

EFEITO DA PORCENTAGEM DE AUSTENITA RETIDA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM FERRO FUNDIDO NODULAR SUBMETIDO AO PROCESSO DE TÊMPERA E PARTIÇÃO*

André Caetano Melado¹
Arthur Seiji Nishikawa²
Renan Keidy Fujioka³
Estéfano Aparecido Vieira⁴
Hélio Goldenstein⁵

Resumo

Neste trabalho foi avaliada a influência da porcentagem de austenita retida nas propriedades mecânicas de um ferro fundido nodular submetido ao processo de Têmpera e Partição (T&P). O tratamento térmico consiste do aquecimento do material à 880°C por um tempo de encharque de 2h para completa austenitização, seguida de têmpera em óleo até a temperatura de 170°C, intermediária às temperaturas Ms e Mf, para formação de uma quantidade controlada de martensita atérmica. Em seguida, o material foi reaquecido até 375°C (tratamento de partição) por diferentes tempos (15, 60 e 120 minutos), sendo subsequentemente resfriado ao ar até a temperatura ambiente. Foram utilizadas as técnicas de microscopia óptica (MO) e eletrônica de varredura (MEV) para a caracterização microestrutural do material obtido. Ensaios de tração e impacto (Charpy) foram realizados para obtenção das propriedades mecânicas do material. Para longos tempos de partição, foi verificada uma diminuição na fração volumétrica de austenita. Com a diminuição da porcentagem de austenita retida observou-se uma diminuição nas propriedades como alongamento e resistência ao impacto do material.

Palavras-chave: Têmpera e partição; Ferro fundido nodular; Austenita retida.

INFLUENCE OF RETAINED AUSTENITE IN THE MECHANICAL PROPERTIES OF A DUCTILE IRON SUBMITTED TO THE QUENCH AND PARTITION PROCESS

Abstract

The influence of retained austenite on the mechanical properties of a ductile cast iron subjected to the Quenching and Partitioning (Q & P) process was evaluated. Thermal treatments consisted on heating the material to 880°C for a 2 hours soaking time followed by quenching in oil at 170°C, at temperature intermediate between Ms and Mf, allowing the formation of a controlled amount of athermal martensite. The material was reheated to 375°C (partition treatment) for different times (15, 60 and 120 minutes) and subsequently air-cooled to room temperature. Optical and scanning electron (SEM) microscopy (OM) was used for microstructural characterization of the samples obtained. Mechanical properties of the material were characterized by tensile and impact strength (Charpy) tests. For long partition time there was a increase in retained austenite percentage. With increase in retained austenite percentage there was a loss of mechanical properties, like elongation and impact energy.

Keywords: Quenching and partitioning; Ductile cast iron; Retained austenite.

¹ *Doutorando, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. Universidade de São Paulo - USP. Brasil.*

² *Doutorando, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. Universidade de São Paulo - USP. Brasil.*

³ *Graduando, Tecnologia de Materiais. Faculdade de Tecnologia de São Paulo – FATEC. Brasil.*

⁴ *Professor Doutor. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. Instituto Federal do Espírito Santo – IFES. Brasil.*

⁵ *Professor Doutor, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. Universidade de São Paulo - USP. Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

Desenvolvimentos recentes na pesquisa de novas classes de materiais contendo frações volumétricas de austenita retida tem introduzido um novo conceito de tratamento térmico, identificado por Têmpera e Partição (doravante T&P). Atualmente esta rota de tratamento térmico é vista como alternativa ao desenvolvimento de aços multifásicos nos quais a fração volumétrica da austenita retida é controlada pelo fenômeno da partição do carbono proveniente da martensita [1].

