: 10.1179/mst.1998.14.12.1257. Acesso em: 2024/12/21.
- 144 LIU, C.; DU, Y.; YING, T.; ZHANG, L.; ZHANG, X.; WANG, X.; YAN, G.; JIANG, B. Effects of graphite nodule count on mechanical properties and thermal conductivity of ductile iron. **Materials Today Communications**, v. 31, n. 103522, p. 1-6, 2022. ISSN 2352-4928. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.103522>.
- 145 FERNANDINO, D. O.; BOERI, R. E. Fracture Analysis. *In*: STEFANESCU, D. M. (ed.). **Cast Iron Science and Technology**. ASM International, v. 1A, 2017. p. 399-410. ISBN 978-1-62708-179-5. DOI: 10.31399/asm.hb.v01a.a0006323.

APÊNDICE A – RESULTADOS DA ANÁLISE DE VARIÂNCIA (ANOVA)

Tabela A.1 – Análise de variância (ANOVA) das médias da fração volumétrica percentual de austenita retida ($\%f_T$), considerando um nível de confiança de 95%.

Fonte da variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Variância	F	P
Tratamento	7	146,2	20,9	38,9	<0,0001
Erro	24	12,9	0,54		
Total	31	159,1			

Fonte: o autor.

- Como $P < 0,05$, há diferença estatisticamente significativa entre as médias da fração volumétrica percentual de austenita retida ($\%f_T$); pelo menos uma das médias é diferente das demais.

Tabela A.2 – Análise de variância (ANOVA) das médias do módulo de elasticidade (E), considerando um nível de confiança de 95%.

Fonte da variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Variância	F	P
Tratamento	8	1059,9	132,5	1,15	0,3645
Erro	27	3113,7	115,3		
Total	35	4173,6			

Fonte: o autor.

- Como $P > 0,05$, não há diferença estatisticamente significativa entre as médias do módulo de elasticidade (E); todas as médias são iguais.

Tabela A.3 – Análise de variância (ANOVA) das médias do limite de escoamento (σ_{LE}), considerando um nível de confiança de 95%.

Fonte da variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Variância	F	P
Tratamento	8	2434326,2	304290,8	89,2	<0,0001
Erro	27	92074,8	3410,2		
Total	35	2526401,0			

Fonte: o autor.

- Como $P < 0,05$, há diferença estatisticamente significativa entre as médias do limite de escoamento (σ_{LE}); pelo menos uma das médias é diferente das demais.

Tabela A.4 – Análise de variância (ANOVA) das médias da fração volumétrica percentual de ferrita proeutetoide ($\%f_{\alpha p}$), considerando um nível de confiança de 95%.

Fonte da variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Variância	F	P
Tratamento	6	36303,6	6050,6	411,7	<0,0001
Erro	273	4012,5	14,7		
Total	279	40316,1			

Fonte: o autor.

- Como $P < 0,05$, há diferença estatisticamente significativa entre as médias da fração volumétrica percentual de ferrita proeutetoide ($\%f_{\alpha p}$); pelo menos uma das médias é diferente das demais.

Tabela A.5 – Análise de variância (ANOVA) das médias da fração volumétrica percentual de ausferrita ($\%f_{AF}$), considerando um nível de confiança de 95%.

Fonte da variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Variância	F	P
Tratamento	6	36406,6	6067,8	1932,1	<0,0001
Erro	273	857,4	3,14		
Total	279	37264,0			

Fonte: o autor.

- Como $P < 0,05$, há diferença estatisticamente significativa entre as médias da fração volumétrica percentual de ausferrita ($\%f_{AF}$); pelo menos uma das médias é diferente das demais.

Tabela A.6 – Análise de variância (ANOVA) das médias da fração volumétrica percentual de martensita particionada ($\%f_{\alpha'p}$), considerando um nível de confiança de 95%.

Fonte da variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Variância	F	P
Tratamento	6	34629,6	5771,6	1125,4	<0,0001
Erro	273	1400,2	5,13		
Total	279	36029,8			

Fonte: o autor.

- Como $P < 0,05$, há diferença estatisticamente significativa entre as médias da fração volumétrica percentual de martensita particionada ($\%f_{\alpha'p}$); pelo menos uma das médias é diferente das demais.

