

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E DE TECNOLOGIA
MESTRADO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE MATERIAIS

LUDIERE LUCAS TOLDO BONETI

INFLUÊNCIA DAS TEMPERATURAS DE AUSTENITIZAÇÃO E AUSTÊMPERA NA
MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES DE TRAÇÃO DE UM FERRO FUNDIDO
NODULAR

PONTA GROSSA

2014

LUDIERE LUCAS TOLDO BONETI

INFLUÊNCIA DAS TEMPERATURAS DE AUSTENITIZAÇÃO E AUSTÊMPERA NA
MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES DE TRAÇÃO DE UM FERRO FUNDIDO
NODULAR

Dissertação apresentada como requisito
para a obtenção do título de Mestre em
Engenharia e Ciências de Materiais pela
Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Área de Concentração: Desenvolvimento e
Caracterização de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Marcio Ferreira Hupalo

PONTA GROSSA

2014

Ficha Catalográfica
Elaborada pelo Setor de Tratamento da Informação BICEN/UEPG

B712 Boneti, Ludiere Lucas Toldo
Influência das temperaturas de austenitização e austêmpera na microestrutura e propriedades de tração de um ferro fundido nodular/ Ludiere Lucas Toldo Boneti. Ponta Grossa, 2014.
92f.

Dissertação (Mestrado 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.Fundição. 2.Ferro fundido nodular austemperado. 3.Bainita. 4.Austenita retida. 5.Propriedades mecânicas. I.Hupalo, Marcio Ferreira. II. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais. III. T.

CDD: 669

LUDIERE LUCAS TOLDO BONETI

INFLUÊNCIA DAS TEMPERATURAS DE AUSTENITIZAÇÃO E AUSTÊMPERA NA
MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES DE TRAÇÃO DE UM FERRO FUNDIDO
NODULAR

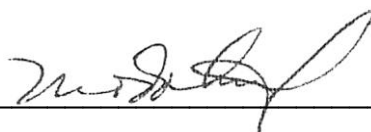
Dissertação apresentada para obtenção do título de Mestre na Universidade
Estadual de Ponta Grossa. Área de Concentração: Desenvolvimento e
Caracterização de Materiais.



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



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



Prof. Dr. Modesto Hurtado Ferrer
Doutor em Engenharia Metalúrgica
UFSC – Universidade Federal de Santa Catarina

Há em tudo e em todos os seres a presença do Amor. Em um lugar revela-se como ordem, noutro, beleza e, sucessivamente, harmonia, renovação, progresso, vida, convocando a reflexão. O amor é o antídoto mais eficaz contra quaisquer males. Age nas causas e altera as manifestações, mudando a estrutura dos conteúdos negativos quando estes se exteriorizam.

Joanna de Angelis

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, pelas oportunidades de estudo e trabalho, pelas pessoas, pelas relações e pelas atividades.

Aos meus Pais Jandir Boneti e Rosely Salete Toldo, pelo incentivo, motivação e pela educação.

Agradeço aos amigos de Pato Branco, pelas preocupações e apoio em relação às viagens e ao desenvolvimento deste trabalho.

Agradeço ao Professor Dr. Marcio Ferreira Hupalo, pelas orientações e conversas durante o período de viagens a Ponta Grossa.

Agradeço aos professores Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho, pelo auxílio na obtenção de imagens por FEG, e MSc. Selauc Vurobi Júnior pela fundamental colaboração na calibração dos fornos para realização dos tratamentos térmicos, bem como pelo auxílio nos ataques metalográficos com os reagentes LePera e metabissulfito de sódio.

Aos colegas e amigos conquistados em Ponta Grossa Josiane Pereira, Hudson Locke Heskell, Ederson Pauletti, Mauricio Mazur, Célia Regina Lucas, Natany Assai, Adriano Borges Mendes, Luiz Lima, Giuliano Moraes, Eliane Gogola, Cristiane Lago e também a Patrícia Oliveira Hoffman e Osmari Hoffman, pela amizade, estadias e conselhos, durante os períodos de aulas e realização da parte experimental.

À Prof^a. MSc. Daniela da Silva Ramos da UNISOCIESC, Joinville – SC, pelo auxílio na realização dos ensaios de tração e determinação do número de nódulos e grau de nodularidade da liga.

À empresa Fersul Manufaturados de Ferro Ltda., pela fusão da liga de ferro fundido nodular, utilizada neste estudo.

À empresa de Fundição Toneti Ltda., pela oportunidade de realização deste trabalho.

RESUMO

O presente trabalho teve como objetivo avaliar a influência dos parâmetros de tratamento térmico de austêmpera na microestrutura e nas propriedades mecânicas de tração e dureza, em uma liga de ferro fundido nodular produzida em condições industriais. A liga em estudo possui teor de carbono de 3,59%, silício de 2,68% e adições de 0,46% de cobre, possuindo ainda um carbono equivalente de 4,50%. O material foi produzido em condições industriais, em uma fundição localizada no sudoeste do estado do Paraná. Os corpos de prova para retirada de amostras foram obtidos pelo vazamento da liga em moldes de blocos Y. Os tratamentos térmicos de austêmpera consistiram de pré-aquecimento a 500°C, seguido da etapa de austenitização a 870°C, 900°C e 930°C, por um tempo fixo de 60 minutos. A etapa de austêmpera foi realizada em banhos de metais fundidos, em temperaturas de 300°C e 370°C, durante 30 minutos. A caracterização microestrutural de amostras foi realizada pelas técnicas de microscopia ótica, com análise de imagens, microscopia eletrônica de varredura e difração de raios X, com refinamento pelo método de Rietveld. As propriedades mecânicas foram avaliadas por meio de ensaios de tração e dureza Vickers. A liga no estado bruto de fundição apresentou microestrutura bastante heterogênea, caracterizada pela presença de regiões com flotação de grafita e regiões intercelulares contendo carbeto de solidificação. Os nódulos de grafita apresentaram baixo grau de nodularização, de 85%, resultado que foi atribuído ao efeito de fadiga térmica da liga nodularizante. A microestrutura de amostras austemperadas foi caracterizada pela presença de agrupamentos de feixes de ripas de ferrita bainítica, entremeadas por austenita retida, na forma de filmes e blocos. A austêmpera a 300°C produziu microestruturas mais refinadas e com menores frações volumétricas de austenita retida. Em todas as amostras tratadas termicamente, foi observado um gradiente de transformação entre as regiões de flotação de grafita e regiões intercelulares. Estes gradientes afetaram tanto os resultados de propriedades mecânicas, como as características de fratura dos corpos de prova. Os melhores resultados de propriedades mecânicas foram obtidos para a condição de austenitização a 900°C seguida de austêmpera, permitindo enquadrar o ADI em uma classe de alta resistência, segundo a norma ASTM A897. As análises das superfícies de fratura dos corpos de prova de tração mostraram uma mudança nas características de fratura entre as regiões de flotação de grafita e as regiões intercelulares. Nas proximidades dos nódulos de grafita houve predominância do mecanismo de fratura dúctil, caracterizada pela presença de cavidades alveolares ("dimples"), com rápida transição para o modo de fratura por clivagem nas regiões com baixos números de nódulos de grafita, contendo carbeto de solidificação.

Palavras-chave: fundição, ferro fundido nodular austemperado, bainita, austenita retida, propriedades mecânicas.

ABSTRACT

The present study aimed to evaluate the influence of the austempering heat treatment parameters on microstructure and mechanical properties of a ductile cast iron produced in industrial conditions, containing 3.59% carbon, 2.68% silicon, 0.46% copper (in wt%) and a carbon equivalent of 4.50%. The material was produced in a foundry located in the southwest region of Parana state, Brazil. The specimens were obtained by casting the alloy into Y-block molds. The austempering heat treatments consisted of pre-heating at 500°C, followed by austenitizing step at 870°C, 900°C and 930°C during 60 minutes. Austempering was carried out in molten metal baths at temperatures of 300°C and 370°C for 30 minutes. Microstructural characterization was carried out by light optical microscopy (LOM) with image analysis, scanning electron microscopy (SEM-FEG) and X-ray diffraction with Rietveld refinement. The mechanical properties were evaluated by tensile and Vickers hardness tests. The as-cast microstructure displayed a very heterogeneous microstructure, characterized by the presence of regions with graphite flotation and carbide containing intercellular regions. The graphite nodules showed low nodularity, of 85%, which was attributed to the fading effect of magnesium alloy. Austempered samples were characterized by the presence of bainitic ferrite, interspersed with retained austenite in films and blocks. The austempering at 300°C resulted in a finer microstructure containing smaller volume fractions of retained austenite. All heat treated samples displayed transformation gradients between graphite flotation and intercellular regions. These gradients affected the mechanical properties, as well as the fracture characteristics. The best results of mechanical properties were obtained in the specimen austenitized at 900°C followed by austempering at 300°C, allowing the ADI produced to fit into a high strength class, according to ASTM A897. The study of fracture surfaces showed a sharp transition between graphite flotation and intercellular regions. The fracture at the vicinity of graphite nodules have occurred by a ductile mechanism, characterized by dimples. It was observed a rapid transition to the cleavage mode at intercellular regions, containing solidification carbides.

Keywords: casting, austempered ductile iron, bainite, retained austenite, mechanical properties.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 3.1 – Microestruturas típicas dos ferros fundidos mais comuns.....	18
Figura 3.2: Diagrama de fases ferro-carbono, apresentando os eutéticos estável e metaestável.....	19
Figura 3.3: Ação dos elementos de liga nas linhas TEE e TEM: (a) efeito do silício como elemento grafitizante; e (b) efeito do cromo como elemento formador de carbeto (perlitzante), diminuindo a temperatura entre TEE e TEM.....	22
Figura 3.4 – Seção do diagrama de equilíbrio ferro-carbono, mostrando a região de coexistência entre ferrita, austenita e grafita devido ao efeito grafitizante do silício .	23
Figura 3.5 – Ilustrações esquemáticas de panelas utilizadas em processos de nodularização de ferros fundidos: (a) método “tundish cover” e (b) método “sanduiche”.....	26
Figura 3.6 – Processo de nodularização “in-mold”	27
Figura 3.7 – Tendência à segregação dos principais elementos de liga presentes nos ferros fundidos nodulares	28
Figura 3.8 – Diagrama de Henderson	30
Figura 3.9 - Ilustração esquemática de um ciclo típico de tratamento térmico de austêmpera	32
Figura 3.10 - Estágios característicos da decomposição da austenita durante o tratamento térmico de austêmpera, ilustrando o patamar entre o primeiro e segundo estágios (estase da reação)	35
Figura 3.11 – Curvas de energia livre para a ferrita e para a austenita em função da concentração de carbono, ilustrando o conceito da linha T_0 e da concentração de equilíbrio entre as fases	36
Figura 3.12 - Gráfico comparativo de propriedades de limite de escoamento e alongamento, apresentadas por ferros fundidos nodulares com diferentes microestruturas.....	40
Figura 3.13 – Valores típicos de resistência à tração e alongamento apresentados pelo ADI e pelas ligas de alumínio forjadas e fundidas	41
Figura 3.14 – Comparação entre ligas metálicas em relação à razão peso/limite escoamento.....	42
Figura 3.15 – Comparação de diferentes propriedades mecânicas do ADI mediante a nodularidade da liga	42

Figura 3.16 – Influência da temperatura de tratamento de austêmpera nas propriedades mecânicas do ADI	43
Figura 3.17 – Influência da temperatura de austêmpera sobre a propriedade de dureza do ADI	44
Figura 3.18 – Exemplo de aplicação do ADI em suportes de feixes de molas para caminhões.....	46
Figura 4.1: (a) Dimensões dos blocos Y utilizados para a confecção dos corpos de prova; e (b) vazamento da liga de nodular no molde de bloco Y, por meio de panela basculante	48
Figura 4.2 – Amostras e corpos de prova para tratamentos térmicos: (a) esquema de retirada da área útil do bloco Y (parte inferior); e (b) corpos de prova e amostras usinados para tratamento térmico	49
Figura 4.3 – Fornos utilizados para o tratamento térmico: (1) forno mufla para pré-aquecimento, (2) forno tubular para austenitização, e (3) forno poço para austêmpera em banho de metais fundidos	50
Figura 4.4 – Ilustração esquemática das condições de tratamento térmico	52
Figura 4.5 – Dimensões do corpo de prova para o ensaio de tração	56
Figura 5.1 – Caracterização microestrutural do estado bruto de fundição: (a) visão geral da microestrutura em baixo aumento, (b) grafita degenerada e contorno de célula eutética, (c) grafitização secundária oriunda da reação eutetóide, e (d) célula eutética contendo grafitas degeneradas. Microscopia ótica e ataque com Nital a 2%.	59
Figura 5.2 – Micrografias de amostrada tratada prospectivamente. Austenitização a 900°C por 20 minutos e austêmpera a 300°C durante 20 minutos. Notar gradiente microestrutural entre regiões ricas em nódulos e contornos de células eutéticas. Microscopia ótica e ataque com Nital a 2%.....	62
Figura 5.3 – Micrografia de amostra tratada prospectivamente. Austenitização a 900°C por 20 minutos e austêmpera a 300°C durante 20 minutos. Microscopia ótica e ataque com reagente de LePera. Notar as diferentes colorações resultantes do ataque metalográfico.....	63
Figura 5.4 – Microestrutura de amostra tratada prospectivamente, destacando a maior homogeneidade microestrutural nas proximidades a um nódulo de grafita. Microscopia ótica e ataque com Nital a 2 %.....	64

Figura 5.5 – Microestrutura de amostra austenitizada parcialmente a 870°C e austemperada a 300°C. Microscopia ótica e ataque com Nital a 2%.	65
Figura 5.6 – Microestrutura de amostra austenitizada a 870°C e austemperada a 370°C. Destaque para a região intercelular, contendo um carbeto de solidificação (fase branca) e finas placas de martensita. Microscopia ótica e ataque com reagente de LePera.....	66
Figura 5.7 – Microestruturas de amostra que foi austenitizada a 900°C e sofreu austêmpera a 300°C. Microscopia ótica e ataque com Nital a 2%.	67
Figura 5.8 – Tratamento de austenitização e austêmpera de 900°C e 300°C, respectivamente. Aumento de 1000x e ataque com Nital 2 %.	68
Figura 5.9 – Microestrutura de amostra austenitizada a 900°C e austemperada a 370°C, destacando a heterogeneidade microestrutural resultante do fenômeno de flotação de grafitas. Microscopia ótica e ataque com Nital a 2%.	69
Figura 5.10 – Microestrutura de amostra austenitizada a 900°C e austemperada a 370°C. Notar o gradiente microestrutural produzido entre a região intercelular e a região povoada por nódulos de grafita. Microscopia ótica e ataque com Nital a 2%.	69
Figura 5.11 – Microestrutura da amostra austenitizada a 900°C e austemperada a 370°C. Microscopia ótica e ataque com metabissulfito de sódio a 10%.	70
Figura 5.12 – Microestruturas de amostra austenitizada a 930°C e austemperada a 300°C. Ataque com Nital a 2%.	71
Figura 5.13 – Micrografias de amostra austenitizada a 930°C e austemperadas a 370°C. Microscopia ótica e ataque com Nital 2%.	72
Figura 5.14 – Micrografia de amostra austenitizada a 930°C e austemperada a 370°C. Microscopia ótica e ataque com metabissulfito de sódio a 10%.	72
Figura 5.15 – Imagens da microestrutura de amostra austenitizada parcialmente a 870°C e austemperada a 370°C. Microscopia eletrônica de varredura (FEG) e ataque com Nital a 2%.	73
Figura 5.16 – Imagens da microestrutura de amostra austenitizada a 900°C e austemperada a 300°C. Microscopia eletrônica de varredura (FEG) e ataque com Nital a 2%.	74
Figura 5.17 – Imagens da microestrutura de amostras austenitizadas a 930°C e austemperadas em diferentes temperaturas: (a) 300°C, e (b) 370°C. Microscopia eletrônica de varredura (FEG) e ataque com Nital a 2%.	75

Figura 5.18 – Espectros de difração de raios X obtidos para as amostras tratadas termicamente. Radiação Cu-K α 1 (λ = 0,15405 nm).....	76
Figura 5.19 – Reflexões dos planos {111} da austenita e {110} da ferrita, em função da condição de tratamento térmico de austêmpera.	77
Figura 5.20 – Reflexões dos planos {200} da austenita e {211} da ferrita, em função da condição de tratamento térmico de austêmpera.	78
Figura 5.21 – Imagens de superfícies de fratura de corpo de prova tratado na condição 900°C/300°C. Microscopia eletrônica de varredura (MEV).	83
Figura 5.22 – Imagens de superfícies de fratura de corpo de prova tratado na condição 900°C/300°C. Microscopia eletrônica de varredura (MEV).	84

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Classes de resistência do ADI, especificando valores de: limite de escoamento (LE), limite de resistência à tração (LRT), alongamento (A), energia absorvida em impacto (EAI) e dureza Brinell (HB).	39
Tabela 2 – Composição química do inoculante (% em peso).	47
Tabela 3 – Composição química da liga nodularizante (% em peso).....	47
Tabela 4 – Composição química analisada da liga de ferro fundido nodular utilizada (% em peso).	47
Tabela 5 – Frações volumétricas de austenita retida (γ_{ret}) nas amostras de ADI, em função das condições de tratamento térmico.	79
Tabela 6 – Resultados dos ensaios de dureza Vickers, em função das condições de tratamento térmico. Os valores referem-se à média de 10 medidas por amostra.	80
Tabela 7 – Resultados dos ensaios de tração, para o estado bruto de fundição e após tratamentos térmicos de austêmpera. LE – limite de escoamento, LRT – limite de resistência à tração e A – alongamento (%). Valores se referem à média de três corpos de prova ensaiados.	82

LISTA DE SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ADI	Austempered Ductile Iron
ARB	Austenita retida em blocos
ARF	Austenita retida em feixes
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CFC	Cúbica de Face Centrada
DIN	Deutsches Institut für Normung
MADI	Mixed Austempered Ductile Iron
SAE	Society of Automotive Engineers
TEE	Temperatura Eutética Estável
TEM	Temperatura Eutética Metaestável

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
2.OBJETIVOS.....	17
2.1 OBJETIVO GERAL	17
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	17
3 REVISÃO DA LITERATURA	18
3.1 FERROS FUNDIDOS.....	18
3.2 METALURGIA DOS FERROS FUNDIDOS NODULARES.....	19
3.2.1 Solidificação dos ferros fundidos nodulares	19
3.2.2 Tratamento de inoculação	23
3.2.3 Tratamento de nodularização	25
3.2.4 Composição química e efeito dos elementos de liga	28
3.3 TRATAMENTO TÉRMICO DE AUSTÊMPERA.....	31
3.3.1 Transformações de fase durante austêmpera	33
3.3.2 Termodinâmica da transformação bainítica.....	35
3.3.3 Transformação bainítica incompleta.....	37
3.4 PROPRIEDADES MECÂNICAS DO ADI	39
3.4.1 Propriedades obtidas em ensaios de tração	40
3.4.2 Propriedade de dureza.....	44
3.5 APLICAÇÕES	45
4 MATERIAIS E MÉTODOS	47
4.1 MATERIAIS	47
4.2 MÉTODOS EXPERIMENTAIS	49
4.2.1 Tratamentos térmicos de austêmpera.....	49
4.2.2 Preparação metalográfica	53
4.2.3 Microscopia ótica.....	54
4.2.4 Microscopia eletrônica de varredura	55
4.2.5 Dureza Vickers	55
4.2.6 Ensaio de tração	54
4.2.7 Difração de raios X.....	57
5.RESULTADOS E DISCUSSÃO	58
5.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....	58
5.1.1 Estado bruto de fundição.....	58

5.1.2 Caracterização de amostra do tratamento de austêmpera prospectivo	61
5.1.3 Caracterização de amostras após tratamentos de austêmpera	64
5.2 ANÁLISES POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X	75
5.3 ENSAIOS MECÂNICOS.....	80
5.3.1 Ensaios de dureza Vickers	80
5.3.2 Ensaios de tração.....	81
5.3.3 Análise das superfícies de fratura após ensaios de tração	83
6 CONCLUSÕES	85
SUGESTÕES PARA TRABALHO FUTUROS.....	87
REFERÊNCIAS.....	88

1 INTRODUÇÃO

A utilização dos ferros fundidos nodulares tem aumentado constantemente desde a sua introdução no mercado durante a década de 50. O desenvolvimento do ferro fundido nodular austemperado, doravante denominado apenas por ADI – *Austempered Ductile Iron*, no início dos anos 70, propiciou um novo impulso nas aplicações dos ferros fundidos nodulares. O ADI continua atraindo considerável atenção, devido ao seu potencial para substituir os aços forjados em diversas aplicações de engenharia, principalmente no segmento de máquinas e equipamentos. O grande interesse pelo ADI se deve a uma combinação de características como elevada fundibilidade dos ferros nodulares, alta resistência mecânica, elevada tenacidade à fratura em relação aos nodulares convencionais, custo de fabricação comparativamente mais baixo que o dos aços forjados e menor massa específica, cerca de 10% menor que a dos aços (PUTATUNDA; RAO, 2002; PUTATUNDA et al. 2006; RAMOS, 2008; GOUNÉ et al. 2011; PUTATUNDA, 2003; PUTATUNDA; GADICHERLA, 2000).

O ADI é uma liga de ferro fundido nodular, que passa por um tratamento térmico denominado de austêmpera. O material no estado bruto de fundição é inicialmente submetido à etapa de austenitização, em temperaturas que normalmente variam de 850°C a 1000°C, seguido de um resfriamento rápido até temperaturas no campo bainítico, entre 240°C e 400°C, evitando-se a passagem pelo campo de formação de perlita (DELIA; ALAALAM; GRECH, 1998; PUTATUNDA; RAO, 1997). O sucesso na obtenção do ADI depende de uma série de fatores, que vão desde o controle da composição química da liga fundida, até a escolha adequada dos parâmetros de tratamento térmico. Durante o processo de fusão, merecem destaque tanto a correta seleção da carga metálica, buscando-se minimizar a presença de elementos deletérios, como fósforo e enxofre, como a utilização de tratamentos de inoculação e nodularização eficientes, visando à obtenção de elevados números de nódulos e alta nodularidade (perfeição do nódulo de grafita). Diversas exigências devem ser impostas em relação à microestrutura bruta de peças fundidas, no sentido de viabilizar a obtenção de propriedades mecânicas adequadas após o tratamento de austêmpera. Entre estas se podem destacar a minimização de inclusões, de carbeto de solidificação, de microrrechupes e porosidades; além do controle da proporção de fases (ferrita e

perlita) da matriz metálica (DELIA; ALAALAM; GRECH, 1998; TANAKA; KAGE, 1992).

A intrínseca correlação entre propriedades e microestrutura ressalta a importância de estudar os diversos aspectos envolvidos na obtenção e processamento dos materiais de engenharia. Os ferros fundidos, dentre os materiais submetidos a fenômenos de transformações de fase durante processamento, carecem de especial atenção, em função de aspectos que são inerentes às ligas fundidas, tais como a presença de intensa segregação química oriunda do processo de solidificação e a heterogeneidade de microestrutura e propriedades ao longo das seções fundidas. No caso do ADI, a maioria dos trabalhos disponíveis na literatura, aborda aspectos relacionados ao processamento, controle da microestrutura e avaliação das propriedades mecânicas em ligas elaboradas em condições controladas, muitas vezes obtidas em laboratório. Pouca ou nenhuma atenção é dada aos materiais obtidos em condições industriais, particularmente as encontradas em fundições de pequeno porte, que são maioria no Brasil e, particularmente, no estado do Paraná, que apresenta menor nível de desenvolvimento na área de fundição em relação a outros estados das regiões Sul e Sudeste, tais como Minas Gerais, São Paulo e Santa Catarina.

Diante do contexto apresentado, o presente trabalho se propõe a estudar a influência dos parâmetros de tratamento térmico, particularmente das temperaturas de austenitização e de austêmpera, no desenvolvimento da microestrutura e das propriedades mecânicas de tração e dureza de uma liga comercial de ferro fundido nodular. O material foi obtido em uma fundição localizada na região de Pato Branco, sudoeste do Paraná. A utilização de condições industriais na obtenção do material em estudo teve como objetivo avaliar, além dos aspectos de transformações de fase, a eficiência dos processos de inoculação e nodularização, bem como seus efeitos sobre a qualidade do ADI obtido. Nesse sentido, a estratégia adotada foi a de obter os corpos de prova para estudo (blocos Y) diretamente de uma das linhas de moldagem e vazamento da fábrica, para garantir que a liga estudada tivesse características semelhantes à de um ferro fundido nodular comercial.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo geral do trabalho é avaliar a influência dos parâmetros de tratamento térmico de austêmpera na microestrutura e nas propriedades mecânicas de tração e dureza, em uma liga de ferro fundido nodular produzida em condições industriais.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

A fim de se alcançar o objetivo geral, os seguintes objetivos específicos podem ser destacados:

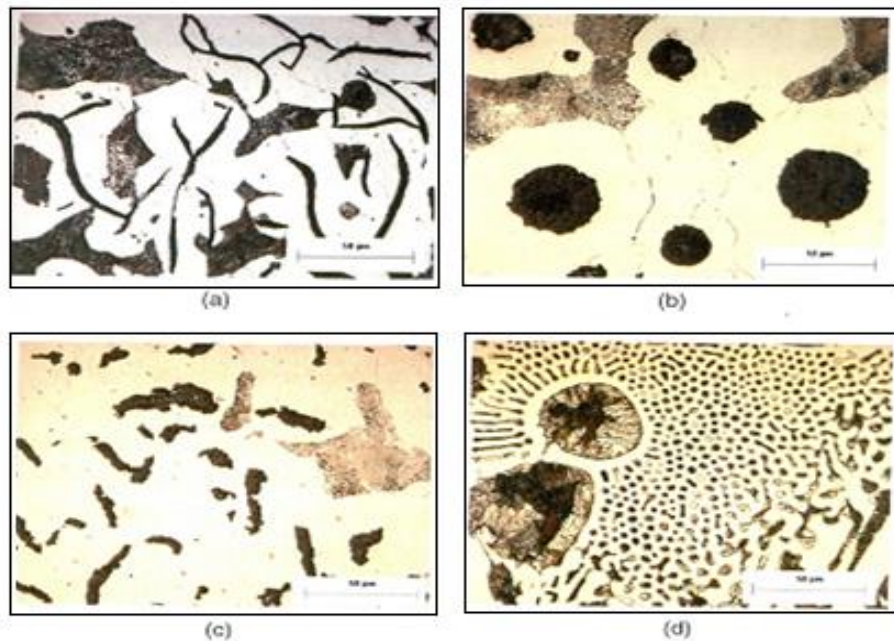
- Avaliar a eficiência dos tratamentos de inoculação e nodularização na obtenção da liga de ferro fundido nodular, bem como sua influência no desenvolvimento das características microestruturais e propriedades do ADI;
- Avaliar a influência da microestrutura bruta de fundição, com destaque para número de nódulos e grau de nodularização, na microestrutura obtida após o tratamento de austêmpera, com destaque para o estudo de fenômenos como flotação e degeneração da grafita;
- Estudar as características da microestrutura do ADI, desenvolvidas a partir da variação das temperaturas de austenitização (900°C e 930°C) e de austêmpera (300°C e 370°C), para tempos fixos de tratamento, bem como seus efeitos nas propriedades mecânicas de tração e dureza; e
- Avaliar as características de fratura dos corpos de prova de ensaios de tração, tentando correlacionar as mesmas com gradientes microestruturais produzidos tanto durante a solidificação da liga, como durante os tratamentos térmicos de austêmpera.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 FERROS FUNDIDOS

Os ferros fundidos são ligas à base de ferro, carbono e silício, contendo teores variados de outros elementos de liga como manganês, níquel, molibdênio, cobre, estanho e cromo, entre outros; além da presença de elementos em teores residuais, com destaque para enxofre, fósforo, magnésio, cálcio e bário; os três últimos provenientes dos tratamentos de inoculação e nodularização (GUESSER, 2009, p.3; KOVACS, 1990; LOPER, 1998). Na figura 3.1 são apresentados exemplos de microestruturas dos principais ferros fundidos produzidos em larga escala pela indústria de fundição, tais como o ferro fundido cinzento (a), ferro fundido nodular (b), ferro fundido vermicular (c) e o ferro fundido branco (d).