O conceito do tratamento de têmpera e partição envolve a transformação de certa porção de austenita em martensita, através de uma têmpera parcial em temperaturas entre M_s e M_f , seguido de um tratamento de partição térmica cujo objetivo é o transporte do carbono a partir da martensita supersaturada para a austenita não transformada. A supersaturação da austenita com o carbono proveniente da martensita, é o fenômeno que auxilia a estabilização dessa fase [2]. Estudos conduzidos por vários autores, em especial Moor [3] e Clarke [4] comprovaram ser possível a obtenção de frações de austenita retida através do ciclo de têmpera e partição. Nesses estudos é possível visualizar a dependência entre a fração de austenita retida, bem como seu teor de carbono final, com as condições de tratamentos térmicos empregadas (temperaturas e tempos de partição, além da temperatura de têmpera). Diversos autores têm evidenciado que o ciclo de têmpera e partição é viável na obtenção de aços comerciais com ótima combinação de resistência mecânica e tenacidade [5-7].

O conceito de janela de processo é bastante utilizado no processo de fabricação de ferros fundidos nodulares austemperados e também se aplica para a têmpera e partição, e consiste no intervalo de tempo em que é possível obter propriedades mecânicas ótimas para determinada temperatura de austêmpera ou partição [8]. Se o tempo de manutenção nessa temperatura for muito curto, é possível que certa porção de austenita não seja suficientemente enriquecida com carbono a ponto de alcançar estabilidade térmica. Dessa forma, essa fase irá se transformar em martensita durante o resfriamento à temperatura ambiente, com prejuízo a tenacidade do material (redução no alongamento e energia absorvida ao impacto). Por outro lado se o tempo for demasiadamente longo a austenita supersaturada em carbono passará a se decompor em carbonetos. Esse fenômeno também provoca redução da tenacidade do material.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O ferro fundido nodular utilizado neste trabalho foi elaborado pela empresa Tupy S.A. O material foi fornecido na forma de blocos Y conforme especificado pela norma NBR 6916. As ligas foram fundidas em um forno de indução a cadinho com capacidade de 9 toneladas. Os moldes dos blocos Y foram confeccionados em processo caixa fria (areia de sílica e resina fenólica-uretânica catalisada por trietilamina)

A composição química da liga utilizada neste trabalho (tabela 1) é similar às utilizadas comercialmente para a produção de componentes automotivos em ferros fundidos nodulares.

Tabela 1 - Composição química do ferro fundido nodular

C	Si	Mn	Cu	Cr	Mg	Ni	P	S
3,47	2,47	0,2	0,38	0,03	0,03	0,01	0,04	0,01

Para determinação dos parâmetros de tratamento térmico, inicialmente foi feito um ensaio no dilatômetro de têmpera Bähr DIL805A para selecionar as temperaturas de austenitização e têmpera. O corpo de prova foi aquecido até a temperatura de 880°C, onde foi mantido por duas horas, sendo em seguida resfriado até a temperatura ambiente sob uma taxa de resfriamento de 100°C/s. Durante o aquecimento, foi identificado que na faixa de temperaturas de 815 a 840 °C ocorre a formação da austenita a partir da ferrita e cementita presentes na microestrutura inicial. Durante a etapa de resfriamento foi possível identificar a temperatura de início de transformação martensítica (M_s) em 220°C. Por meio da equação de Koistinen-Marburger [9] (equação 1) foi possível estimar a porcentagem de austenita transformada na temperatura de têmpera.

$$f_m = 1 - \exp\{-1,1 \cdot 10^{-2} (M_s - QT)\} \quad (\text{eq. 1})$$

em que f_m é a fração de austenita transformada para martensita devido à têmpera a uma temperatura QT abaixo de M_s . Foi mantida a temperatura de austenitização em 880°C e foi selecionada a temperatura de têmpera de 170°C, na qual foi determinado pela equação de Koistinen-Marburger que, aproximadamente, 50% da austenita inicial se transformaria em martensita. Por sua vez, a etapa de partição foi conduzida na temperatura de 375 °C nos tempos de 15, 30, 60 e 120 minutos.

As propriedades mecânicas foram determinadas de acordo com a norma ASTM A 897 (2011), que também especifica as dimensões de corpos-de-prova para ensaio de tração e resistência ao impacto. As propriedades à tração foram determinadas em uma máquina universal de ensaios marca Emic com capacidade de 100 kN. Utilizou-se corpos de prova com 8 mm de diâmetro e 40 mm de comprimento útil. Os ensaios de impacto foram realizados em uma máquina de ensaio Charpy. Os corpos de prova foram usinados com uma seção transversal quadrada de 10 mm por 55 mm de comprimento e sem entalhe. Para cálculo da resistência ao impacto, a norma citada especifica que se deve fazer quatro ensaios e que o resultado seja obtido pela média dos três maiores valores.