Tabela A.7 – Análise de variância (ANOVA) das médias do limite de resistência à tração (σ_{LRT}), considerando um nível de confiança de 95%.

Fonte da variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Variância	F	P
Tratamento	8	2467556,5	308444,6	124,8	<0,0001
Erro	27	66718,5	2471,1		
Total	35	2534275,0			

Fonte: o autor.

- Como $P < 0,05$, há diferença estatisticamente significativa entre as médias do limite de resistência à tração (σ_{LRT}); pelo menos uma das médias é diferente das demais.

Tabela A.8 – Análise de variância (ANOVA) das médias do alongamento percentual ($A\%$), considerando um nível de confiança de 95%.

Fonte da variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Variância	F	P
Tratamento	8	464,3	58,0	11,0	<0,0001
Erro	27	143,0	5,30		
Total	35	607,3			

Fonte: o autor.

- Como $P < 0,05$, há diferença estatisticamente significativa entre as médias do alongamento percentual ($A\%$); pelo menos uma das médias é diferente das demais.

Tabela A.9 – Análise de variância (ANOVA) das médias da dureza Brinell (HBW), considerando um nível de confiança de 95%.

Fonte da variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Variância	F	P
Tratamento	8	641490,3	80186,3	371,3	<0,0001
Erro	207	44704,2	216,0		
Total	215	686194,5			

Fonte: o autor.

- Como $P < 0,05$, há diferença estatisticamente significativa entre as médias da dureza Brinell (HBW); pelo menos uma das médias é diferente das demais.

Tabela A.10 – Análise de variância (ANOVA) das médias da dureza Vickers (HV), considerando um nível de confiança de 95%.

Fonte da variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Variância	F	P
Tratamento	7	197419,2	28202,7	100,0	<0,0001
Erro	160	45114,7	282,0		
Total	167	242533,9			

Fonte: o autor.

- Como $P < 0,05$, há diferença estatisticamente significativa entre as médias da dureza Vickers (HV); pelo menos uma das médias é diferente das demais.

Tabela A.11 – Análise de variância (ANOVA) das médias da energia absorvida no impacto (E_{abs}), considerando um nível de confiança de 95%.

Fonte da variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Variância	F	P
Tratamento	8	5089,6	636,2	8,79	<0,0001
Erro	18	1302,8	72,4		
Total	26	6392,4			

Fonte: o autor.

- Como $P < 0,05$, há diferença estatisticamente significativa entre as médias da energia absorvida no impacto (E_{abs}); pelo menos uma das médias é diferente das demais.

APÊNDICE B – RESULTADOS DO TESTE DE TUKEY

Tabela B.1 – Comparação entre as médias da fração volumétrica percentual de austenita retida ($\%f_{\gamma}$) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Valores que não compartilham uma mesma letra possuem diferenças estatisticamente significativas.

TT	Médias	Grupos	
1	17,5	A	
7	14,6		B
2	13,8		B
3	13,7		B
6	13,4		B
4	11,7		C
8	10,8		C
5	10,5		C

Fonte: o autor.

Tabela B.2 – Comparação entre as médias da fração volumétrica percentual de ferrita proeutetoide ($\%f_{\alpha p}$) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Valores que não compartilham uma mesma letra possuem diferenças estatisticamente significativas.

TT	Médias	Grupos	
8	33,2	A	
5	32,2		
4	25,4	B	
7	19,7		C
6	10,0		D
3	7,6		D
2	2,3		E

Fonte: o autor.

Tabela B.3 – Comparação entre as médias da fração volumétrica percentual de ausferrita ($\%f_{AF}$) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Valores que não compartilham uma mesma letra possuem diferenças estatisticamente significativas.

TT	Médias	Grupos			
7	45,3	A			
6	44,7	A	B		
2	43,9		B	C	
8	42,9			C	
3	36,0				D
4	23,1				E
5	14,3				F

Fonte: o autor.

Tabela B.4 – Comparação entre as médias da fração volumétrica percentual de martensita particionada ($\%f_{\alpha'p}$) pelo teste de Tukey, considerando um nível de confiança de 95%. Valores que não compartilham uma mesma letra possuem diferenças estatisticamente significativas.

TT	Médias	Grupos			
3	56,4	A			
2	53,8		B		
5	53,5		B		
4	51,5			C	
6	45,4				D
7	35,0				E
8	23,9				F

Fonte: o autor.