Figura 3.1 – Microestruturas típicas dos ferros fundidos mais comuns.



Fonte: (RAMOS, 2008).

Os ferros fundidos cinzentos (figura 3.1a) são caracterizados pela formação de grafitas em formas de veios, enquanto nos ferros fundidos nodulares (figura 3.1b) se nota a presença da grafita esferoidal. Os ferros fundidos vermiculares (figura 3.1c) são obtidos, no estado bruto de fundição, através da adição combinada de elementos de liga como magnésio e titânio, formando a grafita vermicular, sendo

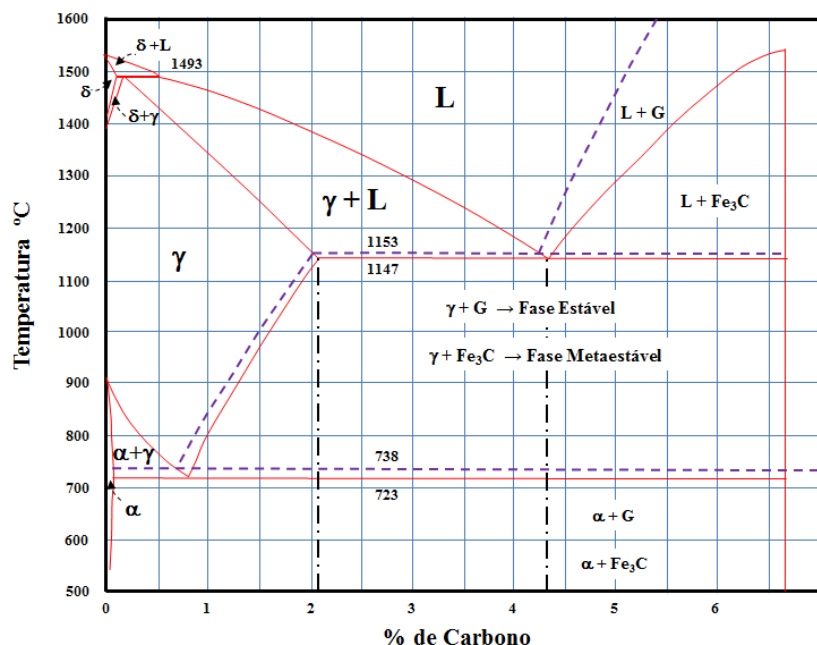
esta uma forma intermediária entre as grafitas em formas de veios e a esferoidal. Já os ferros fundidos brancos (figura 3.1d) se distinguem pelo fato de praticamente todo o carbono na liga encontrar-se na forma de carbetos, tais como Fe_3C (cementita), M_3C ou M_7C_3 (PETRI, 2004). Cita-se também o ferro fundido maleável, sendo este, um material alternativo, desenvolvido a partir dos ferros fundidos brancos e submetidos a um tratamento térmico especial conhecido como maleabilização, onde a cementita se decompõe em grafita e austenita. (SANTOS, 2000).

3.2 METALURGIA DOS FERROS FUNDIDOS NODULARES

3.2.1 Solidificação dos ferros fundidos nodulares

O estudo da metalurgia dos ferros fundidos se inicia com os eventos associados à solidificação, primeiramente em condições de equilíbrio (GUESSER, 2009, p.9). Para tanto se utiliza uma importante ferramenta, o diagrama de equilíbrio ferro-carbono apresentado na figura 3.2.

Figura 3.2: Diagrama de fases ferro-carbono, apresentado os eutéticos estável e metaestável.



Fonte: (ROSÁRIO, 2012).

O sistema ferro-carbono apresenta dois eutéticos provenientes da existência de dois equilíbrios, o estável e o metaestável. O eutético estável, a uma temperatura

de 1153°C, caracterizado pela linha tracejada, é formado por austenita e grafita e o metaestável, a uma temperatura de 1147°C, caracterizado pela linha cheia, é constituído por austenita e carbetos (ROSÁRIO, 2012; SANTOS, 1989; SANTOS, 2000). No caso dos ferros fundidos nodulares, interessa a condição de equilíbrio estável, pois neste caso ocorre a formação de grafita. Diminuindo a temperatura no diagrama de fases, a solidificação apresenta a reação eutetóide onde a matriz inicialmente austenítica poderá se decompor formando ferrita, cementita ou ambas. A reação eutetóide poderá ser estável, a 738°C (linha tracejada), formando a ferrita a partir da austenita e/ou metaestável, a 727°C (linha cheia), podendo formar carbetos.

No eixo das ordenadas, para a linha tracejada marcada em 4,3% de carbono, a sequência da solidificação dos ferros fundidos nodulares pode ser classificada entre hipereutética (acima de 4,3%) e hipoeutética (abaixo de 4,3%). A solidificação em relação a uma liga hipoeutética, segundo a figura 3.2 ocorre entre 2,11 % e 4,3 % de carbono e inicia com a nucleação e crescimento das primeiras dendritas de austenita, cuja quantidade aumenta com o decréscimo da temperatura. Conforme a temperatura decresce, o crescimento das dendritas de austenita continua, havendo um enriquecimento progressivo de carbono e silício no líquido remanescente (SANTOS, 2000; LOPER, 1998; SANTOS, 1998). O líquido então resfria até a linha da reação eutética, TEE, por volta de 1154°C, onde devem preferencialmente ocorrer os fenômenos de nucleação e crescimento das células eutéticas (austenita + grafita) entre as linhas TEE e TEM.

Com o avanço da solidificação começam a se formar nódulos de grafita no líquido residual, entre as os braços das dendritas de austenita, saturadas de carbono e silício. Então os nódulos de grafita formados a partir do líquido são posteriormente encapsulados por um invólucro de austenita, característico do desenvolvimento da microestrutura pelo crescimento divorciado, entre grafita e austenita (LOPER, 1998; SANTOS, 1998). No caso de uma liga de ferro fundido hipereutética, a fase primária a se formar no líquido é a grafita. A grafita se precipita, a partir da fase líquida, onde à medida que a temperatura diminui, após um determinado superresfriamento, se aumenta a taxa de nucleação dos nódulos de grafita, os quais são posteriormente envolvidos pela austenita. Após a formação de tal invólucro o crescimento da grafita ocorre pela difusão do carbono pela austenita, até a grafita (LOPER, 1998; SANTOS, 1998). A escolha das ligas para reações hipoeutética, hipereutética ou

eutética será detalhada adiante, no item que trata da composição química e dos elementos de liga.

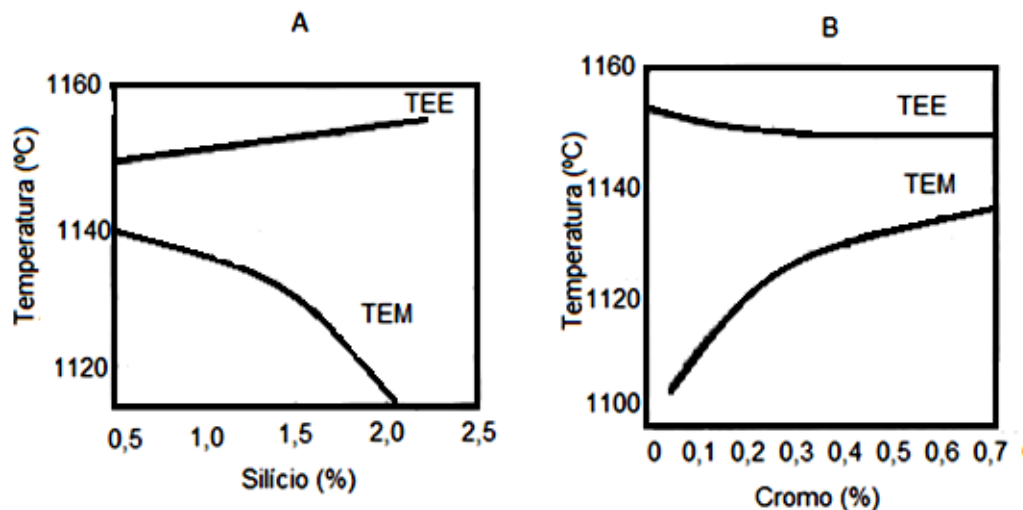
Após a conclusão da solidificação, o resfriamento se encaminha para a reação eutetóide estável ou metaestável, dependendo da velocidade de resfriamento ou da composição química da liga. Na reação eutetóide estável a matriz austenítica se decompõe em ferrita e todo o excesso de carbono da ferrita transformada se difunde para a grafita, já precipitada na reação eutética, aumentando-se o diâmetro dos nódulos. O percentual de carbono que é precipitado nessa etapa chega a cerca de 1%. Para o desenvolvimento da microestrutura se processar segundo a reação eutetóide estável, a velocidade de resfriamento do metal deverá ser a mais baixa possível, geralmente ocorrendo no interior do molde ou, no caso de fundições com alta produção, num tempo médio de duas horas após o vazamento. Se a velocidade de resfriamento for relativamente alta, haverá a tendência da microestrutura se desenvolver segundo o sistema eutetóide metaestável, formando carbetos (SANTOS, 2007).

Com relação aos elementos de liga, se enfatiza comercialmente o uso do cobre, estanho e antimônio como elementos perlitizantes. O mecanismo para a perlitização da matriz, sob o efeito destes elementos, pode ocorrer da forma descrita a seguir. A solubilidade do carbono na austenita durante o resfriamento, já no estado sólido, decresce com a diminuição da temperatura. Dessa forma, durante o resfriamento no estado sólido, o carbono é rejeitado pela austenita desde o final da reação eutética até o início da transformação eutetóide, devido à supersaturação em carbono na austenita. A diminuição da concentração de carbono da austenita ocorre com a precipitação do carbono nas partículas de grafita já existentes, pela difusão atômica. Durante a reação eutética estável o cobre concentra-se na austenita das células eutéticas, afetando a velocidade de difusão de carbono da austenita para a grafita. A formação da perlita é favorecida pela presença de elementos de liga, como o cobre, que exerce um ou mais dos seguintes efeitos, aumentar a temperatura do eutetóide metaestável, causar diminuição da velocidade de difusão do carbono da austenita para a grafita e aumentar a concentração de carbono na austenita, isto é, a supersaturação de carbono nessa fase, precipitando-se em carbetos (SANTOS, 1998).

Os elementos de liga possuem efeito sobre a formação de carbetos nos ferros fundidos. Nesse caso, os elementos podem ser classificados como grafitizantes ou

formadores de carbetos, atuando no sentido de ampliar ou diminuir, respectivamente, a faixa de temperaturas entre as linhas TEE e TEM (ROSARIO, 2012; SANTOS, 2000; SANTOS, 1989a, p. 7; SANTOS, 1989b). Na figura 3.3 se pode observar que o silício amplia o intervalo de temperaturas entre as linhas TEE e TEM, e que adições de até 2% são suficientes para aumentar consideravelmente a faixa de temperatura desse intervalo. Na figura 3.4, o efeito do silício pode ser entendido pela introdução de uma região de três fases no diagrama de equilíbrio ferro-carbono, em que a ferrita, austenita e a grafita, coexistem, aumentando a tendência à solidificação segundo o eutético estável. (FUOCO et al., 2003; ROSÁRIO, 2012; SANTOS, 1989a, p. 8, SANTOS, 2000).

Figura 3.3: Ação dos elementos de liga nas linhas TEE e TEM: (a) efeito do silício como elemento grafitizante; e (b) efeito do cromo como elemento formador de carbetos (perlitizante), diminuindo a temperatura entre TEE e TEM.

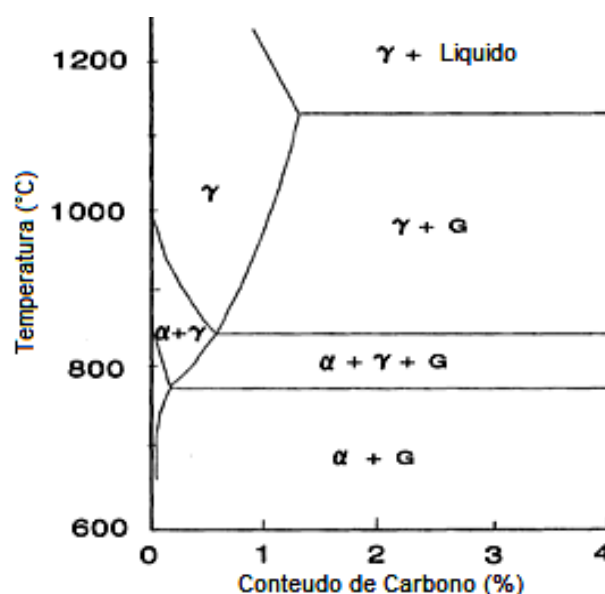


Fonte: (FUOCO et al., 2003).

Outros elementos que atuam no sentido de evitar a formação da grafita são classificados como elementos formadores de carbetos e/ou os perlitizantes, estes são responsáveis por diminuir o intervalo de temperaturas entre TEE e TEM. Na figura 3.3(b) pode-se observar o efeito do cromo, que reduz o intervalo entre as temperaturas dos eutéticos estável e metaestável. Adições em torno de 0,5% (em peso) de cromo, por exemplo, são suficientes para minimizar o intervalo TEE e TEM, aumentando a probabilidade da presença de carbetos na microestrutura (FUOCO et al., 2003; SANTOS 1989a, p. 8; SANTOS, 1989b). Esse mecanismo é predominante

na solidificação dos ferros fundidos brancos, resultando na formação de carbeto dos tipos M_7C_3 ou M_3C , pela adição de cromo, níquel ou molibdênio (PETRI, 2004).

Figura 3.4 – Secção do diagrama de equilíbrio ferro-carbono, mostrando a região de coexistência entre ferrita, austenita e grafita devido ao efeito grafitizante do silício.



Fonte: (OLOFSSON; LARSSON; SVENSSON, 2011).

Outro fator de influência sobre a microestrutura é a taxa de extração de calor durante o processo de solidificação. Por conta das altas velocidades de resfriamento encontradas em peças de seções finas (< 10 mm), a temperatura do líquido residual pode se tornar inferior à do eutético metaestável, se localizando abaixo de TEM, aumentando a probabilidade de formação de carbeto na microestrutura. Já para peças de seções grossas (> 30 mm), a formação de carbeto geralmente está associada com o fenômeno de segregação de elementos de liga, durante a solidificação. Nesse caso, pode-se minimizar este fenômeno por meio do ajuste da composição química e do carbono equivalente e pelo aumento da eficiência do processo de inoculação, descrito a seguir (LOPER, 1998; SANTOS, 1998).

3.2.2 Tratamento de inoculação

A inoculação dos ferros fundidos consiste na adição, ao metal líquido, de compostos que servirão como centros efetivos para a nucleação e crescimento da

grafita, pouco antes do vazamento do metal nos moldes, resultando na redução do superresfriamento necessário à ocorrência da solidificação segundo o eutético estável (austenita + grafita), ao invés do eutético metaestável, que tornaria o material duro e frágil (CHIAVERINI, 1996, p. 471).

O aumento do número de centros efetivos para a nucleação da grafita determina o número de nódulos final na microestrutura após a solidificação, bem como o grau de nodularização do ferro fundido, que representa o grau de perfeição da grafita esferoidal. Estes parâmetros são de fundamental importância para o posterior tratamento térmico de austêmpera, já que os nódulos de grafita constituem os reservatórios de carbono para o enriquecimento e estabilização da fase austenítica (FUOCO et al., 2003). Outra questão relacionada ao tratamento de inoculação é a minimização dos efeitos causados pela segregação de elementos de liga, deixando assim a microestrutura com uma composição química homogênea ao longo da seção, sem os acentuados gradientes de composição química encontrados em ferros fundidos produzidos por inoculação ineficiente.

Os elementos químicos comumente presentes nos inoculantes comerciais são formadores de sulfetos, óxidos, carbeto e nitreto. Estas partículas de segunda fase atuam como locais preferenciais para a formação da grafita, por meio do princípio da nucleação heterogênea. Existem várias hipóteses sobre as características que um centro efetivo para nucleação da grafita deve apresentar, sendo a natureza química do substrato um dos fatores mais importantes, bem como o tipo de ligação ou estrutura do composto nucleante. Maiores detalhes sobre as teorias de nucleação da grafita podem ser encontrados na literatura (SANTOS 1989b; SANTOS, 2007).

A adição do inoculante deve ser realizada, de modo que o material adicionado seja dissolvido e misturado homogeneamente pelo metal líquido. As principais técnicas de inoculação variam em relação ao momento da adição, granulometria e composição química do inoculante e são utilizadas com a intenção de melhorar a eficiência da inoculação, pois os mesmos apresentam uma perda de eficiência com o tempo transcorrido após a sua adição, o denominado “fading” do inoculante. Na prática industrial são usuais as inoculações mais tardias (o mais próximo possível do vazamento do metal nos moldes), resultando em maior eficiência na prevenção de formação de carbeto (SANTOS, 1989a, p.25; SANTOS, 1989b). As técnicas industriais de inoculação mais comuns são:

a) Inoculação na panela: a liga inoculante é adicionada no jato de metal do forno para a panela de vazamento. Neste caso, o tempo entre o tratamento e o vazamento deve ser o menor possível, para se minimizar a perda do efeito do inoculante;

b) Inoculação no jato: o inoculante é adicionado direto no jato de metal líquido que sai da panela de vazamento para o molde, podendo minimizar assim a perda do efeito do inoculante e promover uma inoculação mais uniforme (FUOCO et al., 2003; SANTOS, 2007); e

c) Inoculação no molde: o inoculante é posicionado no interior do molde, no sistema de canais, minimizando “fading” e aumentando a eficiência de mistura (FUOCO et al., 2003; SANTOS, 2007).

A dissolução incompleta dos inoculantes pode causar a presença de inclusões, do mesmo modo que o excesso poderá elevar os teores de alumínio e cálcio, acarretando na incidência de outros defeitos como a formação de drosses, que são inclusões não metálicas, de forma irregular, consistindo basicamente de uma mistura de óxidos, que podem aparecer no interior da peça (LOPER, 1998; SANTOS, 1989b; SANTOS, 2007). Os inoculantes de uso mais generalizado são as ligas de ferro-silício com 75% a 80% de silício, podendo conter residuais de cério, lantânio, zircônio, estrôncio, bismuto, cálcio, bário e alumínio, em geral. Devem ser evitadas ligas de alta granulometria (> 5 mm), pela difícil dissolução no banho fundido e pós muito finos ($< 0,6$ mm), pela facilidade de oxidação em contato com o metal líquido. Os teores adicionados geralmente variam entre 0,2% a 0,6% (em peso) em relação à quantidade de metal.

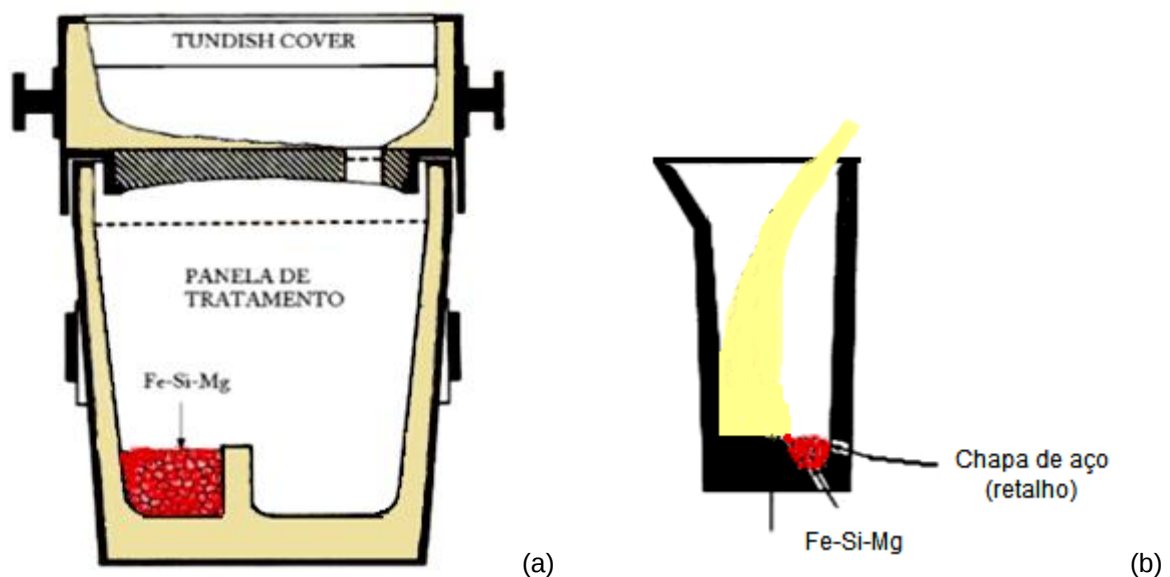
3.2.3 Tratamento de nodularização

Este processo visa alterar a morfologia da grafita na solidificação, de lamelar para nodular, pela adição de elementos químicos como magnésio e cério, sendo o primeiro o mais utilizado em escala industrial. A adição desses elementos geralmente é feita na forma de ligas contendo ferro como elemento principal (GUESSER, 2009; SANTOS, 1989a, p. 67; SANTOS, 1989b;). A grafita possui a estrutura hexagonal e durante a solidificação, dependendo da velocidade de crescimento na direção dos planos prismático ou basal, assume a forma lamelar (figura 3.1a) ou nodular (figura 3.1b), respectivamente. O depósito do carbono no plano basal, que resulta em grafita esferoidal, é o processo que deveria ocorrer de

forma espontânea. Entretanto, os elementos tenso-ativos (enxofre e oxigênio) tendem a ser adsorvidos no plano prismático, reduzindo a sua energia interfacial para valores menores que o do plano basal, resultando então em grafita lamelar. Como o enxofre e o oxigênio são elementos sempre presentes nos ferros fundidos comerciais, a estrutura de grafita lamelar torna-se a mais usual nos ferros fundidos comuns (GUESSER, 2009, p. 11). O magnésio, presente nas ligas nodularizantes, age como desoxidante e dessulfurante, sequestrando parte do oxigênio e do enxofre em solução no metal líquido. A alteração das energias interfaciais favorece o depósito de carbono nos planos basais, gerando grafita nodular. O grau de nodularização e o número de nódulos por milímetro quadrado são as características microestruturais utilizadas para avaliar a eficiência dos processos de nodularização e inoculação (GUESSER, 2009, p. 11; SANTOS, 1989a, p. 40; SANTOS, 1989b).

Industrialmente, as técnicas de nodularização mais utilizadas são os métodos “tundish cover”, “sanduíche” e “in-mold”. Na figura 3.5 são apresentadas ilustrações esquemáticas de panelas utilizadas nos dois primeiros métodos. No processo “tundish cover” (figura 3.5a) a liga nodularizante é depositada no fundo da panela, em um compartimento separado, onde inicialmente não entrará em contato com o metal líquido. Durante o vazamento o compartimento se enche e a turbulência gerada é responsável pela homogeneização entre a liga nodularizante e o metal.

Figura 3.5 – Ilustrações esquemáticas de panelas utilizadas em processos de nodularização de ferros fundidos: (a) método “tundish cover” e (b) método “sanduíche”.

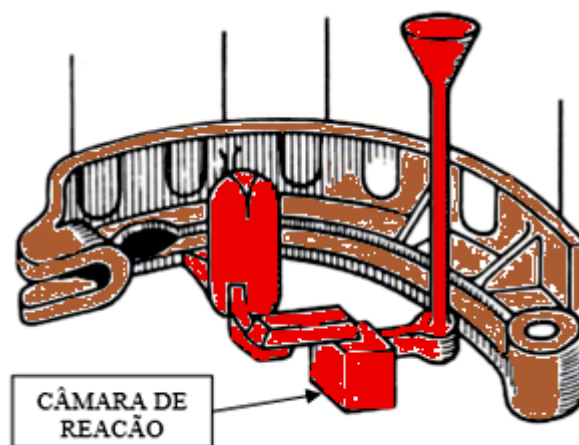


Fonte: SANTOS, 2000.

No caso do processo sanduiche (figura 3.5b), o metal fundido é vazado do lado oposto ao compartimento onde se encontra a liga de magnésio, que geralmente é coberta por uma chapa de aço muito fina. A principal diferença em relação ao processo “tundish cover” é que nesse processo não é utilizada a tampa de proteção contra escape do vapor de magnésio. O processo “sanduiche” é o mais comum entre as fundições de pequeno e médio porte, pela simplicidade do processo e pelo baixo custo na construção na panela de tratamento.