Os corpos de prova foram austenitizados a vácuo num forno tubular para evitar a decarbonetação. A partição se deu num forno poço com sal de austêmpera. A caracterização microestrutural do material obtido foi feita utilizando as técnicas de microscopia óptica (MO) e eletrônica de varredura (MEV). As amostras foram preparadas metalograficamente utilizando procedimento convencional de lixamento e polimento e, em seguida, foram atacadas utilizando o reagente químico Beraha (3g $K_2S_2O_5$, 10g $Na_2S_2O_3$ em 100mL H_2O) após um pré-ataque com Nital 2%. O reagente Beraha é utilizado para contrastar ferrita e martensita de austenita.

A fração volumétrica de austenita retida (f_v) foi calculada de acordo com a norma ASTM E975-13 representada na equação 2. As áreas integradas (A_{hkl}) exigidas na equação 2 foram obtidas pelo ajuste de uma função pseudo-Voigt a cada pico de difração. Esta função, que é baseada numa convolução de funções gaussianas e lorentzianas, tem demonstrado bons resultados na quantificação das fases por esse método [10]. O número de picos de difração utilizados no cálculo é representado por

“n”. Nesse trabalho foram utilizados os picos (110), (200) e (211) da fase ferrita e os picos (111), (200) e (220) da fase austenita.

$$f^{\gamma} = 1 - f^{\alpha} = \frac{1}{n} \left(\frac{\sum \frac{A_{hkl}^{\gamma}}{R_{hkl}^{\gamma}}}{\sum \frac{A_{hkl}^{\gamma}}{R_{hkl}^{\gamma}} + \sum \frac{A_{hkl}^{\alpha}}{R_{hkl}^{\alpha}}} \right) \quad (\text{eq.2})$$

A equação 2 faz uso dos coeficientes R_{hkl} que contabilizam o efeito dos fatores que compõem o cálculo da intensidade teórica dos picos de difração. Na tabela 2 são apresentados os valores de R_{hkl} utilizados para quantificação das fases neste trabalho.

Tabela 2 - Coeficientes R_{hkl} utilizados para as fases ferrita (α) e austenita (γ).

Fase	hkl	R_{hkl}	Fase	hkl	R_{hkl}
α	110	1840	γ	111	1351
	200	288,6		200	644,3
	211	530,0		220	376,7

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A figura 1 mostra a microestrutura do material bruto de fundição. É possível notar que a matriz é constituída por ferrita e perlita. A elevada contagem de nódulos ($416/\text{mm}^2$) tem por objetivo distribuir de forma mais uniforme as segregações entre os contornos de células eutéticas. Isso foi conseguido através de uma superinoculação (feita no vazamento e *in mould*) durante fabricação dos blocos Y.