O processo de nodularização “in-mold” é ilustrado na figura 3.6. Este método também é comumente utilizado nos processos de fundição. A liga nodularizante se encontra em forma de briquetes, que são posicionados estrategicamente em uma câmara de reação no interior do molde, a fim de promover uma boa homogeneização entre com o metal fundido durante o vazamento e enchimento do molde.

Figura 3.6 – Processo de nodularização in-mold.



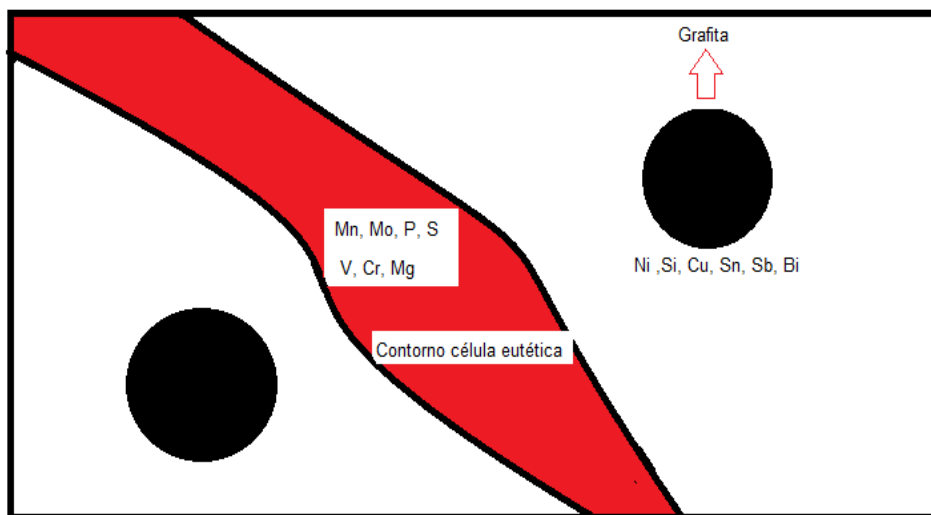
Fonte: (SANTOS, 2000).

Assim como na etapa de inoculação, o tempo de “fading” da liga nodularizante deve ser levado em conta no processo de fabricação de peças de ferro fundido nodular. O sulfeto de manganês formado pode reagir com o oxigênio da atmosfera e do banho. A redução do sulfeto pode resultar em retorno do enxofre para o banho metálico. Este reage novamente com o magnésio livre do banho, promovendo a fadiga da liga nodularizante (SANTOS, 2000; STETS; DOBOTA, 2008).

3.2.4 Composição química e efeito dos elementos de liga

As ligas comerciais de ferro fundido nodular, produzidas em larga escala pela indústria de fundição, apresentam composições químicas que podem variar conforme a aplicação, a norma (ABNT, DIN, SAE) em vigência estabelecida pelo cliente e/ou especificações dos clientes. Um efeito de grande importância, em relação aos elementos de liga é a tendência à segregação durante a solidificação, ou para os contornos de célula eutética ou para as proximidades dos nódulos de grafita. A tendência dos principais elementos de liga utilizados na produção de ferros fundidos nodulares é apresentada, de maneira esquemática, na figura 3.7.

Figura 3.7 – Tendência à segregação dos principais elementos de liga presentes nos ferros fundidos nodulares.



Fonte: O autor.

A segregação de elementos como o manganês, molibdênio, fósforo, enxofre, vanádio, cromo e magnésio, consiste na difusão desses elementos para o líquido residual (região vermelha da figura 3.7) durante o processo de solidificação. Esta tendência é controlada, entre outros fatores, pela solubilidade destes elementos na austenita. Os contornos de célula eutética são, por esse motivo, regiões mais susceptíveis à formação de carbeto eutéticos, de difícil dissolução. Estes carbeto nos contornos das células eutéticas tendem a prejudicar as propriedades mecânicas, reduzindo a resistência à tração e o alongamento das ligas. Por esse motivo, os teores de adição destes elementos nos ferros fundidos nodulares devem ser

controlados e minimizados sempre que possível. Já os elementos como o níquel, silício, cobre, estanho, antimônio e bismuto tendem a segregar preferencialmente para as regiões próximas à grafita. Individualmente, ou de forma combinada, estes elementos podem agir como grafitizantes (silício), perlitizantes (estanho e cobre) ou degeneradores da grafita (antimônio e bismuto), dependendo dos teores de adição e dos efeitos de sinergia entre eles (BERTOLI; ROHRIG, 1981; GUEDES, 1996; PETRY; GUESSER, 2000; SANTOS et al. 1996; SANTOS 2000;).

Um dos principais parâmetros de análise da composição química das ligas de ferro fundido é o carbono equivalente (Ceq), que pode ser calculado com auxílio da equação abaixo:

$$Ceq = \%C + \frac{\%Si}{3} + \frac{\%P}{3} \quad (1)$$

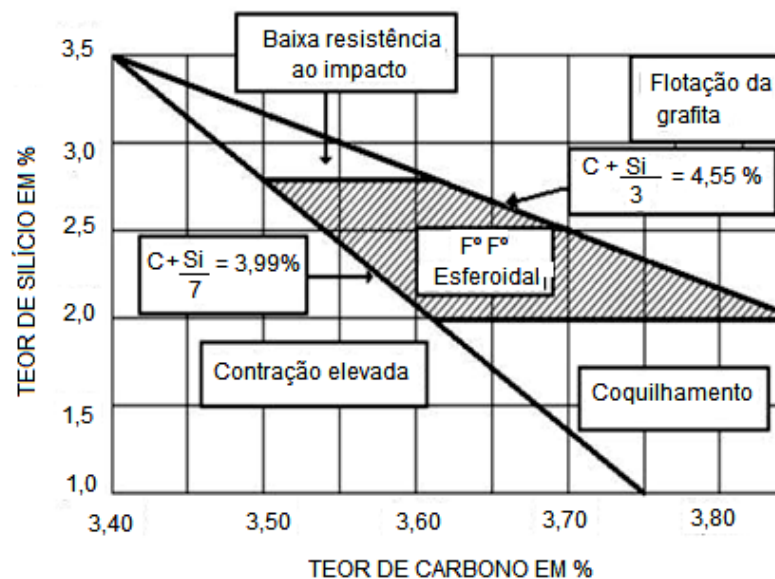
Onde **%C**, **%Si** e **%P** são, respectivamente, os teores de carbono, silício e fósforo da liga de ferro fundido. A equação do carbono equivalente considera não só a quantidade dos elementos químicos presentes no material, mas também o poder grafitizante de cada um deles. Elementos como o silício e fósforo exercem grande influência no ponto de reação eutética, deslocando-o para a direita. A especificação de composição química e a velocidade de resfriamento do metal, relacionada com a espessura de parede da peça fundida, são os principais fatores considerados para se definir a faixa ideal de carbono equivalente e os teores de carbono e silício da liga (SANTOS, 2007). Para a produção de peças em ferro fundido nodular geralmente se recomenda o emprego de ligas de composição eutética ou hipereutética, com carbono equivalente situado entre 4,3% e 4,7%, para a formação de grafita primária, que comanda o processo de solidificação (SANTOS, 1989a, p. 7; SANTOS 2000;).

Nas peças de seção fina (espessuras de até 10 mm) a principal dificuldade consiste em minimizar a ocorrência dos carbetos eutéticos, fruto das altas velocidades de resfriamento. Na produção destes componentes é recomendado empregar ligas hipereutéticas, sendo que o valor do carbono equivalente aumenta com a tendência à formação dos carbetos eutéticos (carbetos oriundos do sistema metaestável). Para peças de seções espessas, maiores que 50 mm, onde comumente ocorrem defeitos como segregação intensa, degeneração da grafita e flotação de grafita, recomenda-se valores de carbono equivalente entre 4,2% e

4,4%. Nesse caso, os valores de carbono equivalente devem diminuir com a velocidade de resfriamento da peça. O fenômeno de flotação de grafita ocorre pelo fato da grafita ser menos densa que o ferro, o que pode gerar a concentração das grafitas em regiões preferenciais na microestrutura. A flotação normalmente ocorre em peças de grande seção e com baixas velocidades de solidificação. Estes locais podem ter as propriedades de tração reduzidas, tanto pelo efeito direto de concentração de tensão das grafitas, como pela formação de carbetos eutéticos nas regiões adjacentes, depletas de grafitas (SANTOS 2000; SANTOS, 2007; SILVA, 2005).

Os teores de carbono e silício mais frequentemente empregados nos ferros fundidos nodulares estão situados nas faixas de 3,5% a 3,8% e 2,1% a 2,8%, respectivamente. Estes teores geralmente proporcionam nódulos de grafita mais perfeitos e menor tendência à formação de defeitos já mencionados, como carbetos eutéticos, microrrechupes e flotação de grafita (SANTOS 2000). O diagrama de Henderson (figura 3.8) é uma ferramenta muito utilizada para correlacionar os teores de carbono e silício com as características microestruturais e ocorrência de possíveis defeitos nos ferros fundidos de grafita esferoidal. Nota-se, na figura 3.8, que composições químicas fora da faixa proposta por Henderson (região hachurada) pode resultar em defeitos como contração elevada (rechupes), flotação de grafita e coquilhamento.

Figura 3.8 – Diagrama de Henderson.



Fonte: SANTOS, 2007.

Na reação eutética o carbono age como elemento grafitizante, ou seja, quanto maior for sua concentração, maior será a quantidade de grafita formada, desde que haja núcleos efetivos suficientes para a nucleação e crescimento desta fase. Durante a reação eutetóide, a solubilidade desse elemento na austenita é o fator que determinará a característica da matriz metálica, se ferrítica, perlítica ou constituída por uma mistura destes microconstituintes (LUSSOLI, 2003; SANTOS, 2007).

O silício é o principal elemento grafitizante durante a solidificação, tendo influência marcante também durante a reação eutetóide, ampliando o campo de coexistência entre austenita, ferrita e grafita no diagrama ferro-carbono. O silício aumenta tanto o intervalo entre as temperaturas dos eutéticos estável e metaestável, durante a solidificação, como também aumenta a temperatura de reação eutetóide (SANTOS, 2000). Em relação ao efeito do silício na etapa de tratamento térmico de austêmpera, destaca-se o efeito de inibir a precipitação de cementita, pois aumenta a atividade do carbono na austenita. Tal efeito pode ser explicado pela baixa solubilidade do silício na cementita, que é o carbeto de equilíbrio do segundo estágio da reação (BONNER; SHELTON, 2005; KOVACS, 1990; TANAKA; KAGE, 1992). Os aspectos de transformação de fase associados à obtenção do ADI serão discutidos em maiores detalhes no decorrer do texto.

3.3 TRATAMENTO TÉRMICO DE AUSTÊMPERA

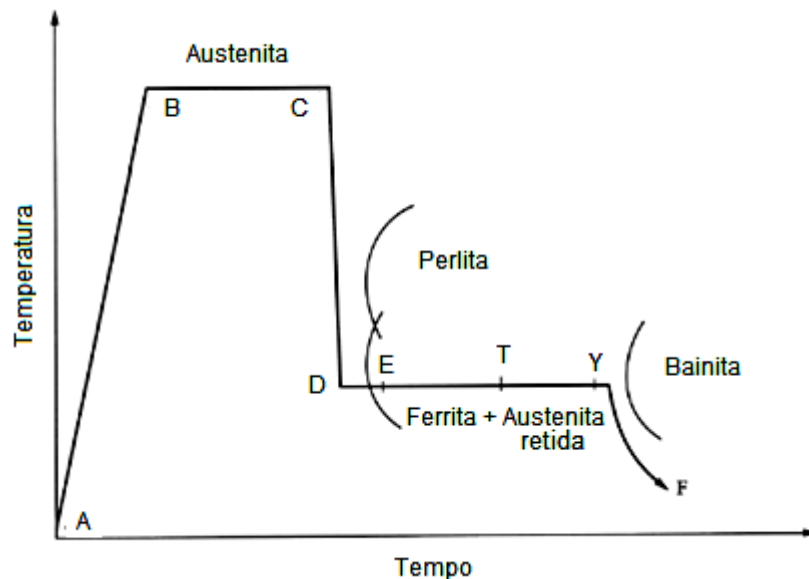
A microestrutura do ADI é composta por ferrita bainítica (α_b), austenita retida (γ_{ret}) e nódulos de grafita (G). Esta microestrutura é obtida por meio de um tratamento térmico em duas etapas: austenitização e austêmpera. Um ciclo típico de austêmpera para obtenção do ADI é apresentado na figura 3.9. Com base neste ciclo podem-se descrever as principais etapas desse tratamento térmico, bem como suas particularidades:

- **Ponto A:** o material de partida para o desenvolvimento do ADI é o ferro fundido nodular bruto de fundição. Alguns autores sugerem que a microestrutura de partida seja predominantemente perlítica, para facilitar o processo de difusão de carbono e enriquecimento da austenita na etapa de austenitização;
- **Etapa B-C:** austenitização, que envolve o aquecimento do material até temperaturas entre 850°C e 1000°C, dentro do campo austenítico, com manutenção por um período de tempo suficiente para obtenção de um teor de carbono

homogêneo na matriz e para minimização dos gradientes de composição gerados pela segregação de elementos de liga durante a solidificação (PUTATUNDA; RAO, 2002).

- **Etapa C-D:** após a austenitização, o material é resfriado rapidamente até temperaturas intermediárias entre 250°C e 450°C e mantido a essas temperaturas durante um período de tempo específico. Deve-se evitar a passagem pelo cotovelo de formação de perlita. Para peças de seções espessas, normalmente são feitos ajustes na composição química, para aumentar a temperabilidade da liga;

Figura 3.9 - Ilustração esquemática de um ciclo típico de tratamento térmico de austêmpera.



Fonte: (PUTATUNDA et al. 2006).

- **Etapa D–Y:** após a têmpera, a manutenção dentro do campo bainítico promove a transformação da austenita rica em carbono em ferrita bainítica e austenita retida (PUTATUNDA; RAO, 2002). Durante a austêmpera, podem-se definir dois estágios distintos de transformação da microestrutura. O primeiro estágio é caracterizado pela formação da bainita isenta de carbeto, ao passo que o segundo estágio resulta na formação de bainita propriamente dita, constituída de ferrita bainítica e austenita retida, contendo dispersões de carbeto. A este período de tempo, entre o primeiro e segundo estágios, dá-se o nome de “janela de processo” (PUTATUNDA et al. 2006).

- **Etapa Y-F:** consiste no resfriamento da liga até a temperatura ambiente. A austenita não transformada, que não foi enriquecida suficientemente em carbono durante a etapa de austenitização pode se transformar em martensita.

Esse tratamento térmico é bem sucedido apenas em intervalos de tempo e temperatura suficientes para enriquecer em carbono a austenita remanescente da transformação bainítica, sem que ocorra a precipitação de carbeto (FERRER, 2003). A microestrutura contendo austenita rica em carbono é decorrente do fenômeno de reação incompleta, caracterizada pela estase da reação (OLOFSSON; LARSSON; SVENSSON, 2011; FERRER, 2003). O fenômeno da reação incompleta e seus conceitos serão abordados adiante.

3.3.1 Transformações de fase durante austêmpera

As transformações associadas ao tratamento térmico de austêmpera se iniciam com a etapa de austenitização, onde, na matriz, ocorre uma mudança alotrópica da estrutura CCC (ferrítica) para a CFC (austenítica), bem como a decomposição da cementita (Fe_3C). A austenita é nucleada preferencialmente nas interfaces ferrita-cementita ou ferrita-grafita. Esta é uma etapa que visa transformar toda a matriz bruta de fundição em austenita, atenuar os efeitos da segregação, gerar uma distribuição uniforme de carbono na matriz austenítica. A segregação e seus efeitos podem ser minimizados na etapa de austenitização, pela dissolução parcial de carbeto oriundos da solidificação e pela melhor distribuição dos elementos químicos, segregados tanto nos contornos das células eutéticas, como nas proximidades das grafitas (BHADESHIA, 2001, p. 389; PUTATUNDA, 2003; PUTATUNDA; GADICHERLA, 2000; PUTATUNDA; RAO, 2002).

O teor de carbono da austenita retida é um importante parâmetro de processo, pois o enriquecimento em carbono desta fase garante a sua estabilidade, durante o posterior resfriamento ao tratamento de austêmpera, sem que a mesma se transforme em martensita. A matriz metálica do ferro fundido no estado bruto de fundição também possui influência sobre a etapa de austenitização. Sugere-se, para fins de diminuição das distâncias de difusão do carbono, que a microestrutura de partida seja perlítica. Além disso, um elevado número de nódulos de grafita (reservatórios de carbono), acima de 150 nódulos/mm², é recomendado para a produção do ADI com microestrutura e propriedades mais homogêneas (DELIA; ALAALAM; GRECH, 1998)

A decomposição isotérmica da austenita no campo bainítico é inicialmente rápida e resulta na formação de um produto isento de carbeto, descrito na literatura

como bainita superior isenta de carbeto ou ferrita pró-bainítica (GOLDENSTEIN, 2002), doravante denominada apenas de ferrita bainítica. A transformação inicial cessa quase que completamente, e assim pode permanecer por longos períodos na temperatura de tratamento. O fenômeno de precipitação de carbeto é retardado pela presença de elementos de liga como o silício, normalmente presente em elevados teores nos ferros fundidos, em função de sua ação grafitizante. Após o período de “estase”, a microestrutura pode vir a se transformar em um agregado de ferrita e carbonetos (bainita propriamente dita).

Na figura 3.10 são representados esquematicamente os dois estágios da reação de austêmpera, em gráfico que apresenta a evolução da fração transformada em função do tempo de tratamento. A microestrutura desejada para o ADI é aquela oriunda do primeiro estágio da transformação, onde ocorre a decomposição da austenita inicial em ferrita bainítica (α_b) e austenita retida (γ_{ret}), como a seguir:

1º estágio: austenita (γ) $\rightarrow$ ferrita (α_b) bainítica + austenita (γ_{ret}) alto carbono.

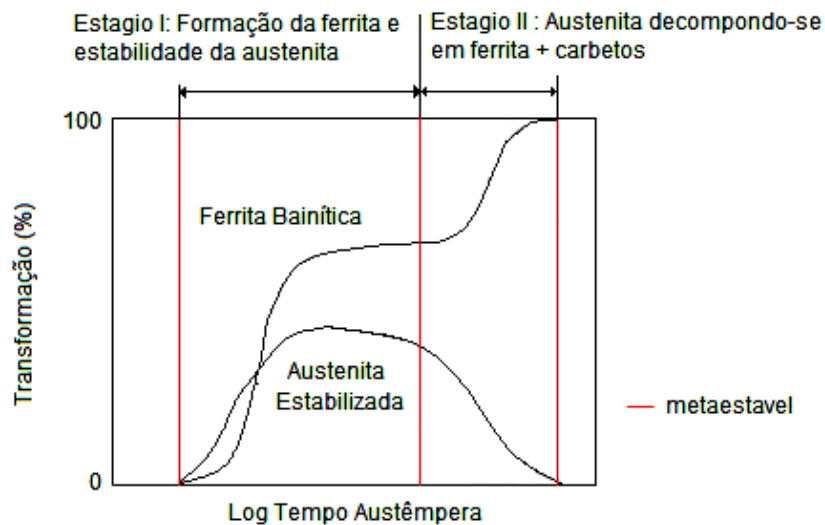
Se a reação for mantida durante um tempo muito longo, ocorrerá o segundo estágio da reação, no qual a austenita de alto carbono, se decompõe em ferrita e cementita (Fe_3C), como a seguir:

2º estágio: austenita (γ_{ret}) alto carbono $\rightarrow$ ferrita (α) + carbeto.

Esta reação é indesejável, por causa do efeito de fragilização dos carbeto. Vários autores, como GOLDENSTEIN (1999), LIN e CHANG (2001) e OLOFSSON, LARSSON e SVENSSON (2011), relatam a deterioração das propriedades mecânicas, principalmente alongamento e tenacidade, em consequência da formação de dispersões de carbeto.

As definições clássicas sobre bainita não fazem nenhuma restrição morfológica a este constituinte, a não ser o fato de excluir os agregados lamelares de ferrita e carbeto. Assim sendo, a microestrutura bainítica é descrita na literatura como sendo composta por agregados não lamelares de ferrita e carbeto, podendo conter frações variáveis de austenita retida e martensita.

Figura 3.10 - Estágios característicos da decomposição da austenita durante o tratamento térmico de austêmpera, ilustrando o patamar entre o primeiro e segundo estágios (estase da reação).



Fonte: (LOPER, 1998)

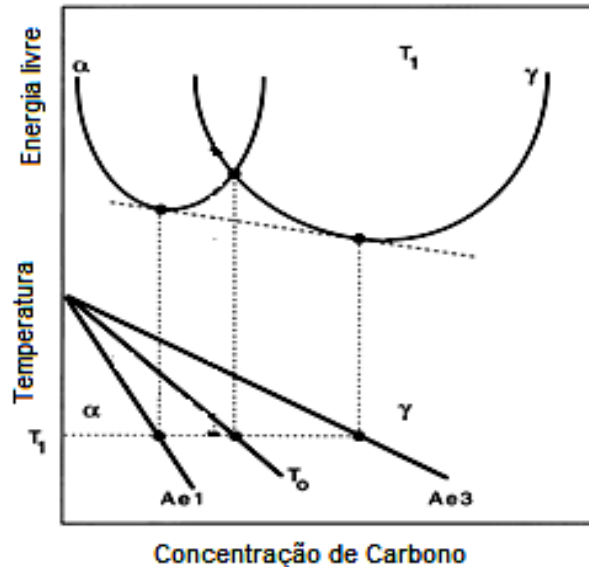
Além da controvérsia existente na literatura a respeito dos mecanismos de formação da bainita, sobre os quais não se pretende discutir nessa dissertação, merece destaque o fato da bainita nos aços apresentar características diferentes da bainita dos ferros fundidos. Alguns autores como YESCAS e BHADSHIA (2001) e KOVACS, B.V (1990), costumam chamar a bainita dos ferros fundidos de “ausferrita”, em uma tentativa de diferenciar este constituinte daquele encontrado nos aços. Ainda segundo GOLDENSTEIN (1999), o produto de uma reação bainítica nos ferros fundidos pode ser classificado como agrupamentos de feixes de ripas de ferrita bainítica superior, entremeada por dispersões de austenita retida, ou bainita superior isenta de carbeto. Todavia, dependendo das condições de tratamento térmico de austêmpera, ou de características da microestrutura da liga bruta de fundição, pode haver a presença de outras fases, como martensita e carbeto eutéticos.

3.3.2 Termodinâmica da transformação bainítica

Alguns dos aspectos termodinâmicos da transformação bainítica podem ser analisados e entendidos com auxílio do gráfico da figura 3.11, que apresenta curvas

de energia livre, para a ferrita (α) e para a austenita (γ), em função da concentração de carbono.

Figura 3.11 – Curvas de energia livre para a ferrita e para a austenita em função da concentração de carbono, ilustrando o conceito da linha T_0 e da concentração de equilíbrio entre as fases.



Fonte: BHADSHIA, 2001

Em uma determinada temperatura T_1 de tratamento, as ripas de ferrita bainítica nucleiam e começam a crescer. O crescimento das ripas de ferrita é acompanhado pela partição de carbono para a austenita residual. Num dado momento da reação, a concentração de carbono atinge o valor T_0 , onde a reação bainítica praticamente cessa, assumindo que a concentração de carbono na austenita retida é homogênea em toda a seção. A linha de composição T_0 se torna o ponto onde as energias livres das fases ferrita e austenita assumem valores iguais, para o mesmo teor de carbono. Diz-se, então, que a reação é incompleta, pois ela é interrompida antes que a austenita atinja a sua composição de equilíbrio, dada pela linha $Ae3$. É nesse estágio que a austenita retida é estabilizada pela máxima concentração de carbono permitida no contexto da reação bainítica. (BHADSHIA, 2001, p. 129; RAMOS, 2008; REYNOLDS, 1990; YESCAS; BHADSHIA, 2001).

A presença de gradientes de composição química, gerados por segregação durante a solidificação, pode resultar em variações no teor de carbono da austenita e, conseqüentemente, na cinética e na morfologia dos produtos da transformação bainítica. A presença de carbeto de solidificação nas regiões intercelulares, por

exemplo, pode levar a gradientes de microestrutura após tratamentos térmicos de austêmpera.

3.3.3 Transformação bainítica incompleta

A despeito da controvérsia relacionada com os mecanismos de formação da bainita, se por um mecanismo difusional (chamado de “reconstrutivo”), ou por mecanismo de cisalhamento ou martensítico (“deslocativo”), pode-se afirmar que a formação da bainita ocorre pela nucleação de ripas (ou agulhas) de ferrita a partir dos contornos de grão da austenita (ou da superfície dos nódulos de grafita, caso do ADI), seguida do crescimento pela nucleação de repetidas subunidades, formando feixes de ripas de ferrita bainítica. Ao final do tempo de tratamento, esses feixes de ripas poderão estar ou não entremeados por dispersões de carbeto, austenita retida e martensita (BADESHIA, 2001; REYNOLDS, 1990). A fase cementita (Fe_3C) geralmente não é encontrada no ADI, sendo substituída por filmes de austenita rica em carbono.

O grande viés tecnológico para a aplicação do ADI é a possibilidade de realização de tratamentos térmicos dentro da chamada janela de processo, entre o fim do primeiro estágio da reação e o início do segundo estágio (vide figura 3.10). Neste intervalo podem-se obter maiores valores de resistência à tração, alongamento e tenacidade, se comparados àqueles obtidos após o fim da estase da reação (PUTATUNDA et al. 2006; PUTATUNDA; GADICHERLA, 2000; PUTATUNDA; RAO, 2002). O fenômeno de estase da reação está relacionado com o fenômeno de arraste de soluto, causado pela segregação de alguns elementos substitucionais, principalmente o silício, na interface, levando a uma redução da cinética de migração das interfaces entre ferrita bainítica e austenita (GOLDENSTEIN, 1999). Quando o efeito de arraste de soluto reduz drasticamente a cinética de crescimento da ferrita, entra em ação o mecanismo de nucleação simpática, formando outra subunidade de ferrita bainítica, nucleada na interface austenita/ferrita anterior, que por sua vez atrai os elementos substitucionais pelo efeito de arraste de soluto, até nuclear simpaticamente outra subunidade, num processo reiterativo (KIM et al., 2007; OLOFSSON; LARSSON; SVENSSON, 2011). A redução da taxa de nucleação simpática ocorre quando se diminui o potencial para a nucleação das subunidades, somando-se o efeito da concentração local de

carbono (T_0) ao efeito de arraste de soluto dos elementos substitucionais, levando ao fenômeno de estase da transformação.

Para a ferrita bainítica inferior nos aços, o mecanismo proposto por BHADESHIA e EDMONDS (1979) e SPEER et al (2003) demonstra que os processos de difusão a baixas temperaturas são limitados principalmente pelo movimento de átomos de carbono, onde o conceito de “paraequilíbrio” é usado para descrever condições onde os átomos substitucionais não particionam entre as fases austenita e ferrita durante a transformação. Desse modo, as composições químicas da ferrita bainítica e da austenita, em termos de elementos substitucionais mantêm-se inalteradas, havendo somente a partição do carbono da ferrita bainítica para a austenita retida por uma diferença de solubilidade (SPEER et al., 2003). Conclui-se, então, que a estase da reação bainítica é oriunda do efeito de arraste de soluto para a reação bainítica superior nos aços e para a ferrita bainítica isenta de carbeto nos ferros fundidos. Já no caso da ferrita bainita inferior nos aços, o mecanismo dominante pode ser descrito pelo conceito de paraequilíbrio, onde, após o encontro entre as interfaces na transformação, a nucleação simpática é praticamente cessada pela diminuição do potencial para a nucleação.

Os mecanismos de arraste de soluto e o paraequilíbrio acontecem antes da estase da reação, quando o mecanismo de nucleação simpática cessa. Durante a estase da reação os dois mecanismos citados tanto para a ferrita bainítica superior (efeito de arraste de soluto) como para a ferrita bainítica inferior (paraequilíbrio) convergem, segundo DAI et al (2001) para o paraequilíbrio restrito. No paraequilíbrio restrito assume-se que não ocorre mais a migração das interfaces, ou seja, não ocorre mais o mecanismo de nucleação simpática; porém, ainda ocorre a partição do carbono da ferrita bainítica para a austenita retida, dentro da janela de processo descrita anteriormente. A quantidade de ferrita bainítica nucleada é influenciada pela temperatura de tratamento, pois segundo REYNOLDS (1990) e RAMOS (2008), uma menor temperatura de austêmpera promove um maior grau de superresfriamento e, conseqüentemente, a nucleação de uma maior quantidade de ferrita bainítica para um mesmo intervalo de tempo. A estabilidade da austenita retida com o carbono oriundo da ferrita bainítica, ocorreria mediante o fenômeno do paraequilíbrio restrito na estase da reação (DHANASEKARAN et al., 2001; PUTATUNDA, 2003; PUTATUNDA et al. 2006; RAMOS, 2008).

3.4 PROPRIEDADES MECÂNICAS DO ADI

As propriedades mecânicas do ADI podem ser desenvolvidas pelo controle de uma série de variáveis, relacionadas tanto às características da microestrutura do estado bruto de fundição, quanto aos parâmetros de tratamento térmico. Como relatado anteriormente, a melhor combinação de propriedades no ADI é obtida pelo término da operação de tratamento térmico dentro da janela de processo, após o final do primeiro estágio e antes do início do segundo estágio, que resulta em precipitação de carbeto.

As classes de resistência do ADI, especificadas pela norma ASTM A897/A897M-06(2011) – “Standard Specification for Austempered Ductile Iron Castings”, são apresentadas na tabela 1.

Tabela 1 – Classes de resistência do ADI, especificando valores de: limite de escoamento (LE), limite de resistência à tração (LRT), alongamento (A), energia absorvida em impacto (EAI) e dureza Brinell (HB).

Classe	LRT (MPa)	LE (MPa)	A (%)	EAI (J)	HB
750-500-1	750	500	11	110	241-302
900-650-09	900	650	9	100	269-341
1050-750-07	1050	750	7	80	302-375
1200-850-04	1200	850	4	60	341-444
1400-1100-02	1400	1100	2	35	388-477
1600-1300-01	1600	1300	1	20	402-512

Fonte: ASTM A897/A897M-06(2011).

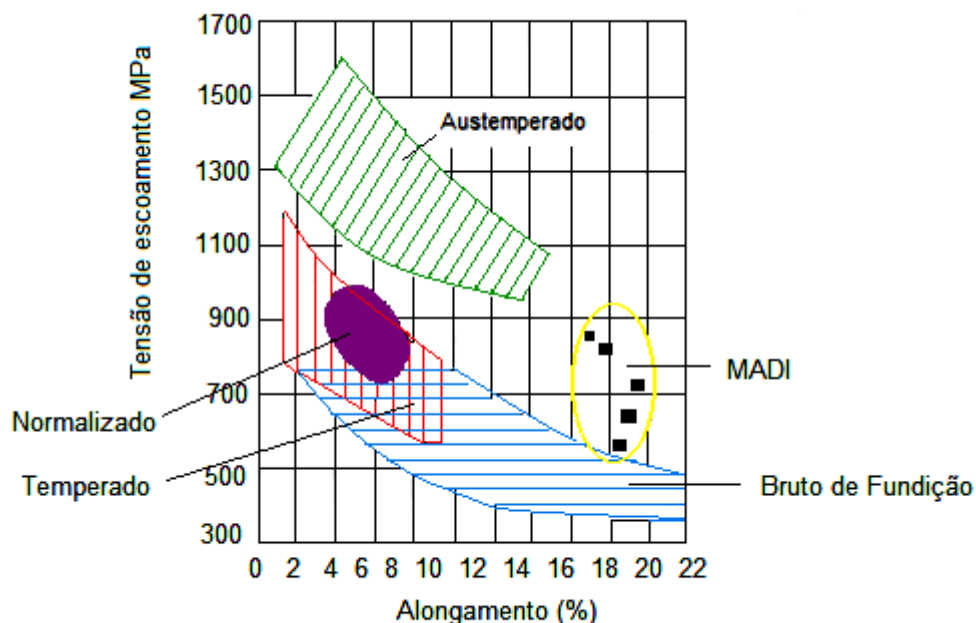
Outro aspecto que merece destaque é o grau de refinamento da microestrutura bainítica, que varia em função da temperatura de austêmpera. Segundo LAMBERS, H, G; CANADIC, D e MAIER, H.J (2012) e PUTATUNDA, GADICHERLA, 2000; menores temperaturas de austêmpera levam a uma maior taxa de nucleação das ripas de ferrita bainítica, com menor incidência de regiões de austenita em blocos (“blocky austenite”), formada no encontro dos agrupamentos de feixes de ferrita, além de uma maior quantidade de ferrita transformada até o início da estase da reação. Outros aspectos relacionados ao desenvolvimento da microestrutura do ADI serão descritos em detalhes no capítulo de resultados. A

seguir faz-se uma análise das propriedades mecânicas do ADI, com destaque para as propriedades de tração e dureza.

3.4.1 Propriedades obtidas em ensaios de tração

As propriedades de tração do ADI podem ser comparadas com as apresentadas por outros tipos de ferros fundidos nodulares, bem como com as de outras classes de ligas metálicas, tais como as ligas de alumínio e os aços forjados, materiais com os quais as ligas de ADI concorrem diretamente, principalmente em aplicações na indústria automobilística. Na figura 3.12 é apresentado gráfico comparativo das propriedades de limite de escoamento e alongamento, apresentadas por ferros fundidos nodulares com diferentes microestruturas.

Figura 3.12 - Gráfico comparativo de propriedades de limite de escoamento e alongamento, apresentadas por ferros fundidos nodulares com diferentes microestruturas.

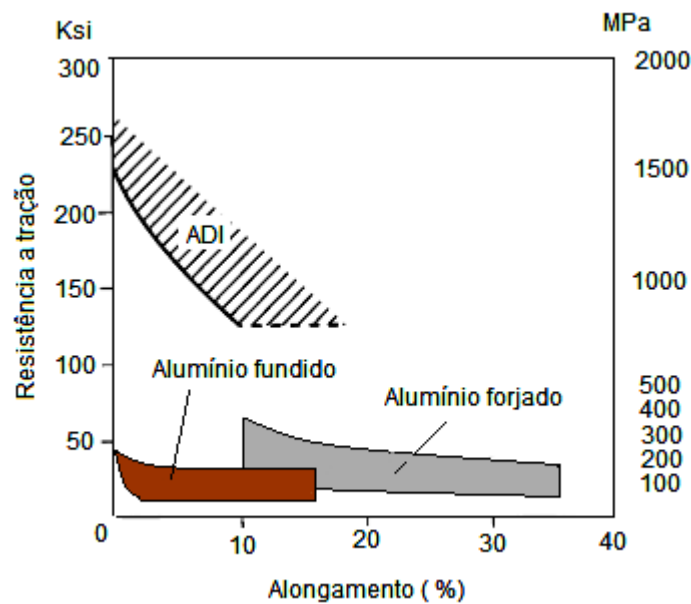


Fonte: adaptado de (Guesser, 2009, p.237).

O ADI apresenta limite de escoamento de cerca do dobro dos ferros fundidos nodulares brutos de fundição, bem como resistência superior às matrizes metálicas normalizadas e temperadas, bem como em relação ao MADI – “Mixed Austempered Ductile Iron” (ferro fundido nodular austemperado de estrutura mista) (GUESSER,

2009; KIM et al., 2007). Vale também mencionar a maior capacidade de amortecimento de vibrações e a menor massa específica (10% mais baixa) em relação aos aços forjados. Com relação a outros materiais, na figura 3.13 podem-se comparar os limites de resistência à tração e alongamento do ADI em relação às ligas de alumínio forjadas e fundidas. A resistência do ADI é cerca de três vezes maior que a apresentada pelas ligas de alumínio (QIT – Fer et Titane INC, 1990, p.2). O ADI também se destaca em termos de resistência específica, conforme se observa na figura 3.14. A melhor relação unidade de peso/limite de escoamento propicia condições para produção de componentes com menores espessuras de parede, comparativamente mais leves e mais baratos, principalmente em relação aos seus principais concorrentes, que são os aços forjados (QIT – Fer et Titane INC, 1990, p.2; KIM et al., 2007).

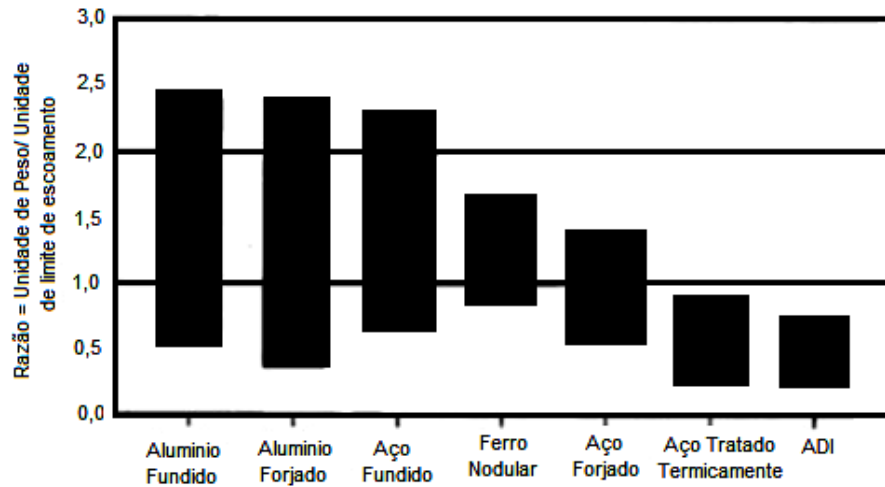
Figura 3.13 – Valores típicos de resistência à tração e alongamento apresentados pelo ADI e pelas ligas de alumínio forjadas e fundidas.



Fonte: (QIT – Fer et Titane INC, 1990, p.3).

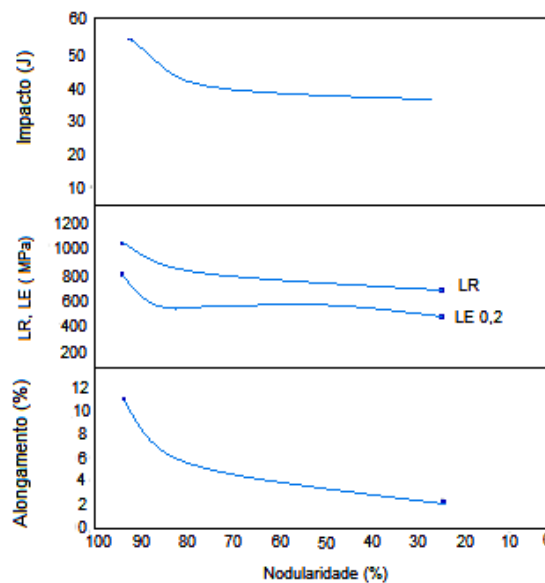
As variáveis relacionadas ao processo de fundição, mais especificamente os tratamentos de inoculação e nodularização, também possuem influência sobre as propriedades mecânicas do ADI, conforme demonstrado pela figura 3.15, na qual se observa a variação das propriedades de tração e impacto em relação ao grau de nodularidade da liga.

Figura 3.14 – Comparação entre ligas metálicas em relação à razão peso/limite escoamento.



Fonte: (QIT – Fer et Titane INC, 1990, p.2).

Figura 3.15 – Comparação de diferentes propriedades mecânicas do ADI mediante a nodularidade da liga.

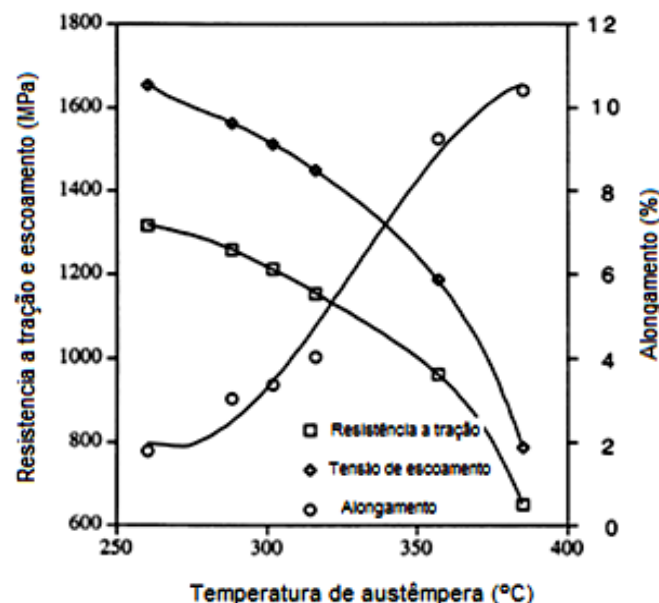


Fonte: Fonte: adaptado de (GUESSER, 2009, p.238).

Observa-se que quanto maior o grau de nodularidade mais elevadas são as propriedades mecânicas. Estes resultados são devidos ao fato de nódulos mais perfeitos possuírem menor efeito de entalhe (concentração localizada de tensões), pois geralmente as trincas são nucleadas na interface grafita-matriz. As trincas se propagam de nódulo em nódulo; então, quanto menor a distância entre os nódulos, menor a velocidade de propagação da trinca. Assim sendo, se deve minimizar a distância entre os nódulos, aumentando-se o grau de nucleação por meio de um

tratamento de inoculação eficiente (PUTATUNDA; RAO, 2002; BAHMANI; ELLOTT; VARAHRAM, 1997; DAI et al., 2001; GUESSER, 2009; STOKES; GAO; REED, 2006). A presença de carbeto de solidificação nas regiões intercelulares, ocasionada pela deficiência de inoculação, também contribui para a redução das propriedades da liga. Os carbeto eutéticos também atuam como locais preferenciais para a nucleação de trincas, além de gerar regiões empobrecidas em carbono, dificultando o processo de estabilização da austenita durante a fase inicial do tratamento de austêmpera. A austenita pobre em carbono não possui estabilidade suficiente e geralmente transforma-se em martensita após o término do tratamento térmico (BRAMFITT; SPEER, 1990; GOLDENSTEIN, 1999). Em resumo, tratamentos de inoculação e nodularização eficientes são capazes de minimizar o efeito da segregação e a formação de carbeto de solidificação, além de produzir uma maior quantidade de nódulos de grafita esferoidal, que possuem efeito de bloquear trincas em propagação (GUESSER, 2009; LOPER, 1998). Na figura 3.16 pode-se observar a influência da temperatura de austêmpera nas propriedades de tração de um ADI.

Figura 3.16 – Influência da temperatura de tratamento de austêmpera nas propriedades mecânicas do ADI.



Fonte: Putatunda, (2001).

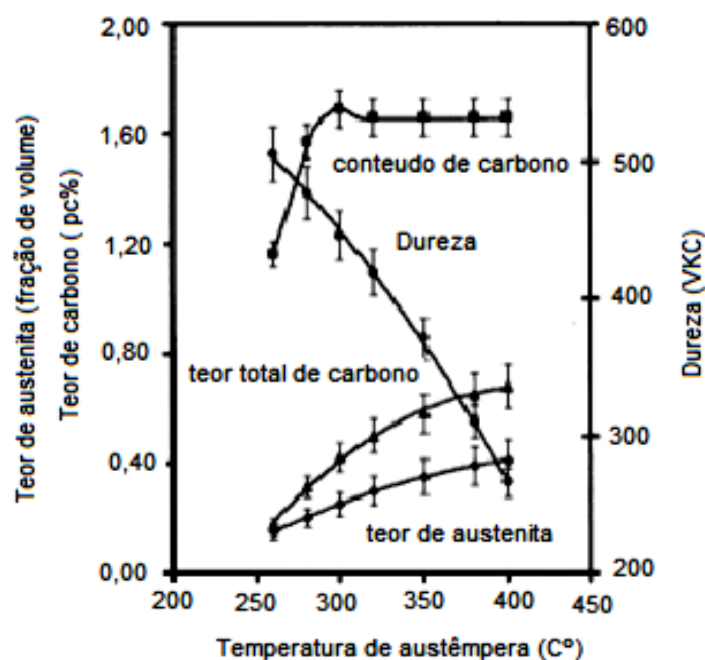
A resistência à tração e o limite de escoamento aumentam com a diminuição da temperatura de austêmpera, em função de um maior grau de refinamento da

microestrutura bainítica. Há uma maior quantidade de interfaces dos agrupamentos de feixes de ferrita bainítica e estes atuam como barreiras à movimentação de discordâncias, aumentando os níveis de resistência, com consequente diminuição do alongamento da liga. Em contraste, maiores temperaturas de austêmpera produzem menores níveis de resistência e maiores alongamentos. A maior ductilidade do material também é resultado das maiores frações volumétricas de austenita retida (KIM et al., 2007; PUTATUNDA; RAO, 1997; PUTATUNDA; RAO, 2002; PUTATUNDA et al. 2006).

3.4.2 Propriedade de dureza

A influência da temperatura de austêmpera sobre os valores de dureza do ADI pode ser observada na figura 3.17. Para temperaturas de 260°C, ocorrem altos valores de dureza e menores frações volumétricas de austenita retida, resultado das altas taxas de nucleação da ferrita bainítica. Para altas temperaturas, em torno de 350°C, ocorre um decréscimo da dureza, podendo estar relacionado ao aumento da quantidade de austenita retida na matriz, bem como o aumento no conteúdo de carbono, fatores que contribuem para o aumento da ductilidade do material.

Figura 3.17 – Influência da temperatura de austêmpera sobre a propriedade de dureza do ADI.



Fonte: (KUMARI; RAO, 2009).

A partir dos dados das figuras 3.16 e 3.17 pode-se concluir que em temperaturas de austêmpera elevadas, em torno de 350°C, ocorre um decréscimo na dureza e um aumento no alongamento. Em relação às propriedades mecânicas tanto para a dureza, bem como a resistência a tração, quanto menor a temperatura de tratamento, maior é a nucleação dos feixes de ferrita bainítica e consequentemente menor será a quantidade de austenita retida na microestrutura, implicando numa maneira geral no aumento das propriedades em questão. Já para temperaturas de austêmpera em torno de 400°C, geralmente são obtidos menores de dureza, em função das maiores quantidades de austenita retida na matriz, resultado da menor taxa de nucleação da ferrita bainítica. A quantidade de carbono poderá ser insuficiente para estabilizar essas maiores quantidades de austenita retida na matriz, podendo ocorrer a formação de martensita durante o posterior resfriamento (KUMARI; RAO, 2009).

3.5 APLICAÇÕES

Antes da descoberta do ferro fundido nodular, nos anos 60, os projetistas tinham poucas opções para fabricar componentes de alto desempenho. Podiam usar o ferro fundido maleável, o aço fundido, o aço forjado ou mesmo soldado. Todos eles apresentam, no entanto, limitações tanto quanto ao custo quanto às propriedades mecânicas atingidas. O aparecimento do ferro fundido nodular alterou espetacularmente as possibilidades de aplicação do ferro fundido. Sua notável resistência mecânica e ductilidade, comparadas com o ferro fundido cinzento, juntamente com suas características de fundição, o colocam como um material de engenharia muito competitivo quando comparado aos materiais acima mencionados. No entanto, quando se projetava uma peça que exigia uma combinação de resistência mecânica, tenacidade e resistência ao desgaste, os aços eram os melhores candidatos (FUOCO et al., 2003).

Na década de 60, com o surgimento dos ferros fundidos nodulares austemperados, as peças passaram a ser projetadas com espessuras de paredes menores em relação aos ferros fundidos nodulares, pelo aumento nos valores de resistência. Atualmente o ADI vem substituindo diversos materiais, principalmente os aços forjados, como componente estrutural de máquinas e veículos em diversos setores da economia. Dentre suas aplicações pode-se destacar: engrenagens para

carros, caixas de câmbio, sistemas de acionamento de laminadores, eixos virabrequins, entre vários outros componentes e equipamentos para veículos automotores, mineração, terraplanagem, agricultura e construção (YANG; PUTATUNDA, 2004; PUTATUNDA; RAO, 2002; TANAKA; KAGE, 1992). Na figura 3.18 é apresentado um exemplo recente de aplicação do ADI. Trata-se de um suporte de feixe de molas para caminhões, fabricado por empresa de fundição localizada no estado de Santa Catarina.

Figura 3.18 – Exemplo de aplicação do ADI em suportes de feixes de molas para caminhões.



Fonte: SHULTZ S/A.

Em relação às plantas fabris das fundições brasileiras, a sua maioria não conta com o setor de tratamento térmico, tendo a empresa que buscar parcerias comerciais em relação à produção do ADI. A terceirização do processo dependendo das condições de logística pode gerar um custo alto na produção das peças, por isso se torna relevante um estudo da viabilidade da implantação de uma unidade de tratamento térmico na própria empresa, com o intuito de agregar valor ao produto final.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS

O material utilizado, no presente trabalho foi uma liga de ferro fundido nodular produzida com uma composição química elaborada de acordo com especificações da norma SAE D5506. A liga foi fundida pela empresa FERSUL Manufaturados de Ferro Ltda., em um forno a indução com capacidade para 2000 kg, sendo sua carga composta por 600 kg de sucata de aço, 600 kg de ferro gusa de baixo teor de enxofre ($< 0,012\%$ em peso) e 800 kg de retorno de ferro fundido nodular. Após a fusão, durante o basculamento do forno para o vazamento do metal líquido, a liga passou pelo tratamento de inoculação, no qual o inoculante foi despejado no jato de metal líquido, pelo método conhecido como inoculação na panela. Em seguida, o metal fundido transferido para a panela de tratamento de nodularização, pelo método sanduíche, a uma temperatura de aproximadamente 1390°C . Nas tabelas 2 e 3 são apresentadas, respectivamente, as composições químicas do inoculante e da liga nodularizante. A composição analisada da liga de ferro fundido nodular é apresentada na tabela 4.

Tabela 2 – Composição química do inoculante (% em peso).

Fe	Si	Al	Ca	Ba
Restante	70-75	0,8-1,20	0,8-1,20	0,8-1,20

Fonte: Relatório de análise química do fornecedor.

Tabela 3 – Composição química da liga nodularizante (% em peso).

Fe	Si	Ca	Al	Mg	TR*
Restante	44,43	1,20	0,93	6,92	0,92

*TR – Terras Raras.

Fonte: Relatório de composição química do fornecedor.

Tabela 4 – Composição química analisada da liga de ferro fundido nodular utilizada (% em peso).

C	Si	P	S	Mn	Mg	Mo	Cu	Ni	Fe	Ceq
3,59	2,68	0,057	0,0097	0,244	0,044	0,002	0,461	0,02	Restante	4,50

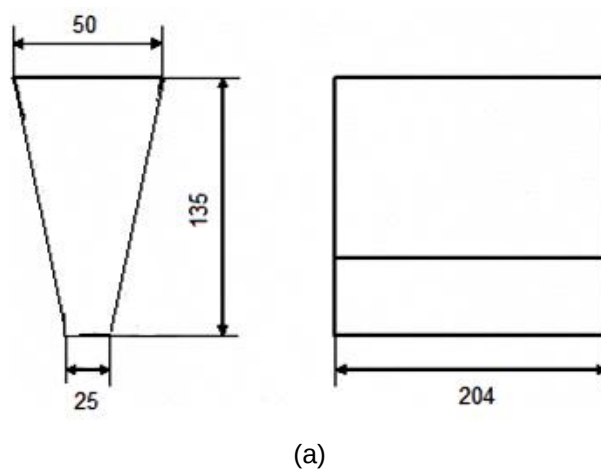
Fonte: O autor.

As composições químicas apresentadas nas tabelas 2 e 3 são típicas de ligas inoculantes e nodularizantes comerciais. Para o tratamento de inoculação foi utilizado um teor de 0,6% em peso de inoculante em relação à quantidade de metal vazado. Já o tratamento de nodularização foi realizado pela adição de 1,4% em peso de liga nodularizante.

Os teores de carbono e silício da liga (tabela 4) condizem com os valores preconizados pelo diagrama de Henderson (vide figura 3.8) para a obtenção de uma microestrutura de ferro fundido com grafita esferoidal. Destaca-se o teor de 0,46% em peso de cobre, que possui efeito perlitizante da matriz. O carbono equivalente da liga se encontra em 4,50%, permitindo a classificação da mesma como sendo hipereutética. Os teores residuais de enxofre e magnésio estão de acordo com o que a literatura sugere (STETS, W; DOBOTA, A. 2008).