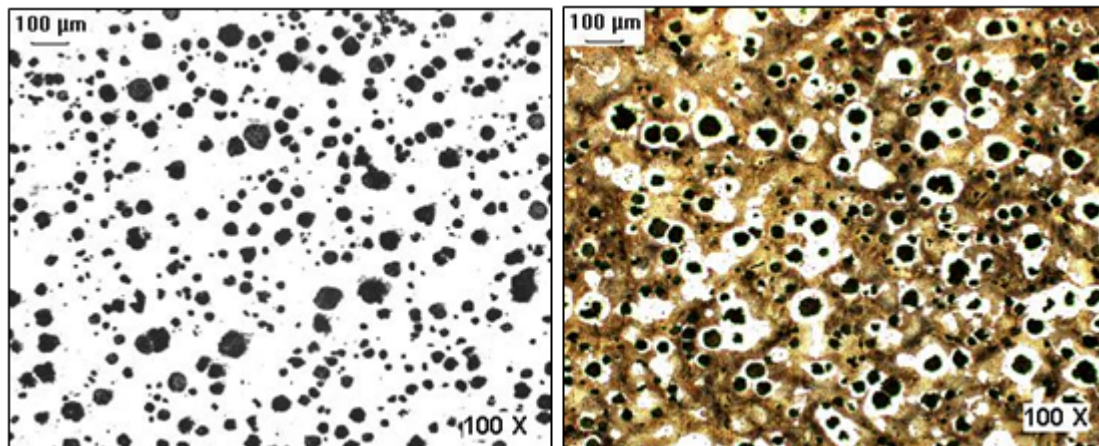
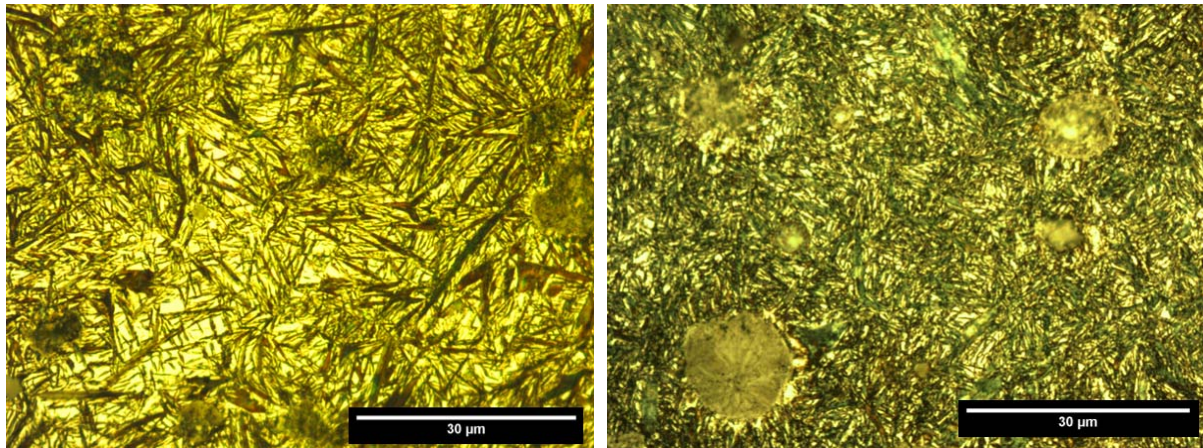


Figura 1 – Microestrutura do ferro fundido nodular bruto de fundição. Nodularização de 82%. Contagem de Nódulos $416/\text{mm}^2$. Dureza 15HRc.

A figura 2 mostra as microestruturas dos materiais obtidos após os tratamentos térmicos de T&P com temperatura de têmpera de 170°C e temperatura de partição de 375°C por tempos de 15 min (A) e 120 min (B). Pode-se observar que a microestrutura é constituída de martensita particionada — neste caso, na forma de placas — e austenita estabilizada em carbono (regiões brancas), além da presença de um microconstituente em forma de ripas análogo à ausferrita observada em um ADI convencional.



(A)

(B)

Figura 2 – Microestrutura do material obtido após os tratamentos térmicos de T&P por diferentes tempos de partição. (A)15min e (B)120min.

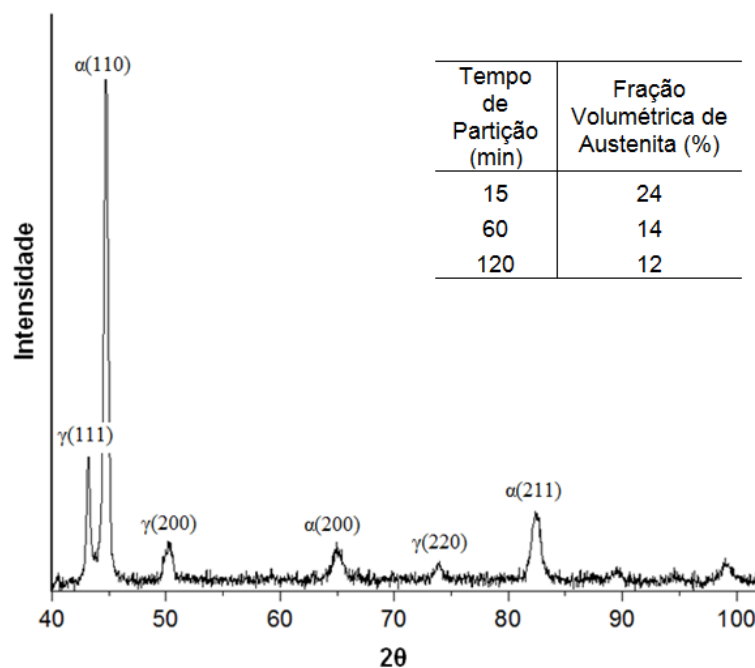


Figura 3 – Difratoograma do material temperado a 170°C e particionado a 375°C por 15 minutos. A figura também apresenta os valores calculados da fração volumétrica de austenita para os tempos de partição de 15, 60 e 120 minutos.

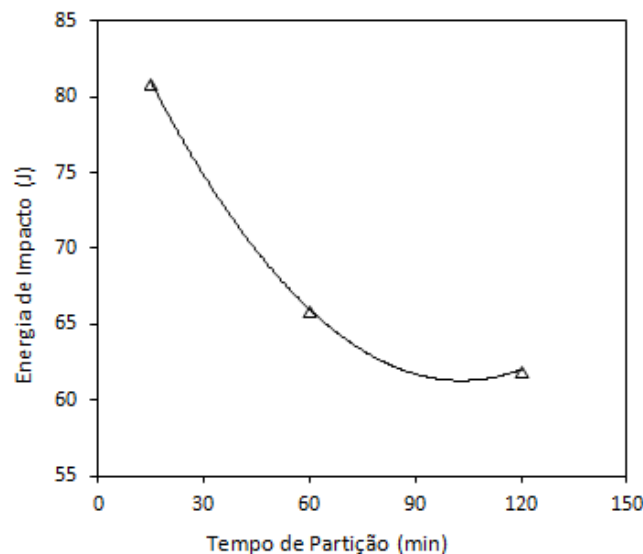
Através da figura 2, é possível observar maior fração volumétrica de austenita retida (regiões brancas) no tratamento por 15 minutos em relação ou realizados por tempos mais longos. A figura 4 mostra o difratograma do material tratado por um tempo de partição de 15 minutos. Através da equação 2 foi possível quantificar a fração volumétrica de austenita para cada condição de tratamento.

A Tabela 3 mostra os valores das propriedades mecânicas do ferro fundido nodular temperado a 140°C e particionado a 375°C com o tempo de partição variando de 15, 60 e 120 minutos.

Tabela 3 - Resumo das propriedades mecânicas obtidas do material após os tratamentos térmicos

Tempo de Partição (min)	Tensão de Escoamento (Mpa)	Alongamento (%)	Energia de Impacto (J)	Dureza (HRc)
15	1320	9,5	81	48
60	1336	8,0	66	46
120	1392	7,0	62	47

Para tempos mais curtos, obtiveram-se os melhores resultados de alongamento e resistência ao impacto. Para o tempo de partição de 120 min, observou-se um ligeiro aumento no limite de escoamento, porém uma acentuada queda nos valores de alongamento e impacto. Sugere-se a isso o fim da janela de processo, quando se inicia a precipitação de carbonetos a partir da austenita supersaturada em carbono. Isto está coerente com as informações da figura 3, onde mostra que com um tempo de partição de 15 minutos a fração volumétrica de austenita é de 24%, já para o tempo de partição de 120 minutos, observa-se uma queda para 12%, confirmando assim a transformação da austenita supersaturada em carbono para tempos de partição mais longos. A figura 5 mostra o efeito da diminuição da porcentagem de austenita com a aumento do tempo de partição na resistência ao impacto do material. O melhor resultado de resistência ao impacto foi encontrado para o material tratado com um tempo de partição de 15 minutos (81J).

**Figura 4** – Gráfico de energia de impacto versus o tempo de partição.

Em todas as condições de tratamento, o material apresentou uma fratura, predominantemente dúctil, caracterizada pela presença de microcavidades na superfície fraturada, conforme apresentada na figura 5.