Após os tratamentos de inoculação e nodularização, a liga foi vazada a uma temperatura aproximada de 1380°C, em moldes de blocos Y confeccionados pelo processo de cura a frio (resina fenólica-uretânica). As dimensões do bloco Y utilizado para obtenção dos corpos de prova são apresentadas na figura 4.1(a). Na figura 4.1(b) é apresentada imagem do momento de vazamento da liga de ferro fundido nodular no molde de bloco Y.

Figura 4.1: (a) Dimensões dos blocos Y utilizados para a confecção dos corpos de prova; e (b) vazamento da liga de nodular no molde de bloco Y, por meio de panela basculante.



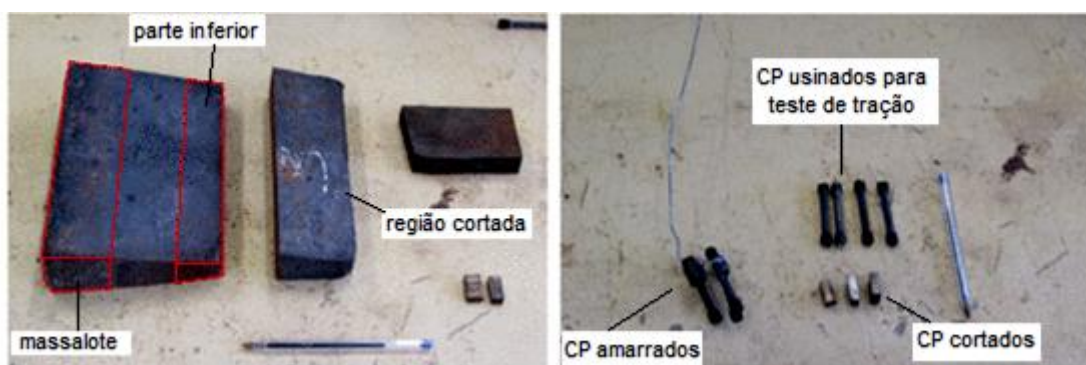
Fonte: O autor.

4.2 MÉTODOS EXPERIMENTAIS

4.2.1 Tratamentos térmicos de austêmpera

Os corpos de prova e amostras para a realização dos tratamentos térmicos foram retirados da área útil (parte inferior) dos blocos Y, conforme esquema apresentado na figura 4.2. Observa-se que o bloco Y possui duas regiões distintas (ressaltadas em vermelho), a parte superior (massalote) e a parte inferior, considerada a região de maior sanidade microestrutural. A região do massalote é onde se concentram os defeitos de solidificação como rechupes e porosidades, por esse motivo essa região não pode ser utilizada para retirada de amostras e corpos de prova.

Figura 4.2 – Amostras e corpos de prova para tratamentos térmicos: (a) esquema de retirada da área útil do bloco Y (parte inferior); e (b) corpos de prova e amostras usinados para tratamento térmico.

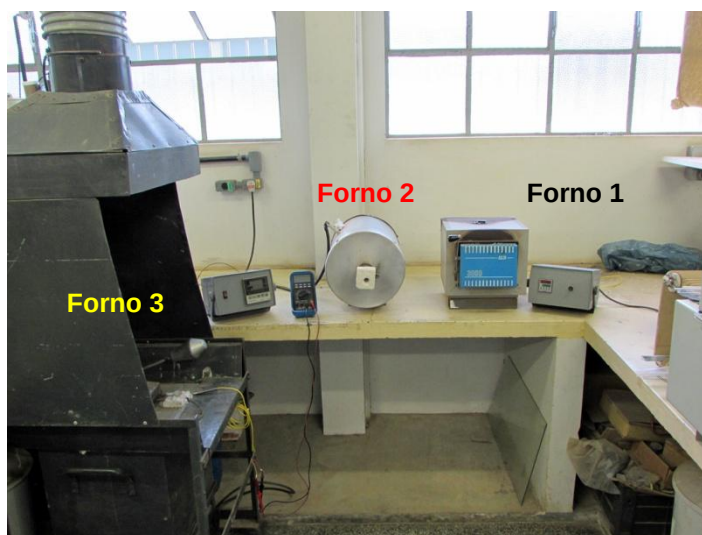


Fonte: O autor.

Os tratamentos térmicos foram realizados com auxílio de três tipos de fornos, um forno mufla para operações de pré-aquecimento, um forno tubular para a etapa de austenitização e um forno poço para a etapa de austêmpera em banho de metais fundidos. Estes equipamentos são apresentados na figura 4.3. As operações de tratamento térmico tiveram início com o processo de amarração das amostras e corpos de prova, com auxílio de arame de aço galvanizado. Para cada condição de tratamento térmico foram amarrados três corpos de prova de tração e uma amostra para caracterização microestrutural (com espessura de 10 mm). Cada conjunto de amarração pesava em média 70 g.

Os três fornos tiveram suas temperaturas aferidas, antes e durante os tratamentos térmicos, tanto pelos termopares dos próprios controladores, como por termopares avulsos, ligados a um multímetro para leitura da temperatura. Todos os termopares eram do tipo K. A amostra utilizada para a aferição dos fornos foi um parafuso de aço com massa quase idêntica à massa total dos conjuntos de amarração. O processo de aferição teve por objetivo inicial verificar tanto as variações de temperatura por conta da transferência das amostras, tanto do forno de pré-aquecimento para o forno de austenitização, como do forno de austenitização para o banho de austêmpera. Nesse último caso, o conjunto de amostras, saindo a 900°C ou 930°C (temperaturas de austenitização), transferia calor para o banho de metal fundido, elevando a temperatura do banho para valores acima de 300°C e 370°C (temperaturas de austêmpera). Necessitava-se, então, realizar a calibração do sistema para o controle preciso da temperatura do banho.

Figura 4.3 – Fornos utilizados para o tratamento térmico: (1) forno mufla para pré-aquecimento, (2) forno tubular para austenitização, e (3) forno poço para austêmpera em banho de metais fundidos.



Fonte: O autor.

A etapa de pré-aquecimento, no forno 1, foi realizada a 500°C. Esta operação teve por objetivo minimizar a perda de temperatura do forno de austenitização por conta da introdução de amostras à temperatura ambiente. Antes da etapa de austenitização, realizada em um forno tubular para temperaturas de até 1200°C (forno 2), foram realizadas aferições de temperatura com auxílio de um termopar tipo

K (modelo sonda), utilizando um multímetro da marca Minipa modelo ET 2615. Estas tiveram por objetivo a comparação entre as temperaturas dos dois termopares (controlador e sonda), bem como a averiguação de perda de temperatura causada pela introdução do conjunto de amarração.

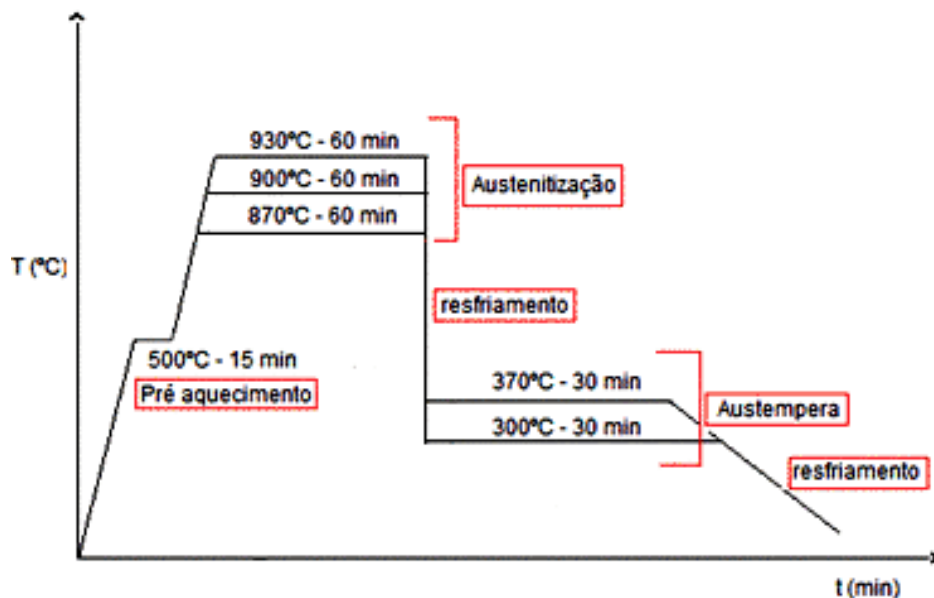
A introdução do conjunto de amarração à temperatura ambiente, no interior do forno de austenitização a 900°C, resultou em uma perda de aproximadamente 200°C, com um tempo aproximado de retomada do patamar de austenitização de 10 minutos. O mesmo teste foi realizado com a introdução do conjunto de amarração a 500°C, após a etapa de pré-aquecimento. Nesse caso, o forno de austenitização teve uma redução de temperatura em torno de 85°C, com um tempo de estabilização de apenas 3 minutos.

O forno 3, utilizado para o tratamento de austêmpera, é um forno do tipo poço, com revestimento de placas cerâmicas e contendo um cadinho de aço inoxidável austenítico. A etapa de austêmpera foi realizada em um banho metálico de liga estanho-chumbo, de composição 60% estanho e 40% chumbo, com uma temperatura de fusão de aproximadamente 183°C. A temperatura do banho também foi controlada por dois termopares, um posicionado na parte externa do cadinho e outro diretamente no banho metálico fundido, a fim de assegurar um controle preciso de temperatura. Os ensaios iniciais mostraram uma diferença de aproximadamente 7°C entre os dois termopares de controle, possivelmente pela inércia de transferência de calor, primeiro entre a resistência e o cadinho e depois do cadinho para o banho metálico. Também foram realizados ensaios prospectivos de variação da temperatura do banho metálico, devido à introdução do conjunto de amarração, após austenitização. Verificou-se que a imersão do conjunto de amostras a 900°C e 930°C promovia um fenômeno de encharque de calor no banho, elevando sua temperatura em torno de 5°C, em média. Sendo assim, para a realização da etapa de austêmpera o banho foi colocado a 295°C e 365°C, respectivamente para as duas temperaturas de tratamento utilizadas no presente trabalho.

Os fornos não possuíam atmosferas protetoras, por conta da alta resistência à oxidação do ferro fundido. No entanto, à superfície do banho metálico foi constantemente adicionado carvão vegetal moído, com o intuito de proteger o mesmo de oxidação. Após os ensaios de calibração foi realizado um tratamento térmico prospectivo, que consistiu de austenitização a 900°C durante 20 minutos, seguido de austêmpera a 300°C durante 30 minutos. Os resultados obtidos durante

a caracterização dessa amostra prospectiva também serão discutidos adiante. Os parâmetros de tratamento térmico utilizados no presente trabalho são apresentados de forma esquemática na figura 4.4.

Figura 4.4 – Ilustração esquemática das condições de tratamento térmico.



Fonte: O autor.

Os tratamentos térmicos realizados no presente trabalho podem ser descritos pela seguinte sequência de operações:

- pré-aquecimento** do conjunto de amostras e corpos de prova em forno mufla, em temperatura de 500°C, durante 20 minutos;
- austenitização** em temperaturas de 870°C, 900°C e 930°C, durante 60 minutos. O tempo de austenitização começou a ser contando a partir da estabilização da temperatura do forno;
- austêmpera** em banho metálico, em temperaturas de 300°C e 370°C, durante 30 minutos, seguida de retirada do conjunto de amarração do banho e posterior resfriamento ao ar calmo.

Os critérios para escolha das condições de tratamento térmico foram baseados em trabalhos da literatura, já que no presente trabalho não foi possível a utilização da técnica de dilatometria de têmpera, que é de grande utilidade para determinação das temperaturas associadas às transformações de fase. Justifica-se

a variação das temperaturas de austenitização em função de sua forte influência sobre o tamanho de grão austenítico, bem como na concentração de carbono da austenita ao final da primeira etapa de tratamento térmico. A menor temperatura de austenitização utilizada, de 870°C, foi estimada com base em trabalho de DELIA, ALAALAM E GRECH (1998). Estes autores estudaram a obtenção do ADI a partir de diversas composições de ferro fundido nodular, verificando a presença de ferrita pró-eutetóide, como resultado da austenitização no campo intercrítico ($\alpha+\gamma$), em temperaturas em torno de 850°C. Já o patamar superior de austenitização foi baseado em estudos publicados por PUTATUNDA e RAO (2002) e BAHMANI, ELLOTT e VARAHRAM (1997). Nestes trabalhos os autores relatam a ocorrência de crescimento excessivo do grão austenítico em temperaturas a partir de 950°C. Como consequência do crescimento exagerado de grão, o carbono precisa se difundir por distâncias maiores, sendo necessários tempos muito longos para a estabilização da austenita. A não estabilização da austenita durante a etapa de austenitização pode resultar em formação de martensita durante o resfriamento, após o término do tratamento de austêmpera.

As temperaturas de austêmpera empregadas no presente estudo foram escolhidas com o objetivo de avaliar o efeito da taxa de nucleação no grau de refinamento da microestrutura, bem como nas propriedades de tração e dureza do ADI. As temperaturas de 300°C e 370°C foram amplamente utilizadas em diversos trabalhos da literatura, permitindo a comparação dos resultados do presente estudo com outros trabalhos já publicados. A escolha do tempo fixo de austêmpera, de 30 minutos, foi baseada em uma dissertação de mestrado que estudou aspectos da cinética de transformações de fase no ADI (RAMOS, 2008). Este trabalho relata que tempos de austêmpera em torno de 15 minutos são suficientes para uma liga com teor de silício de 2,68% atingir a janela de processo. Neste trabalho não foi relatada a formação de regiões contendo martensita após o resfriamento.

4.2.2 Preparação metalográfica

As amostras para a análise metalográfica foram cortadas ao meio para permitir a observação do centro térmico da amostra, com o objetivo de verificar a eficiência do banho metálico em promover a formação de uma microestrutura homogênea ao longo da espessura. A preparação metalográfica foi realizada de

acordo com os métodos convencionais. As amostras foram lixadas manualmente em lixas d'água (SiC) na seguinte sequência de granas: #120, #220, #320, #400, #600 e #1200. O lixamento foi seguido de polimento com pasta diamantada com tamanho de partícula de 1 μm . O ataque metalográfico foi realizado utilizando-se três reagentes: Nital a 2%, Le Pera e metabissulfito de sódio, utilizados com propósitos diversos para a observação ao microscópio ótico. A solução de Nital 2% é composta por 1 ml de ácido nítrico diluído em 50 ml de etanol. O reagente Le Pera é constituído de duas partes individuais. A primeira composta por 2 g de metabissulfito de sódio dissolvidos em 100 ml de água destilada; e a segunda parte sendo formada por 2 g de ácido pícrico dissolvidos em 100 ml de etanol. O reagente de metabissulfito 10% é composto por 20 g de metabissulfito de sódio dissolvidos em 50 ml de água destilada.

O ataque com Nital é geralmente utilizado para se obter elevado contraste na microestrutura do ADI, revelando os feixes de ferrita bainítica em tons de marrom e a austenita retida com regiões de cor esbranquiçada. O reagente de Le Pera é utilizado para o ataque diferenciado das fases e microconstituintes em amostras de aços e ferros fundidos. Um dos objetivos de sua utilização é a identificação da presença de martensita na microestrutura das ligas, principalmente quando ela está presente em pequenas frações volumétricas. Nesses casos a martensita é geralmente revelada com uma coloração alaranjada. Também para o mesmo trabalho foi testado o ataque prospectivo de metabissulfito de sódio, que apresentou excelentes resultados, como será demonstrado no capítulo de resultados.

4.2.3 Microscopia ótica

A técnica de microscopia óptica foi utilizada para observação da microestrutura de amostras no estado bruto de fundição e após tratamentos térmicos de austêmpera. Os reagentes para ataque metalográfico, descritos no item anterior, foram utilizados conforme a necessidade e objetivo da análise. Foi utilizado um microscópio da marca Olympus BX-51 equipado com uma câmera digital de captura de imagens Qcolor3, associada ao programa de análise de imagens Image-Pro Plus. As imagens obtidas por microscopia ótica foram utilizadas para quantificação de fases no estado bruto de fundição. Foram realizadas análises

do número de nódulos por unidade de área (mm^2), grau de nodularização e proporção entre fases na matriz metálica (ferrita e perlita).

4.2.4 Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) foi utilizada para observação da microestrutura de amostras austemperadas e maior detalhamento das morfologias resultantes da transformação bainítica. Esta técnica também foi empregada para avaliação das superfícies de fratura dos corpos de prova de tração. Foram utilizados dois tipos de microscópios eletrônicos. O primeiro foi um FEG (“Field Emission Gun”) da marca SHIMADZU, modelo LYRA 3, instalado no Complexo de Laboratórios Multiusuário (C-labmu). O outro microscópio eletrônico foi um equipamento da marca SHIMADZU, modelo S550, operando com filamento de tungstênio. As amostras para microscopia eletrônica foram preparadas seguindo os mesmos procedimentos para microscopia ótica. O ataque metalográfico foi realizado com reagente de Nital a 2%.

4.2.5 Dureza Vickers

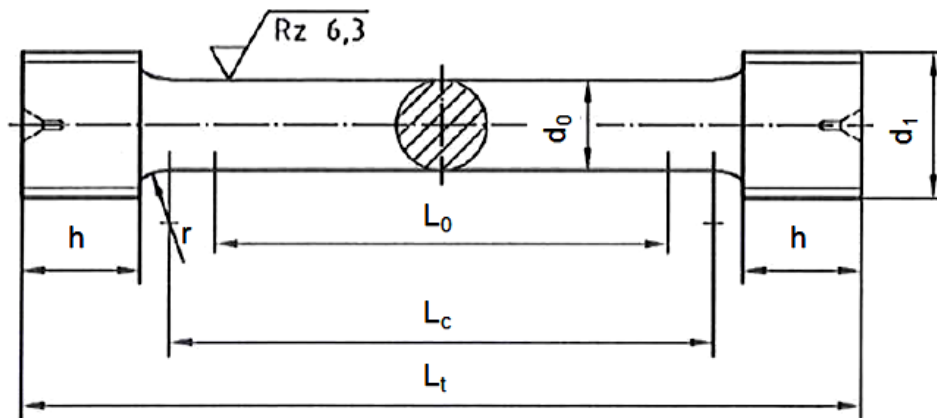
As medidas de dureza Vickers foram realizadas com auxílio de um durômetro da marca LEICA, modelo VM HT MOT, utilizando-se cargas de 200 g a 500 g, com tempo de aplicação de carga de 15 s. Foram analisadas amostras do estado bruto de fundição e após tratamento térmico de austêmpera. Além da avaliação da influência das condições de tratamento térmico nas propriedades do ADI, o ensaio de dureza foi utilizado com o objetivo de auxiliar a diferenciação entre fases e constituintes das amostras, bem como avaliar os gradientes de propriedades entre as regiões intercelulares e aquelas próximas aos nódulos de grafita. Para cada amostra foram realizadas 10 medidas, calculando-se as médias e os respectivos valores de desvio-padrão.

4.2.6 Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram realizados no Laboratório de Materiais da UNISOCIESC – Sociedade Educacional de Santa Catarina, em uma máquina

universal da marca EMIC, modelo DL30000N (30 kN). Os resultados dos ensaios foram fornecidos pelo software de ensaios TESC-EMIC, versão 3.04, acoplado à máquina de ensaios. Foram ensaiados três corpos de prova para cada condição de tratamento térmico, bem como para o estado bruto de fundição. Os corpos de prova de tração foram usinados de acordo com a norma DIN 50125. As dimensões do corpo de prova de tração são apresentadas na figura 4.5.

Figura 4.5 – Dimensões do corpo de prova para o ensaio de tração.



Exemplos de dimensões para as peças de teste do tipo B (mm)						
d_0	L_0	d_1	r min.	h min.	L_c min.	L_t min.
4	20	M6	3	6	24	41

Fonte: O autor.

Após os ensaios de tração, as superfícies de fratura foram preservadas para posterior análise fractográfica no microscópio eletrônico de varredura.

4.2.7 Difração de raios X

O principal objetivo das análises pela técnica de difração de raios X foi a quantificação das frações volumétricas de austenita retida (γ_{ret}) e ferrita bainítica (α_b) nas amostras tratadas termicamente. Foram realizadas varreduras em um intervalo de 2θ entre 40° e 110° , com um passo angular de $0,02^\circ$ e tempo de contagem de seis segundos. Foi utilizada a radiação de Cu-K α ($\lambda=0,15405$ nm), com monocromador de grafite. As análises foram realizadas em um difratômetro da marca Shimadzu, modelo XRD6000. As proporções entre as fases austenita retida e ferrita bainítica foram calculadas a partir da integração das áreas sob os picos {111},

{200}, {220} e {311} para a austenita retida e {110}, {200}, {211} e {220} para a ferrita. Os picos {111} da austenita e {110} da ferrita apresentam certa superposição, por este motivo os dados das varreduras de difração foram refinados pelo método de Rietveld, utilizando o programa FullProf Suite, versão 2.05. O método de refinamento envolve a separação entre os picos com base nas informações de outros picos das estruturas, que são isolados durante a análise.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os principais resultados obtidos durante a caracterização de amostras e ensaios mecânicos. Primeiramente serão apresentados os resultados obtidos com auxílio de microscopia ótica, em amostras do estado bruto de fundição e tratadas termicamente. Em seguida, serão discutidos detalhes da microestrutura bainítica do ADI, com auxílio dos resultados obtidos por microscopia eletrônica e difração de raios X. A última parte deste capítulo é composta pelos resultados associados aos ensaios mecânicos de dureza e tração, seguidos pela análise das superfícies de fratura de alguns corpos de prova.

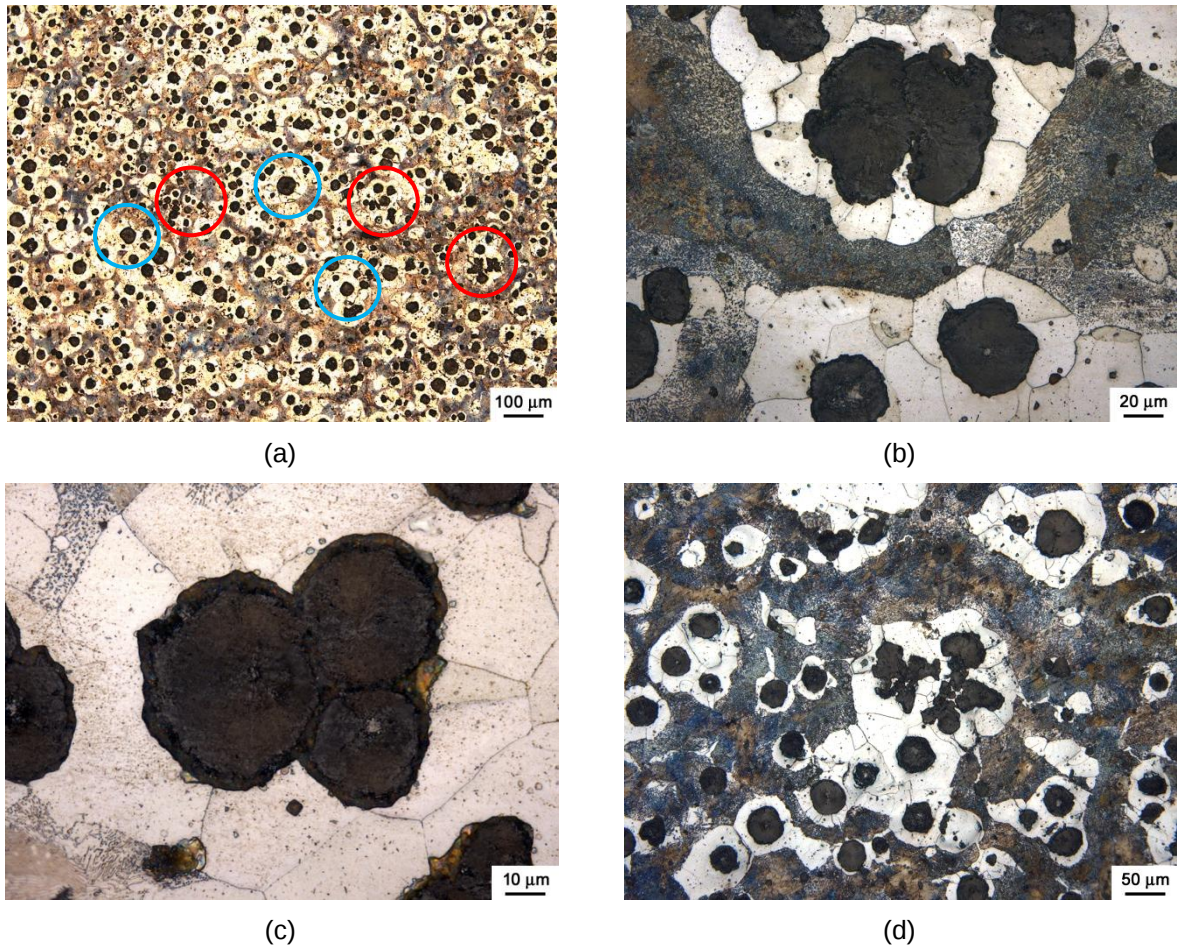
5.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

5.1.1 Estado bruto de fundição

Os resultados de caracterização microestrutural por microscopia ótica do estado bruto de fundição são apresentados na figura 5.1. A figura 5.1(a) mostra uma visão geral da amostra, em baixo aumento. Destaca-se a matriz ferrítica-perlítica, oriunda do efeito da adição de cobre, contendo ainda uma distribuição relativamente heterogênea de grafitas esferoidais. Medidas de metalografia quantitativa resultaram em um número de nódulos de 197 ± 9 nódulos/mm². O grau de nodularização foi de 85%, considerado baixo para os ferros fundidos nodulares. A matriz metálica, normalizada para 100%, descontando as áreas ocupadas pelas grafita, apresentou uma proporção entre fases de 60% ferrita e 40% perlita.