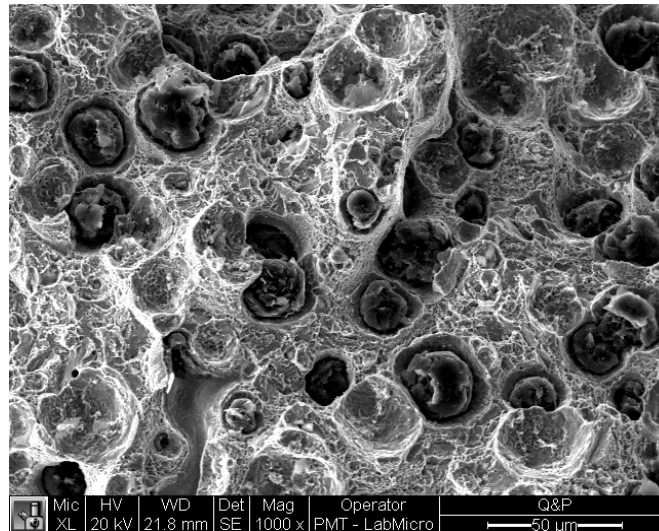


Figura 5 – Superfície fraturada após ensaio de impacto do material temperado e particionado.

4 CONCLUSÃO

O tratamento de têmpera e partição em ferros fundidos nodulares se mostrou bastante eficiente como uma nova alternativa de materiais multifásicos para a substituição do ADI convencional.

Com o aumento do tempo de partição, verificou-se uma diminuição na fração volumétrica de austenita retida.

Com a diminuição da porcentagem de austenita retida observou-se uma diminuição nas propriedades como alongamento e resistência ao impacto do material.

Agradecimentos

Ao CNPQ – Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico -pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 Speer, J.G., Rizzo, F. C., Matlock, D. K., Edmonds D. V. The “Quenching and Partitioning” process. Background and Recent Progress. 59th Annual Conference of ABM – International, São Paulo, Brazil, July 2004.
- 2 Thomas, G. A., Speer, J.G., Matlock, D. K. Considerations in the Application of the “Quenching and Partitioning” Concept to Hot-Rolled AHSS Production. Advanced Steel Processing and Products Research Center. Colorado School of Mines, Golden 80401, Colorado, USA.
- 3 Moor, E., Lacroix, S., Clarke, A.J., Penning, J., Speer J.G. Effect of Retained Austenite Stabilized via Quench and Partitioning on the Strain Hardening of Martensitic Steels. Metallurgical and Materials Transactions, v. 39A, p. 2586-2595, nov.2008
- 4 Clarke, A. J., Speer J. G., Miller, M. K., Hackenberg, R. E., Edmonds, D. V., Matlock D. K., Rizzo, F. C., Clarke K.D., Moor, E. Carbon partitioning to austenite from martensite or bainite during the quench and partition (Q&P) process: A critical assessment. Acta Materialia, 56, p.16–22, 2008
- 5 Edmonds D. V., Speer, J.G., Martensitic steels with carbide free microstructures containing retained austenite. Materials Science and Technology, v. 26, n° 4, p. 387 – 391, 2010.
- 6 Zhong, N., Wang, X.D., Wang, L., Rong, Y.H. Enhancement of the mechanical properties of an Nb-microalloyed advanced high-strength steel treated by quenching–

- partitioning–tempering process. *Materials Science and Engineering*, v. 506,p. 111–116, 2009.
- 7 Matlock , D. K., Speer. J. G. Processing Opportunities for New Advanced High-Strength Sheet Steels. *Materials and Manufacturing Processes*, v.25, p. 7–13, 2010
 - 8 Guesser, W. L. *Propriedades Mecânicas dos Ferros Fundidos*, Blucher, São Paulo, 2009.
 - 9 P.P. Koistinen and R.E. Marburger: *Acta Metallurgica* vol. 7 (1959), pp. 59- 60.
 - 10 J.L. Garin, R.L. Mannheim. Strain-induced martensite in ADI alloys, *Journal of Materials Processing Technology*, v.143–144, p.347–351, (2003).