A solidificação, por se tratar de uma liga hipereutética, iniciou no campo grafita + líquido (vide figura 3.2), onde primeiramente são nucleados os nódulos de grafita, que crescem e assumem morfologias como as ressaltadas pelos círculos em azul, na figura 5.1(a), de tamanho maior em relação às grafitas circundantes. Pelo fato do líquido não se transformar em austenita até a reação eutética, as grafitas continuam recebendo carbono difundido do líquido, que crescem até adentrar na reação eutética, onde o líquido se transforma em austenita. Estas são as chamadas grafitas primárias.

Figura 5.1 – Caracterização microestrutural do estado bruto de fundição: (a) visão geral da microestrutura em baixo aumento, (b) grafita degenerada e contorno de célula eutética, (c) grafitização secundária oriunda da reação eutetóide, e (d) célula eutética contendo grafitas degeneradas. Microscopia ótica e ataque com Nital a 2%.



Fonte: O autor

Durante as reações no campo grafita + líquido, não ocorre o encapsulamento dos nódulos de grafita pela austenita, como no caso da reação hipoeutética. Os mesmos então tendem a flotar, ou seja, se movimentam livremente no banho, até a reação eutética. Este fato pode estar relacionado à espessura de parede do bloco Y, entre 25 a 35 mm, e o carbono equivalente da liga em 4,5% (hipereutética), na seção onde foi realizado o corte. Por se tratar de uma espessura relativamente grossa, aumenta-se a probabilidade do fenômeno de encharque de calor ser mais intenso, podendo ser causado pela baixa condutividade térmica do molde de areia. O encharque pode ter causado uma recalescência, retardando a reação eutetóide, deixando os nódulos de grafita livres no banho por mais tempo, o suficiente para

provocar a flotação da grafita. De acordo com SANTOS (2007), valores de carbono equivalente em torno de 4,6% podem causar o fenômeno de flotação de grafita em seções que variam de 25 mm a 30 mm.

Quando a liga passa pela reação eutética, de acordo com a figura 3.2, formam-se as dendritas de austenita, que encapsulam os nódulos de grafita nas regiões flotadas, ou de alta quantidade de nódulos, formando estruturas que podem ser visualizadas nas figuras 5.1 (b) e (c). Como resultado, ocorreu a formação de gradientes de transformação durante a solidificação, dividindo a microestrutura entre regiões de flotação de grafita, com altas quantidades de nódulos; o que, por sua vez, originou regiões com carência de nódulos. O resultado deste processo é uma microestrutura caracterizada pela distribuição heterogênea dos nódulos de grafita, como mostrado na figura 5.1(d).

As figuras 5.1(b) e (d) também apresentam indícios de ocorrência de “fading” da liga nodularizante, pois se observam a presença de grafitas degeneradas e dispersas. Ressalta-se, com estes resultados, a necessidade de realizar tratamentos de inoculação e nodularização eficientes, que sejam capazes de aumentar o grau de nodularidade da liga, resultando em nódulos mais esféricos e minimizar também o volume das grafitas primárias, pelo aumento do número de locais para a nucleação da mesma (FUOCO 2003).

A grafita degenerada pode ser causada pela segregação de elementos como enxofre ou oxigênio, que direcionam seu crescimento para os planos prismáticos da estrutura da grafita. Durante o vazamento do metal líquido, devido ao “fading” da liga nodularizante, o tratamento pode ter sido insuficiente para dessulfurar e desoxidar corretamente o banho, ocasionando grafitas degeneradas ao longo da seção. O magnésio reage com o enxofre, formando um sulfeto de magnésio, nestas condições muito instáveis, caso o tempo de vazamento seja prolongado, tais sulfetos podem se dissolver e o enxofre retorna ao banho, exigindo uma quantidade adicional de magnésio para reagir e dessulfurar o banho (SANTOS et. al. 2001; CHIAVERINI, V. 1996)

Na figura 5.1(c) pode-se observar o resultado do processo de grafitização secundária, oriunda da reação eutetóide, onde todo o excesso de carbono na matriz difunde para a grafita. Este não é um defeito comum, pois geralmente a quase totalidade do carbono se difunde para a grafita durante o resfriamento na reação eutética. Este excesso de carbono pode ser proveniente de uma segunda

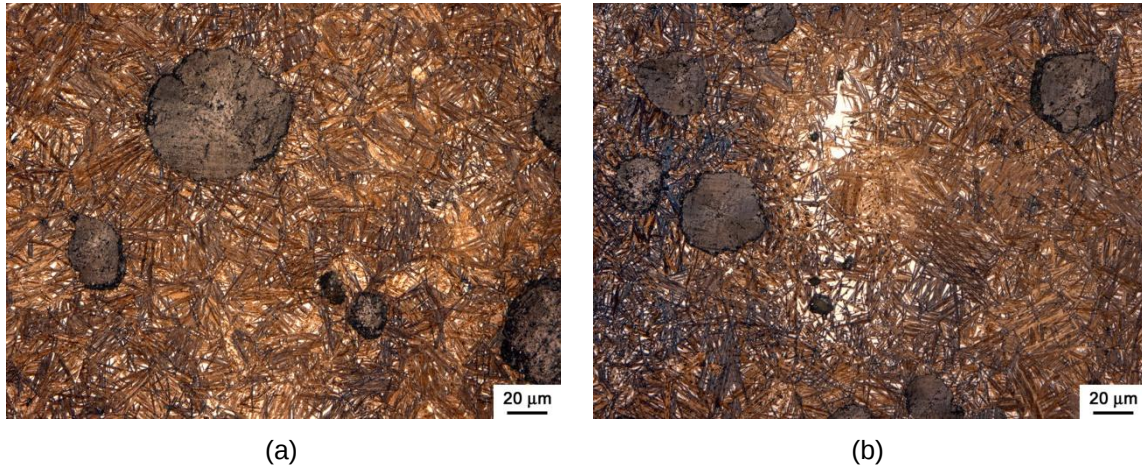
recalescência ocorrida durante a reação eutetóide. Tal recalescência pode ter aumentado em alguns graus a temperatura durante a etapa da solidificação, aumentando a difusividade do carbono, que retorna para a grafita. Com a diminuição da quantidade de calor associada ao fenômeno de recalescência, entra em ação o efeito do cobre como elemento de barreira para a difusão do carbono para a grafita, que caracteriza o seu efeito perlitizante. Regiões com baixo número de nódulos, resultantes da flotação da grafita, também podem ocasionar a grafitização secundária. Com a existência de regiões de baixo número de nódulos, a porcentagem de carbono na matriz aumenta e o mesmo se precipita na grafita, durante a reação eutetóide, formando a aureola de carbono em volta da grafita, como demonstrado na figura 5.1(c). Para minimizar este efeito é aconselhado melhorar a eficiência da inoculação, criando assim mais centros de nucleação da grafita, para onde o carbono poderá se difundir (SANTOS, A,B,S. 1989a)

5.1.2 Caracterização de amostra do tratamento de austêmpera prospectivo

Imagens da microestrutura de amostra obtida após austenitização a 900°C durante 20 minutos, seguida de austêmpera a 300°C durante 30 minutos, são apresentadas na figura 5.2. Estas imagens correspondem à região localizada no centro térmico da amostra (meia espessura), que em tese é a mais crítica do ponto de vista de eficiência de resfriamento durante a transição do forno de austenitização para o banho de austêmpera. O primeiro objetivo foi verificar a ausência dos chamados “centros térmicos”, caracterizados pela presença de perlita.

Na figura 5.2 (a) observa-se a presença de uma matriz formada por feixes de ferrita banítica, em tons de marrom, e austenita retida, que são as regiões de esbranquiçadas ao fundo. Merece destaque a região contendo menor quantidade de ferrita bainítica (áreas mais claras heterogêneas) da figura 5.2(b), que correspondem às regiões intercelulares do estado bruto de fundição. Nas adjacências dos nódulos de grafita, em ambas as micrografias, percebe-se que a transformação ocorreu de forma homogênea. Já em direção às regiões depletas de nódulos há um nítido gradiente microestrutural, indício de que a transformação ocorreu de forma heterogênea.

Figura 5.2 – Micrografias de amostrada tratada prospectivamente. Austenitização a 900°C por 20 minutos e austêmpera a 300°C durante 20 minutos. Notar gradiente microestrutural entre regiões ricas em nódulos e contornos de células eutéticas. Microscopia ótica e ataque com Nital a 2%.



Fonte: O autor.

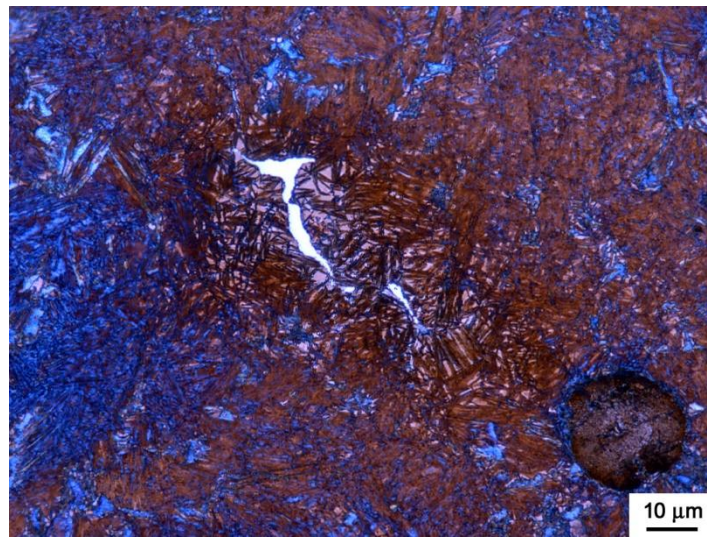
As regiões de segregação, segundo GUESSER (2009), são aquelas com gradientes de composição química, mais propícias à transformação martensítica durante resfriamento, resultado de um menor teor de carbono alcançado durante a etapa de austenitização. A mesma amostra foi atacada com um reagente LePera, com o objetivo de detectar a presença de martensita na microestrutura. O resultado desta análise é apresentado na figura 5.3.

O ataque com LePera foi capaz de destacar as regiões intercelulares (estado bruto), bem como o gradiente microestrutural resultante do tratamento térmico de austêmpera. Observa-se, no centro da região intercelular, a presença de um carbeto de solidificação (fase mais clara), formado por elementos que tendem a segregar para o contorno de célula eutética, como visto na figura 3.7. Estes carbetos geralmente não são dissolvidos durante a etapa de austenitização.

Nas adjacências do carbeto, o ataque revelou, em um tom alaranjado, a presença de finas placas de martensita, provavelmente formadas durante o resfriamento a partir de uma austenita com baixa estabilidade (empobrecida em carbono) (FERRER, 2003). Vale lembrar que na amostra prospectiva foi realizada austenitização por apenas 20 minutos, insuficientes para homogeneizar o teor de carbono da austenita transformada. O tempo de 30 minutos de austêmpera se mostrou adequado, pois a presença de martensita foi detectada apenas nas regiões intercelulares. Este resultado concorda com os apresentados por RAMOS (2008),

que relata o início da janela de processo para tempos de austêmpera de 13,5 minutos, em um ferro fundido nodular com 2,68% de silício, teor que é idêntico ao do material estudado neste trabalho.

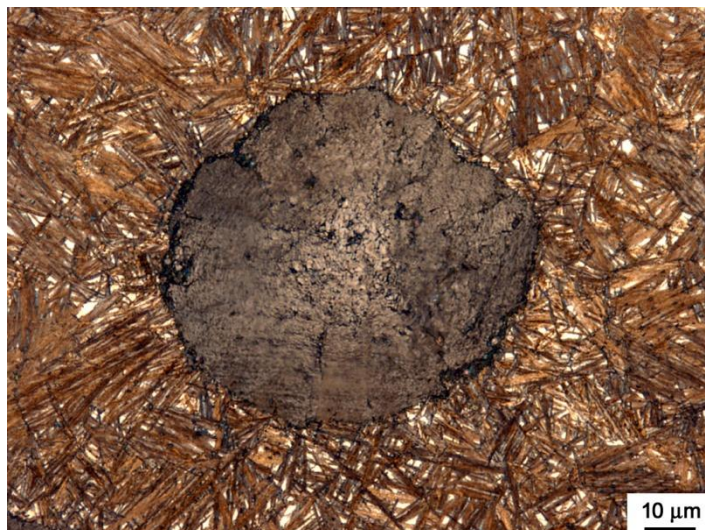
Figura 5.3 – Micrografia de amostra tratada prospectivamente. Austenitização a 900°C por 20 minutos e austêmpera a 300°C durante 20 minutos. Microscopia ótica e ataque com reagente de LePera. Notar as diferentes colorações resultantes do ataque metalográfico.



Fonte: O autor.

Na microestrutura da figura 5.4 pode-se observar a presença de uma microestrutura típica da transformação bainítica em ferros fundidos nodulares, nas proximidades de um nódulo de grafita. GOLDENSTEIN (2002) classifica esta microestrutura como “bainita superior isenta de carbeto”, correspondendo à microestrutura do ADI obtida ao fim do primeiro estágio de austêmpera. Chama a atenção o alto grau de homogeneidade da microestrutura obtida nas proximidades do nódulo de grafita. Estes resultados permitem concluir que o aumento do grau de nucleação do banho poderia minimizar os gradientes microestruturais após os tratamentos térmicos, como os já mostrados e discutidos a partir das figuras 5.2 e 5.3. Outros aspectos relacionados à nucleação dos agrupamentos de feixes de ferrita bainítica, tanto nas regiões próximas aos contornos de células eutéticas, como nas adjacências das interfaces grafita-austenita, serão discutidos em maiores detalhes com auxílio dos resultados de microscopia eletrônica de varredura.

Figura 5.4 – Microestrutura de amostra tratada prospectivamente, destacando a maior homogeneidade microestrutural nas proximidades a um nódulo de grafita. Microscopia ótica e ataque com Nital a 2 %.



Fonte : O autor.

Os resultados do tratamento térmico prospectivo mostraram que o banho metálico utilizado para austêmpera promoveu rápida homogeneização de temperatura, o que resultou em microestrutura isenta de centro térmico associado à formação de perlita, para uma amostra com espessura de aproximadamente 11 mm. Vale salientar que os corpos de prova de tração possuíam área útil com apenas 6 mm de diâmetro. Deu-se, então, prosseguimento aos tratamentos térmicos de austêmpera, cujos resultados da caracterização de amostras e da realização de ensaios mecânicos serão apresentados a seguir.

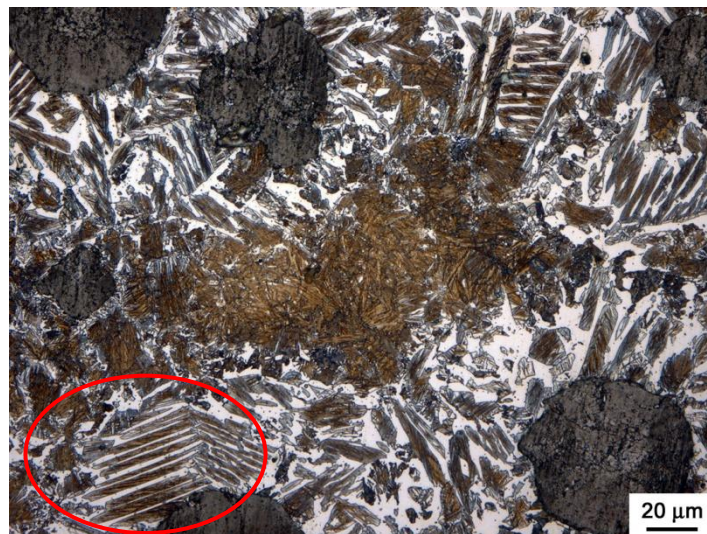
5.1.3 Caracterização de amostras após tratamentos de austêmpera

Os resultados de caracterização das amostras tratadas termicamente estão organizados por técnica de análise e por condição de tratamento térmico. A primeira técnica será microscopia ótica e, em seguida, os resultados de microscopia eletrônica. Em relação às condições de tratamento térmico, a sequência adotada foi partir das menores para as maiores temperaturas de austenitização e austêmpera.

Os resultados de amostra tratada em temperaturas de austenitização de 870°C e de austêmpera de 300°C podem ser visualizados na figura 5.5. Observa-se uma microestrutura bastante heterogênea, resultante de austenitização parcial,

provavelmente composta por ferrita bainítica, austenita retida, ferrita pró-eutetóide e perlita, sem descartar a possível presença de martensita nas regiões intercelulares. Cabe ressaltar que a diferenciação entre estas fases e microconstituintes é muito difícil ao microscópio ótico. A ferrita bainítica foi nucleada preferencialmente nos contornos de grão austenítico e nas interfaces grafita-austenita, como destacado na elipse em vermelho (canto inferior esquerdo). A austenita retida confunde-se com as áreas de ferrita pró-eutetóide, pois apresentam coloração semelhante. Nas regiões intercelulares (centro da imagem) observa-se a presença de constituintes com diferentes tons de marrom, que podem estar associados à presença de perlita e martensita.

Figura 5.5 – Microestrutura de amostra austenitizada parcialmente a 870°C e austemperada a 300°C. Microscopia ótica e ataque com Nital a 2%.

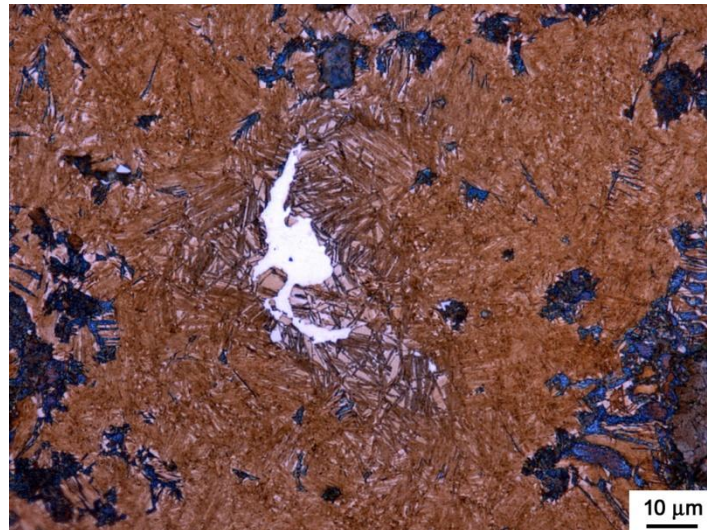


Fonte: O autor.

Na figura 5.6 é apresentada microestrutura de amostra austenitizada a 870°C e austemperada a 370°C. Para a visualização de uma região de segregação, a amostra foi atacada com o reagente de LePera. Foi evidenciada a presença de carbeto de solidificação, de cor esbranquiçada, bem como de martensita, em um tom alaranjado, nas adjacências do carbeto. A presença de carbeto nestas regiões pode estar associada à segregação de manganês e/ou fósforo, sendo que este último é formador de um composto chamado de esteadita. Como já comentado,

estas fases não serão dissolvidas durante a austenitização e terão efeito deletério nas propriedades mecânicas (GUESSER, 2009).

Figura 5.6 – Microestrutura de amostra austenitizada a 870°C e austemperada a 370°C. Destaque para a região intercelular, contendo um carbeto de solidificação (fase branca) e finas placas de martensita. Microscopia ótica e ataque com reagente de LePera.



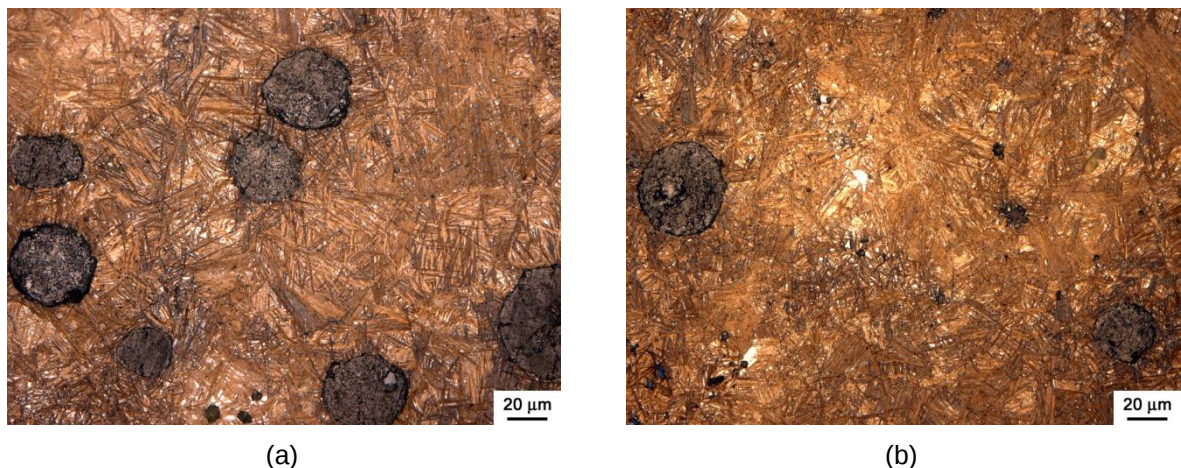
Fonte: O autor.

Ao recordar os resultados do tratamento de austêmpera prospectivo (item 5.1.2), pode-se concluir que a presença de martensita na microestrutura da figura 5.6 não advém apenas da condição austenitização (baixa temperatura), mas deve-se também à presença de regiões com intensa segregação química. PUTATUNDA e RAO (2002) e DELIA, ALAALAM e GRECH (1998) relatam que em tratamentos de austenitização para temperaturas na faixa de 850°C, a velocidade de difusão do carbono na matriz metálica é muito baixa. Soma-se este efeito à já comentada segregação química, onde se encontram os carbeto de solidificação. Segundo GUESSER (2000), o resultado é a geração de regiões com diferentes cinéticas de transformação, bem como a obtenção de austenita retida com menor estabilidade.

Na figura 5.7 é apresentada a microestrutura de amostra tratada nas temperaturas de 900°C de austenitização e 300°C de austêmpera. As figuras 5.7(a) e (b), em suma, retratam os já comentados gradientes de transformação ao longo da microestrutura. Na figura 5.7(a) pode-se observar uma região contendo vários nódulos de grafita em uma matriz metálica com microestrutura consideravelmente

mais homogênea que a mostrada na figura 5.7(b), que apresenta regiões depletas em nódulos e carbeto de solidificação (fase clara na região central da imagem).

Figura 5.7 – Microestruturas de amostra que foi austenitizada a 900°C e sofreu austêmpera a 300°C. Microscopia ótica e ataque com Nital a 2%.



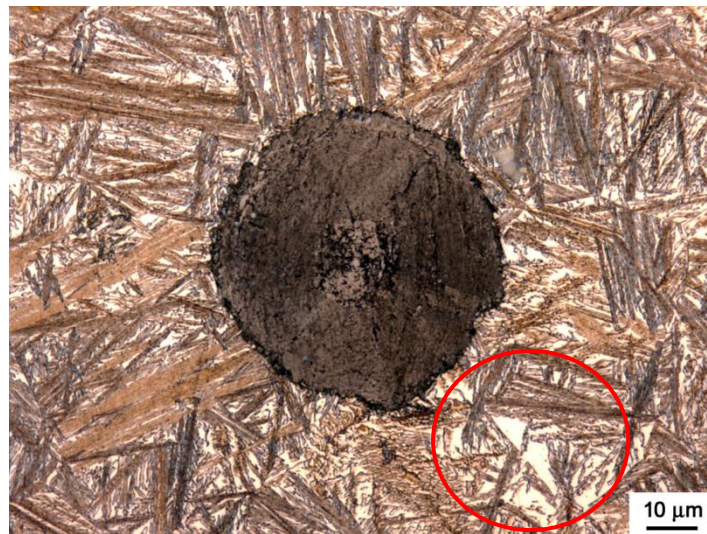
Fonte: O autor.

Na amostra tratada por austenitização a 900°C e austêmpera a 300°C também foram realizados ataques com o reagente LePera; porém, ao contrário da amostra tratada prospectivamente, não foram encontrados indícios da presença de martensita na microestrutura, nem mesmo nas regiões intercelulares, de maior segregação de elementos químicos. Este resultado demonstra a importância do tempo de austenitização (de 60 minutos), para o enriquecimento e estabilização da austenita. Já os carbeto presentes nas regiões intercelulares não foram dissolvidos em sua totalidade durante o tratamento de austenitização, para esta condição. Uma maior estabilidade da austenita retida é obtida durante a etapa de austêmpera, pela partição do carbono da ferrita bainítica transformada para a austenita retida. Segundo a literatura, o mecanismo envolvido pode ser descrito pelo paraequilíbrio restrito, pois mesmo cessando a transformação bainítica, o carbono continua se difundindo dos feixes de ferrita bainítica superior para a austenita retida, durante a estase da reação bainítica, já dentro da janela de processo (PUTATUNDA, RAO 2002; DELIA, ALAALAM e GRECH 1998; DAI et al 2001).

Na figura 5.8 é apresentada micrografia obtida na mesma amostra da figura 5.7, permitindo observar maiores detalhes da microestrutura do ADI. Merece destaque a presença dos agrupamentos de feixes de ferrita bainítica, entremeados

por regiões de austenita retida (fundo branco). Pode-se observar que a austenita retida apresenta diferentes morfologias, tanto em forma de filmes entre as ripas de ferrita, como na forma de blocos (destacados em vermelho), no encontro dos agrupamentos de feixes. Outros detalhes serão discutidos com auxílio das imagens de microscopia eletrônica.

Figura 5.8 – Tratamento de austenitização e austêmpera de 900°C e 300°C, respectivamente. Aumento de 1000x e ataque com Nital 2 %.

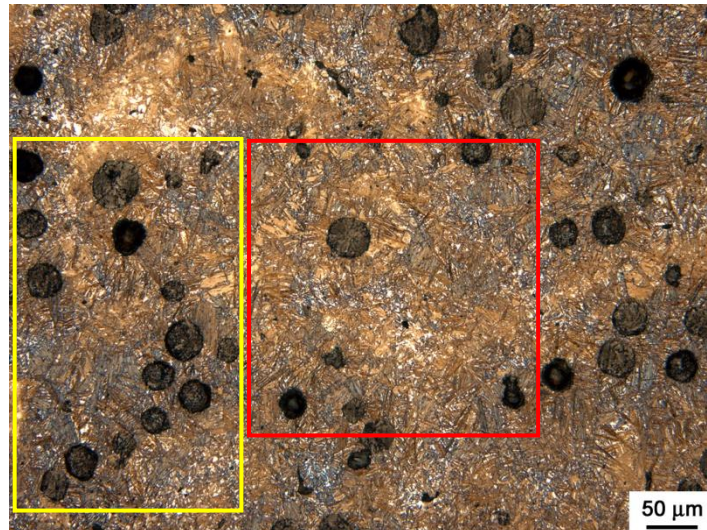


Fonte: O autor

A microestrutura obtida após austenitização a 900°C, seguida de austêmpera a 370°C, é apresentada na figura 5.9. O menor aumento da figura 5.9(a) permite observar a presença de regiões de flotação de grafitas (nódulos agrupados, quadro amarelo) e entre elas os contornos de células eutéticas (região em vermelho), em tons de marrom mais claro. A heterogeneidade microestrutural produzida pelo fenômeno de flotação das grafitas é bem evidenciada pela microestrutura da figura 5.10. Na região inferior da micrografia são observados carbeto de solidificação (fase branca massiva), circundados por regiões que podem ser ilhas de martensita e austenita retida, pois apresentam morfologia diferente dos agrupamentos de feixes de ferrita bainítica, ao redor dos nódulos de grafita (região superior). Além do agrupamento dos nódulos, a figura 5.9 apresenta outro indício do fenômeno de flotação de grafita durante a solidificação, que pode ser observado no quadro destacado em amarelo. As grafitas no interior do quadro provavelmente cresceram a

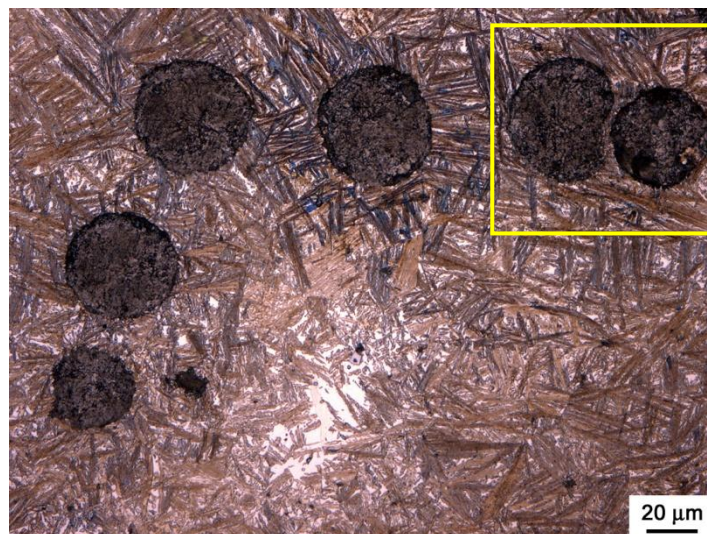
partir do líquido e o nódulo da esquerda (deformado) teve seu crescimento limitado pelo nódulo da direita.

Figura 5.9 – Microestrutura de amostra austenitizada a 900°C e austemperada a 370°C, destacando a heterogeneidade microestrutural resultante do fenômeno de flotação de grafitas. Microscopia ótica e ataque com Nital a 2%.



Fonte: O autor.

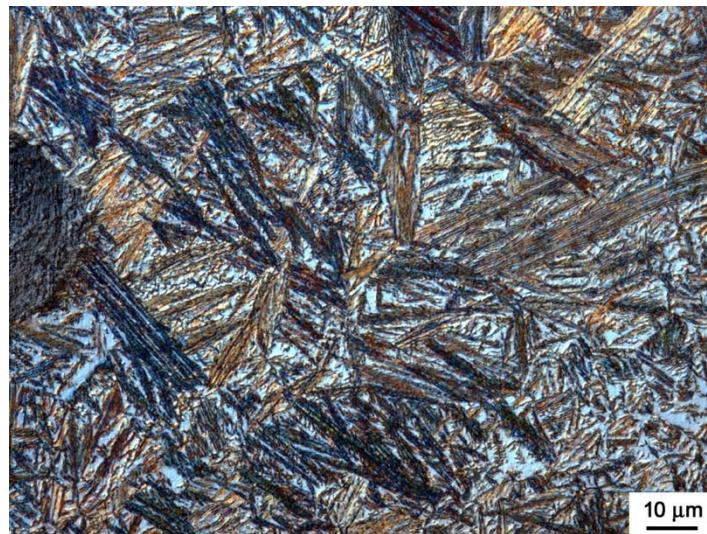
Figura 5.10 – Microestrutura de amostra austenitizada a 900°C e austemperada a 370°C. Notar o gradiente microestrutural produzido entre a região intercelular e a região povoada por nódulos de grafita. Microscopia ótica e ataque com Nital a 2%.



Fonte: O autor.

Na figura 5.11 pode ser visualizada micrografia obtida após realização de ataque metalográfico com reagente de metabissulfito de sódio. Os feixes de ferrita bainítica se apresentam destacados na matriz, com uma coloração diferente do ataque realizado com Nital a 2%. O efeito de relevo foi obtido por meio da técnica de contraste por interferência.

Figura 5.11 – Microestrutura da amostra austenitizada a 900°C e austemperada a 370°C. Microscopia ótica e ataque com metabissulfito de sódio a 10%.

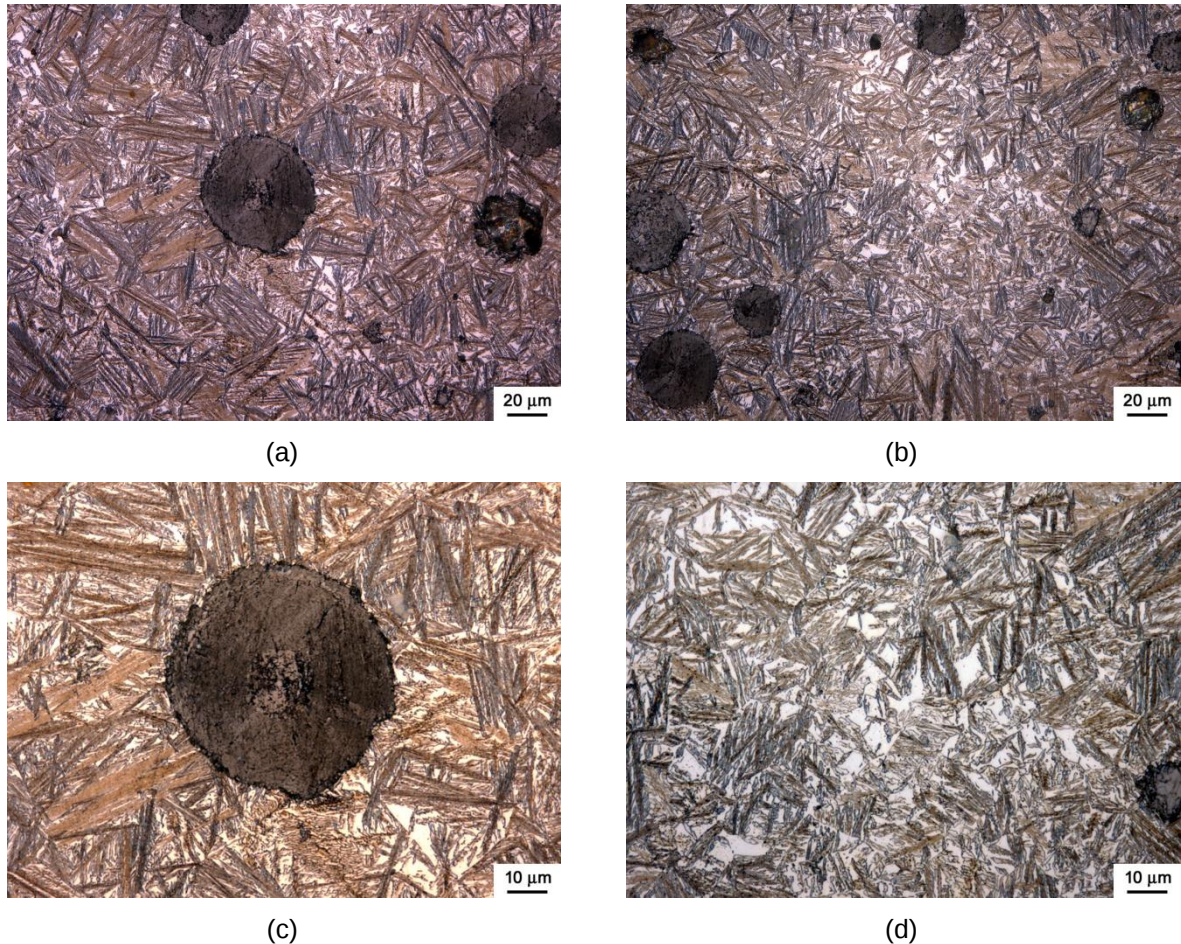


Fonte: O autor.

A microestrutura resultante do tratamento de austenitização a 930°C, seguido de austêmpera a 300°C, pode ser descrita com auxílio das micrografias da figura 5.12. As figuras 5.12(c) e (d) são imagens ampliadas das regiões centrais das micrografias das figuras 5.12(a) e (b), respectivamente. Estas micrografias apresentam características similares às já descritas anteriormente, tais como a maior homogeneidade microestrutural nas regiões povoadas por nódulos de grafita, figuras 5.12(a) e (c), e os gradientes de microestrutura evidenciados pelas figuras 5.12 (b) e (d). Merece destaque a presença de uma microestrutura mais grosseira na região intercelular, mostrada na figura 5.12(d), com predominância de austenita retida em blocos (sem sinais de formação de martensita), em relação às regiões próximas aos nódulos, que apresentam feixes de ferrita bainítica mais densamente empacotados. Este foi um comportamento que se repetiu em toda a extensão da amostra e que contrasta com os resultados de caracterização das amostras austenitizadas a 870°C e 900°C, onde a presença de martensita nas regiões intercelulares foi observada

com maior frequência. Este resultado por ser atribuído à maior difusividade do carbono a 930°C, promovendo maior estabilização da austenita nas regiões mais distantes dos nódulos de grafita.

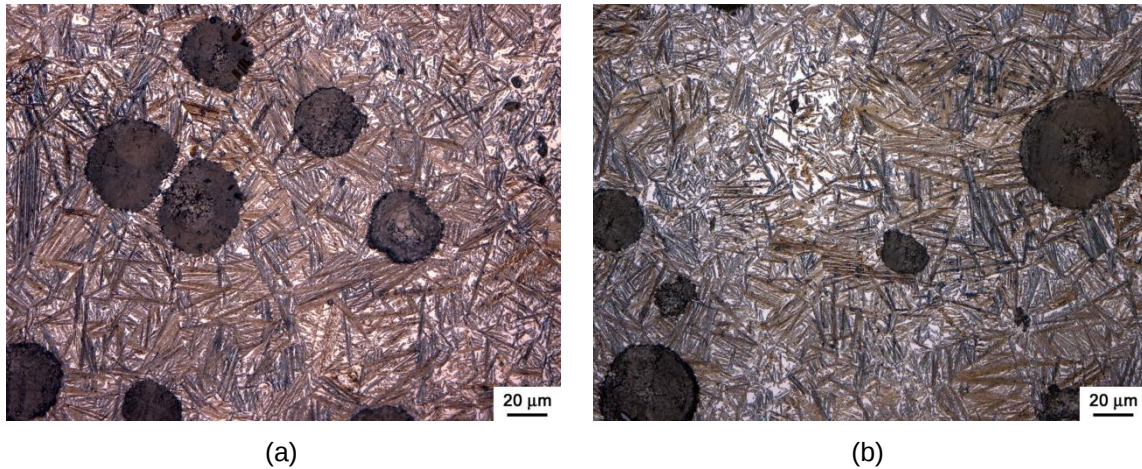
Figura 5.12 – Microestruturas de amostra austenitizada a 930°C e austemperada a 300°C. Ataque com Nital a 2%.



Fonte: O autor.

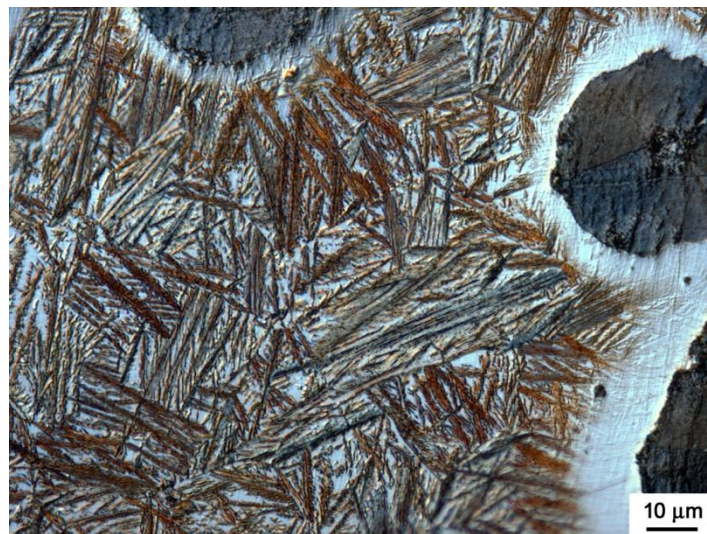
Nas figuras 5.13 e 5.14 são apresentadas microestruturas resultantes do tratamento térmico que consistiu de austenitização a 930°C, seguida de austêmpera a 370°C. As características observadas nessa amostra são similares à da amostra austenitizada à mesma temperatura e austemperada a 300°C. No entanto, a amostra de 370°C apresenta microestrutura mais grosseira, resultado de uma menor taxa de nucleação da ferrita bainítica. Na figura 5.14 é apresentada micrografia obtida após ataque metalográfico com o reagente de metabissulfito de sódio, permitindo diferenciar as características da ferrita bainítica.

Figura 5.13 – Micrografias de amostra austenitizada a 930°C e austemperadas a 370°C. Microscopia ótica e ataque com Nital 2%.



Fonte: O autor.

Figura 5.14 – Micrografia de amostra austenitizada a 930°C e austemperada a 370°C. Microscopia ótica e ataque com metabissulfito de sódio a 10%.

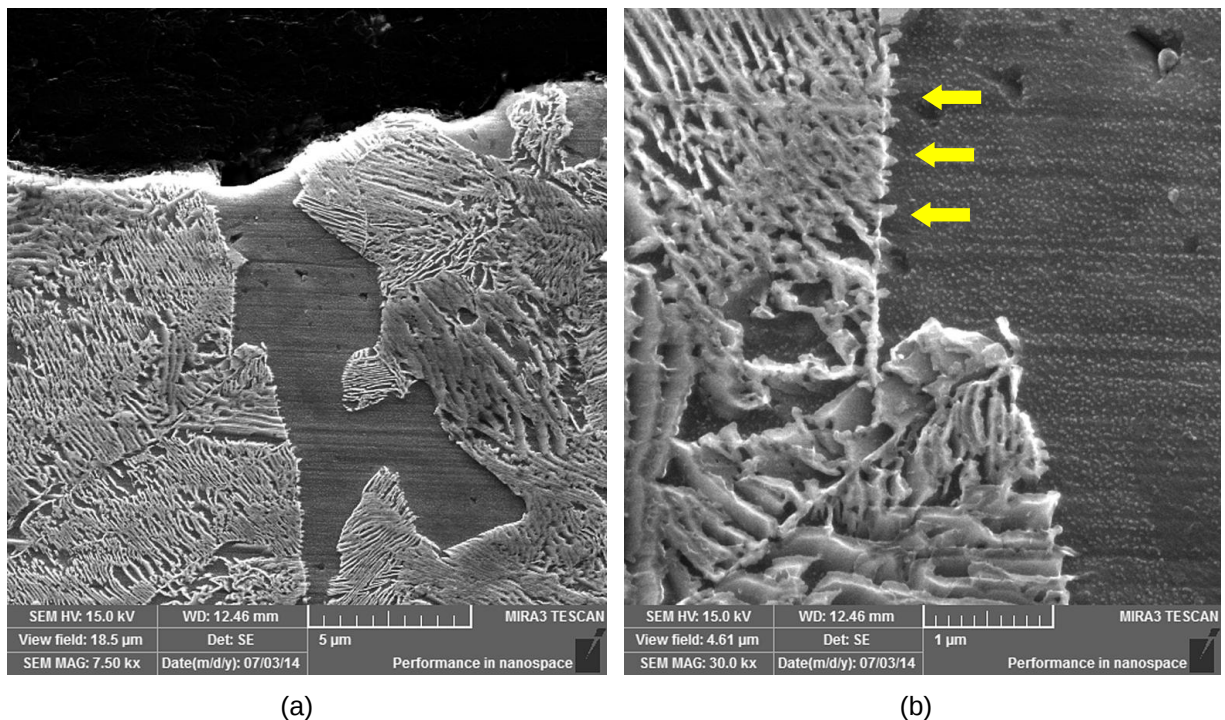


Fonte: O autor.

As amostras tratadas termicamente foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura, técnica que permitiu observar outros detalhes das microestruturas das amostras. Na figura 5.15 são apresentadas imagens da microestrutura de amostra austenitizada parcialmente a 870°C e austemperada a 370°C. Nesta amostra, a técnica de microscopia ótica mostrou uma mistura de perlita, ferrita pró-eutetóide, ferrita bainítica, austenita retida e, provavelmente,

martensita. Na figura 5.15(a) se pode observar a presença colônias de perlita fina envolvendo uma região de ferrita pró-eutetóide, formadas pela passagem da amostra no campo de formação de perlita durante o resfriamento a partir da temperatura de austenitização. Este resultado pode estar associado ao pequeno tempo para enriquecimento da austenita na temperatura de 870°C, deslocando as curvas de início de transformação, já que o banho metálico mostrou-se eficiente para o rápido resfriamento das amostras e corpos de prova, como já demonstrado pelos resultados de microscopia ótica.

Figura 5.15 – Imagens da microestrutura de amostra austenitizada parcialmente a 870°C e austemperada a 370°C. Microscopia eletrônica de varredura (FEG) e ataque com Nital a 2%.



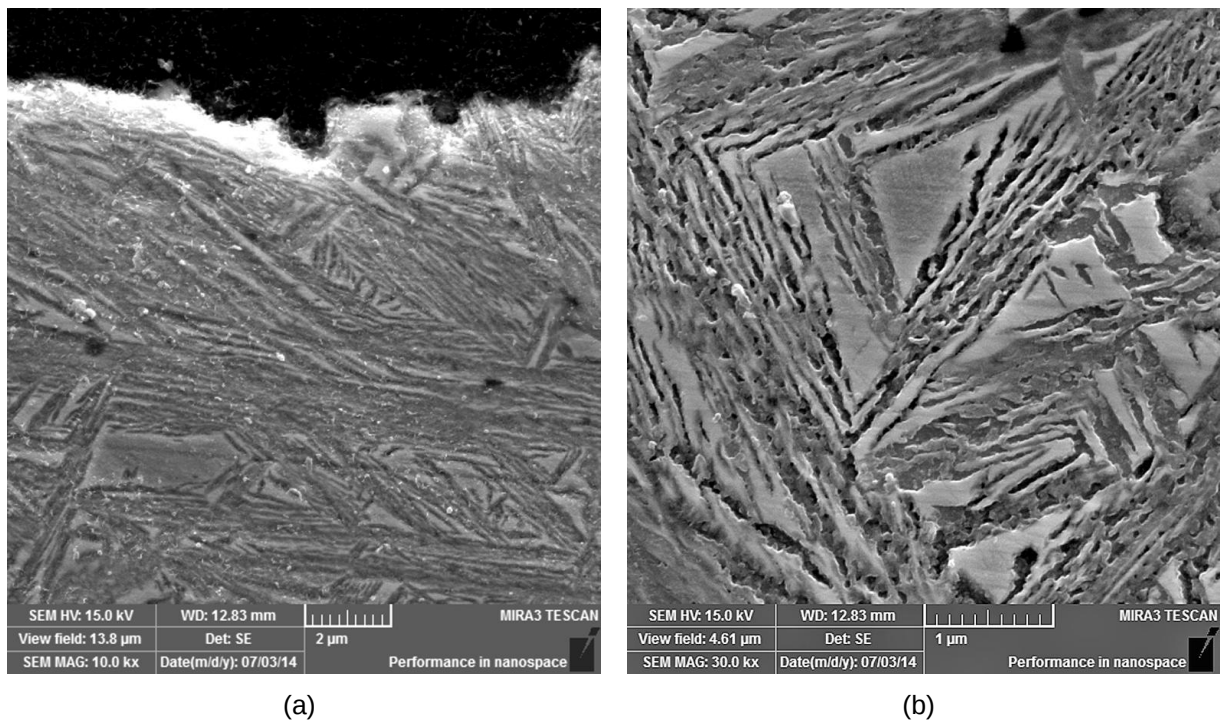
Fonte: O autor.

A ferrita pró-eutetóide é observada em outra classe de ferros fundidos austemperados, conhecida como MADI (“Mixed Austempered Ductile Iron”), que é processado dentro do campo intercrítico, com o objetivo de se aumentar a ductilidade da liga, para certas aplicações (ARANZABAL et. al., 2003 apud SANTOS, 2010). Na imagem da figura 5.15(b) observa-se a presença de estruturas com aspectos aciculares, que se assemelham a partículas de ferrita de Widmanstätten serrilhadas (indicadas pelas setas amarelas), que cresceram a partir

do contorno de grão austenítico. Segundo FERRER (2003), a ferrita de Widmanstätten serrilhada é composta por partículas com formato triangular, em forma de dente de serra, as quais crescem diretamente a partir do contorno de grão da austenita (serrilhado primário), ou se desenvolvem a partir da ferrita alotriomórfica de contorno de grão.

Imagens obtidas para amostra austenitizada a 900°C e austemperada a 300°C são apresentadas na figura 5.16. A figura (b) é uma ampliação de região da figura (a) e nela podem ser observados detalhes dos pacotes de feixes de ferrita bainítica, circundando regiões de austenita na forma de blocos (áreas poligonais).

Figura 5.16 – Imagens da microestrutura de amostra austenitizada a 900°C e austemperada a 300°C. Microscopia eletrônica de varredura (FEG) e ataque com Nital a 2%.

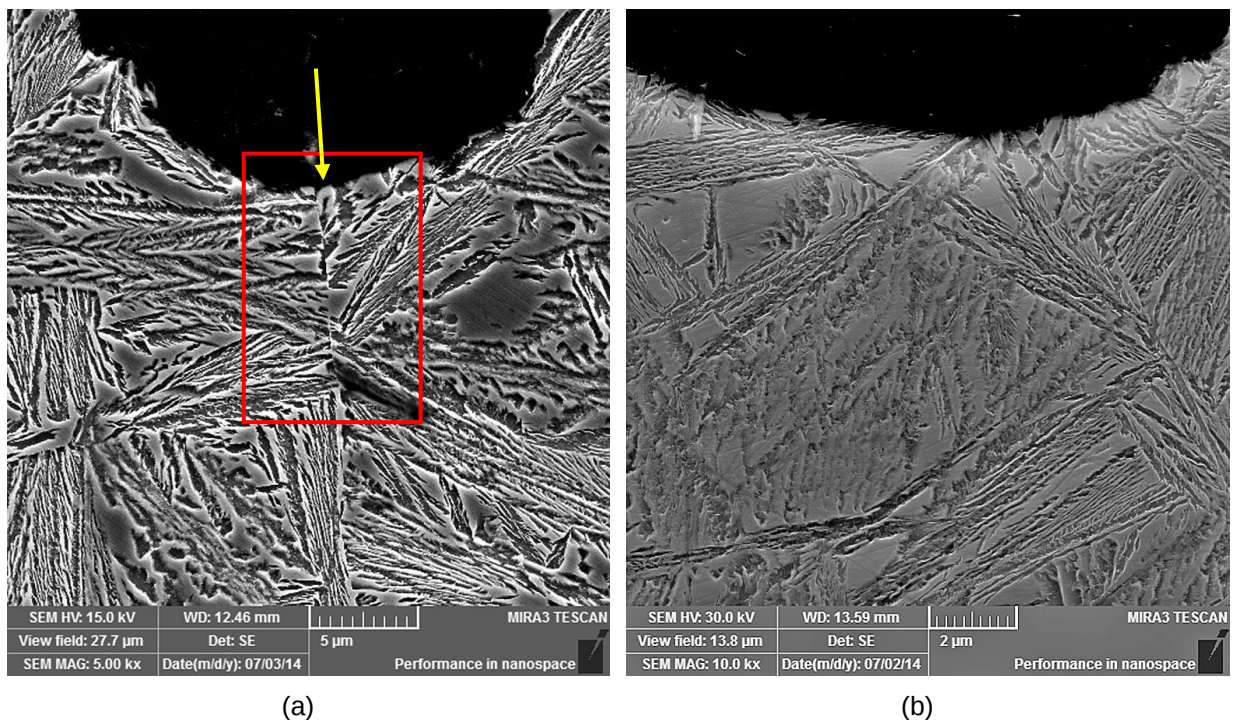


Fonte: O autor.

Nas imagens da figura 5.17(a) e 5.17 (b), respectivamente para amostras austemperadas a 300°C e 370°C, após austenitização a 930°C, pode-se observar o efeito da temperatura de austêmpera no grau de refinamento da microestrutura. A microestrutura da figura 5.17(a) apresenta um grande número de feixes de ripas de ferrita bainítica densamente empacotados, entremeados por austenita retida em filmes muito finos. Na mesma imagem se pode observar, no quadro em vermelho, a

presença de uma linha reta (indicada pela seta amarela), que corresponde a um antigo contorno de grão austenítico, a partir do qual ocorreu a nucleação da ferrita bainítica, pelo mecanismo de nucleação simpática [GOLDENSTEIN, 1999; BHADESHIA, 2001].

Figura 5.17 – Imagens da microestrutura de amostras austenitizadas a 930°C e austemperadas em diferentes temperaturas: (a) 300°C, e (b) 370°C. Microscopia eletrônica de varredura (FEG) e ataque com Nital a 2%.



Fonte: O autor.

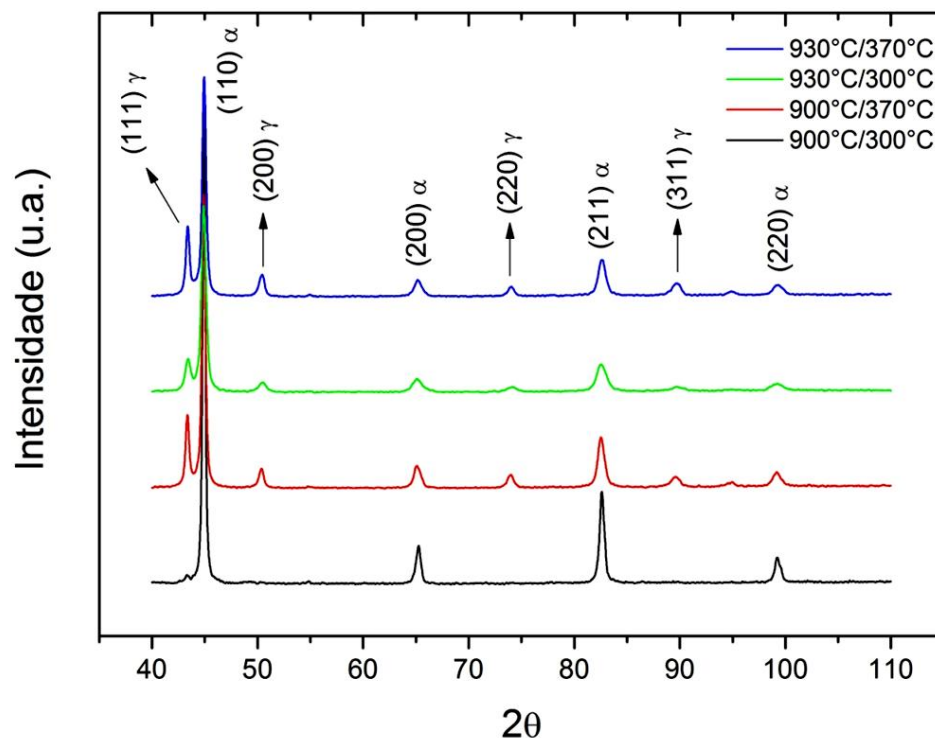
Na imagem da figura 5.17(b), para a amostra austemperada a 370°C, mesmo com o dobro do aumento em relação à figura 5.17(a), a microestrutura resultante mostra-se mais grosseira, contendo agrupamentos de feixes de ferrita mais largos e maior incidência de austenita em blocos.

5.2 ANÁLISES POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Na figura 5.18 são apresentados os espectros de difração obtidos após a análise das amostras tratadas termicamente. Os resultados estão dispostos em função das condições de tratamento térmico. Observa-se que os picos de difração da ferrita, relativos às reflexões dos planos {110}, {200}, {211} e {220} diminuem de

intensidade com o aumento das temperaturas de austenitização e austêmpera. Verifica-se também a superposição dos picos $\{111\}$ da austenita e $\{110\}$ da ferrita, o que reforça a necessidade de refinamento dos dados (separação dos picos) para fins de quantificação das frações volumétricas das fases.

Figura 5.18 – Espectros de difração de raios X obtidos para as amostras tratadas termicamente. Radiação Cu-K α 1 ($\lambda = 0,15405$ nm).

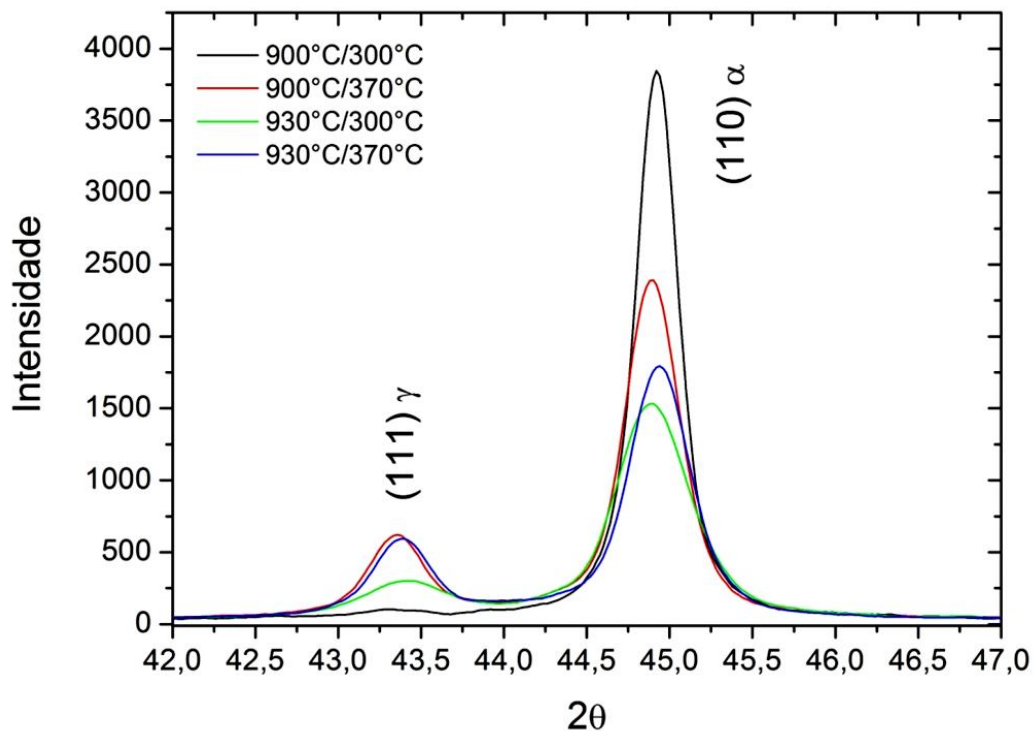


Fonte: O autor.

Os picos relativos à austenita retida, só não foram identificados na amostra austenitizada a 900°C e austemperada a 300°C. Nas outras condições de austêmpera, podem-se observar os máximos de difração relativos aos planos $\{111\}$, $\{200\}$, $\{220\}$ e $\{311\}$ da austenita. Com o objetivo de verificar as mudanças nas intensidades relativas dos picos de ferrita e austenita, em função da condição de tratamento térmico, as reflexões relativas a planos cristalográficos das duas estruturas foram isoladas, após processamento dos dados para atenuação do “background”. Os resultados são apresentados nas figuras 5.19 e 5.20.

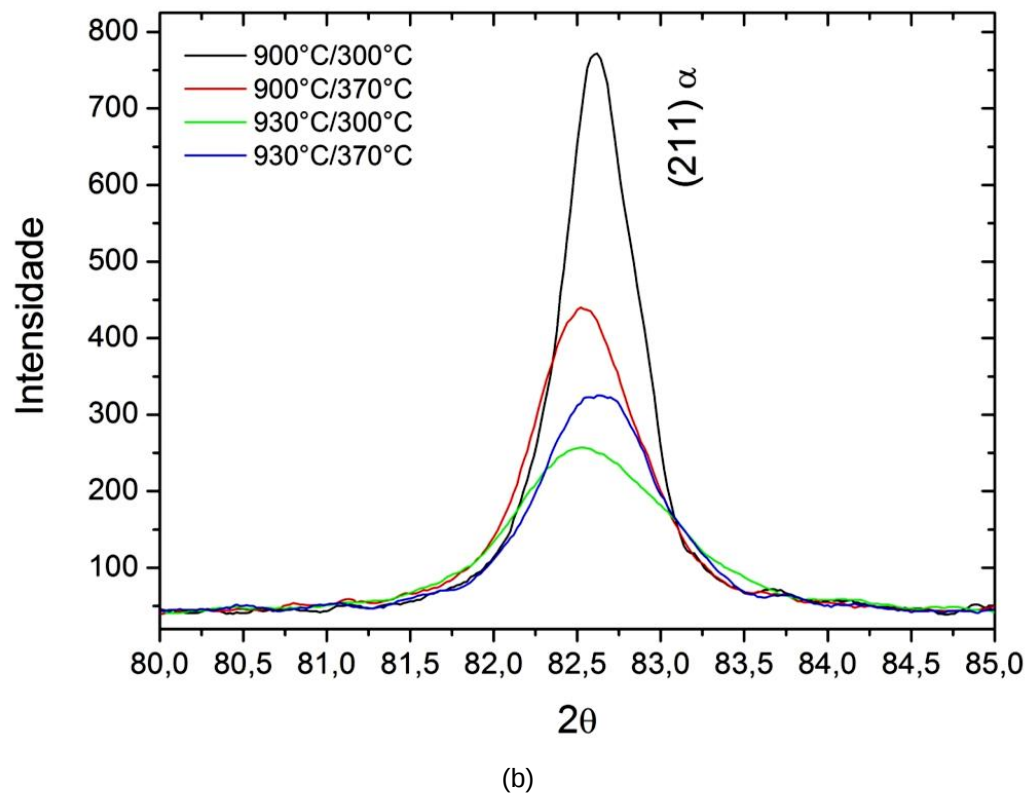
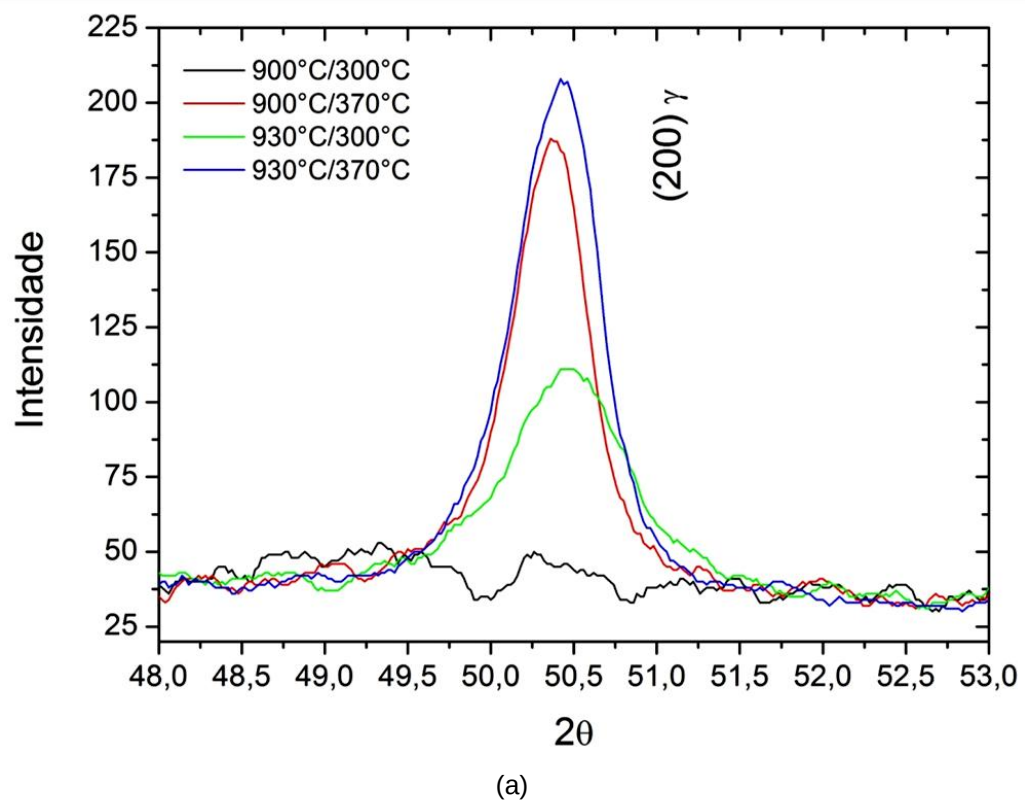
O comportamento geral pode ser descrito pelo aumento das intensidades difratadas dos picos da austenita para as maiores temperaturas de austenitização e austêmpera, com consequente redução das intensidades dos picos de ferrita. Esta tendência é claramente observada na figura 5.19, onde são apresentadas as reflexões dos picos mais intensos das duas fases, $\{111\} \gamma$ e $\{110\} \alpha$. Verifica-se também, com auxílio da figura 5.20, que a temperatura de austêmpera possui maior influência sobre a quantidade de austenita retida. Na amostra austenitizada a 900°C e austemperada a 300°C não foi possível isolar as reflexões do “background”, o que pode ser indício da presença de frações volumétricas de austenita muito baixas nessa amostra. Vale lembrar que os resultados de quantificação da austenita retida serão apresentados adiante.

Figura 5.19 – Reflexões dos planos $\{111\}$ da austenita e $\{110\}$ da ferrita, em função da condição de tratamento térmico de austêmpera.



Fonte: O autor.

Figura 5.20 – Reflexões dos planos {200} da austenita e {211} da ferrita, em função da condição de tratamento térmico de austêmpera.



Fonte: O autor.

Os dados da figura 5.20, para os segundos picos mais intensos da austenita e da ferrita, mostram que as intensidades difratadas dos planos da ferrita foram inversamente proporcionais aos da austenita, para todas as condições de tratamento térmico. As intensidades difratadas para o plano {211} da ferrita diminuiram com o aumento das temperaturas de austenitização e austêmpera. Os resultados de quantificação da austenita, obtidos pela integração das áreas sob os picos de difração, após refinamento por Rietveld, são apresentados na tabela 5.

Tabela 5 – Frações volumétricas de austenita retida (γ_{ret}) nas amostras de ADI, em função das condições de tratamento térmico.

Picos		Áreas integradas sob os picos		
Austenita	900°C/300°C	900°C/370°C	930°C/300°C	930°C/370°C
(111)	19,70	266,85	173,32	277,97
(200)	8,38	85,72	59,84	107,11
(220)	5,35	70,15	31,81	49,28
(311)	4,18	65,58	29,21	88,54
Ferrita	900°C/300°C	900°C/370°C	930°C/300°C	930°C/370°C
(110)	1395,58	1097,04	913,70	918,10
(200)	169,78	136,14	103,63	108,00
(211)	426,15	315,23	229,06	244,24
(220)	123,65	93,12	58,49	70,52
Área total	2152,77	2129,83	1599,06	1863,76
Austenita	37,61	488,30	294,18	522,90
Ferrita	2115,16	1641,53	1304,88	1340,86
% austenita retida*	1,7	22,9	18,4	28,1

*Os valores de desvio-padrão referentes à precisão da técnica de difração de raios X, com refinamento pelo método de Rietveld, são de 2% do valor da média.

Fonte: O autor.

Observam-se nos dados da tabela 5 que as frações volumétricas de austenita retida são maiores para temperaturas de austenitização e austêmpera mais elevadas. A comparação entre valores permite concluir que a temperatura de austêmpera possui maior influência sobre a quantidade de austenita retida. Estes resultados são coerentes com a caracterização das amostras pelas técnicas de microscopia, que mostraram, para as amostras austemperadas a 370°C, uma maior quantidade de blocos de austenita retida, dispersos entre os agrupamentos de feixes de ferrita bainítica.

5.3 ENSAIOS MECÂNICOS

Neste item serão apresentados os resultados dos ensaios de dureza e de tração. Os ensaios de dureza Vickers foram realizados em todas as amostras tratadas termicamente. Os ensaios de tração só não foram realizados para a condição de tratamento térmico prospectivo.

5.3.1 Ensaio de dureza Vickers

Os ensaios de dureza foram realizados com o objetivo de comparar regiões com diferentes características, tais como as áreas de segregação, que contém carbeto de solidificação (regiões intercelulares) e as áreas de flotação de grafita, que foram caracterizadas por apresentarem maior homogeneidade após os tratamentos térmicos. Os resultados são apresentados na tabela 6.

Tabela 6 – Resultados dos ensaios de dureza Vickers, em função das condições de tratamento térmico. Os valores referem-se à média de 10 medidas por amostra.

Condição de tratamento	Regiões intercelulares	Regiões de flotação
870°C/300°C	419 ± 38	562 ± 23
870°C/370°C	339 ± 53	441 ± 31
900°C/300°C	596 ± 40	605 ± 30
900°C/370°C	478 ± 41	477 ± 22
930°C/300°C	574 ± 77	577 ± 85
930°C/370°C	472 ± 23	507 ± 37
Prospectivo	590 ± 22	607 ± 51

Fonte: O autor.

A análise dos resultados da tabela 6 permite concluir que as amostras austemperadas a 370°C apresentaram menores valores de dureza em relação às tratadas a 300°C. Este comportamento se repetiu para todas as condições, independentemente da temperatura de austenitização, e se deve às maiores taxas de nucleação proporcionadas na menor temperatura de austêmpera. As amostras austenitizadas a 870°C apresentaram os menores valores de dureza entre todas as condições, em função das grandes quantidades de ferrita pró-eutetóide.

As amostras austenitizadas a 900°C e 930°C apresentaram comportamentos muito semelhantes e os valores de dureza foram menores para a temperatura de austêmpera de 370°C. Os resultados de dureza são coerentes com os valores de fração volumétrica de austenita retida, apresentados na tabela 6. Para a temperatura de austenitização de 930°C, as amostras austemperadas a 300°C e 370°C apresentaram frações de austenita retida de 18% e 28%, respectivamente; correspondendo a valores de dureza de 574 HV e 472HV. Maiores quantidades de austenita retida resultam em menores valores de dureza. Os menores valores de dureza a 370°C ainda podem ser associados com as menores taxas de nucleação, que resultam em microestruturas mais grosseiras; resultado que também concorda com as observações feitas em relação às microestruturas das amostras. KUMARI E RAO (2009) e PUTATUNDA et.al. (2006), relatam valores de dureza semelhantes aos encontrados no presente trabalho, para uma ligas de ferro fundido nodular austemperadas a 300°C e 370°C.

5.3.2 Ensaio de tração

Os resultados obtidos nos ensaios de tração são apresentados na tabela 7. São fornecidos os valores de limite de escoamento (LE), limite de resistência à tração (LRT) e alongamento (A), para corpos de prova do material no estado bruto de fundição e nas condições de tratamento térmico utilizadas.

Tabela 7 – Resultados dos ensaios de tração, para o estado bruto de fundição e após tratamentos térmicos de austêmpera. LE – limite de escoamento, LRT – limite de resistência à tração e A – alongamento (%). Valores se referem à média de três corpos de prova ensaiados.

Condição	LE (MPa)	LRT (MPa)	A (%)
Estado bruto	367 ± 8	531 ± 6	6 ± 0,8
870°C/300°C	1051 ± 25	1225 ± 62	2,5 ± 0,5
870°C/370°C	678 ± 25	945 ± 22	5 ± 1,2
900°C/300°C	1173 ± 42	1406 ± 50	3 ± 0,3
900°C/370°C	871 ± 30	1007 ± 133	2,7 ± 1
930°C/300°C	1123 ± 6	1235 ± 104	2,3 ± 0,4
930°C/370°C	826 ± 19	1076 ± 48	4,2 ± 1,1

Fonte: O autor.

Observa-se na tabela 7 que os resultados de propriedades mecânicas são coerentes com a caracterização microestrutural e com os valores de dureza (tabela 6). A maior temperatura de austêmpera (370°C) resultou em menores valores de resistência, sem ganhos significativos de ductilidade para os corpos de prova austenitizados a 900°C. A comparação dos valores da tabela 7 com os apresentados na tabela 1, permite enquadrar o ADI obtido pela combinação de austenitização a 900°C e austêmpera a 300°C na classe 1400-1100-02; tendo sido este o melhor resultado de combinação de propriedades.

Já o ADI obtido por austêmpera a 370°C poderia ser enquadrado na classe 1050-750-07, não fossem os baixos valores de alongamento obtidos; o que não era esperado, em função das elevadas quantidades de austenita retida presentes nessas amostras, que deveria contribuir para uma maior ductilidade do material. Nesse caso, pode-se atribuir os baixos valores de alongamento a fatores como a presença dos carbeto de solidificação nas regiões intercelulares, bem como ao baixo grau de nodularização da liga, propiciando uma maior quantidade de locais com elevada concentração de tensões, que atuam como nucleadores de trincas e pontos para início da falha (PUTATUNDA et al, 2006). Estas observações serão corroboradas pelos resultados da análise das superfícies de fratura, que foi realizada por meio da técnica de microscopia eletrônica de varredura.

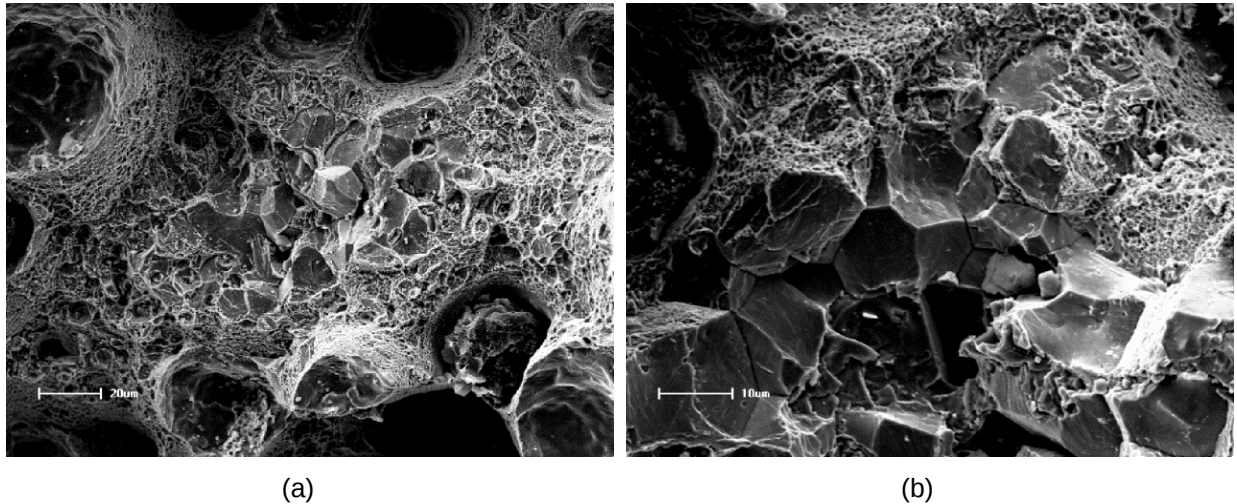
5.3.3 Análise das superfícies de fratura após ensaios de tração

A análise das superfícies de fratura forneceu elementos para justificar os baixos valores de alongamento encontrados nos ensaios de tração, principalmente para os corpos de prova que foram austemperados a 370°C, já que estes possuíam elevadas quantidades de austenita retida, comprovadas tanto pela caracterização por técnicas de microscopia, como por difração de raios X. Exemplos representativos das morfologias de fratura observadas em todas as condições estudadas são apresentados nas figuras 5.21 e 5.22, para corpos de prova tratados nas condições 900°C/300°C e 930°C/370°C, respectivamente.

De forma similar ao que foi observado na caracterização da microestrutura das amostras, as superfícies de fratura também apresentaram uma mudança de comportamento entre as regiões intercelulares e regiões contendo nódulos de grafita. Na figura 5.21(a) se observa que nas proximidades dos nódulos de grafita a superfície possui características de fratura dúctil, com a

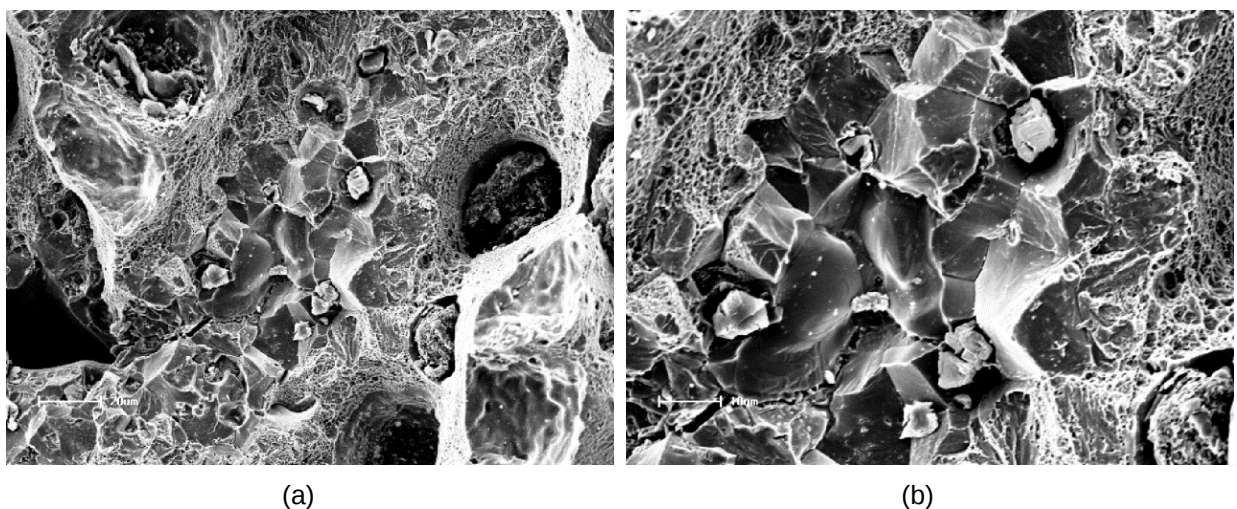
presença de cavidades alveolares ou “dimples”. Já nas regiões intercelulares, contendo carbeto de solidificação, a morfologia da superfície de fratura é típica do fenômeno de clivagem, ou seja, com características de fratura frágil. O mesmo pode ser observado na figura 5.22, para corpo de prova tratado na condição 930°C/370°C.

Figura 5.21 – Imagens de superfícies de fratura de corpo de prova tratado na condição 900°C/300°C. Microscopia eletrônica de varredura (MEV).



Fonte: O autor

Figura 5.22 – Imagens de superfícies de fratura de corpo de prova tratado na condição 930°C/370°C. Microscopia eletrônica de varredura (MEV).



Fonte: O autor

GUESSER (2000) e DAÍ et al. (2001), relatam que o mecanismo básico de fratura nos ferros fundido nodulares envolve a deformação da matriz metálica ao

redor dos nódulos, promovendo a nucleação de “dimples”, que coalescem e se propagam ao redor dos nódulos de grafita, provocando a decoesão destes em relação à matriz metálica. A formação de trincas ocorre, dessa forma, na interface nódulo de grafita-matriz metálica, e sua propagação pela matriz irá levar o material à fratura. Ainda segundo os mesmos autores, a fratura por clivagem, observada nas regiões intercelulares, é caracterizada pela presença de facetas de aspecto pouco rugoso, sem a presença de nódulos de grafita destacados na matriz. Este tipo de fratura tende a ocorrer na presença de defeitos de fundição como porosidades e rechupes, na presença de grafitas imperfeitas e nas regiões intercelulares, que normalmente apresentam carbeto de solidificação formados pela segregação de elementos de liga.

6 CONCLUSÕES

As principais conclusões do presente trabalho são:

- 1) O estado bruto de fundição foi caracterizado por apresentar elevada heterogeneidade microestrutural, causada pelo fenômeno de flotação de grafita e por intensa segregação de elementos de liga durante a solidificação da liga. Estas características podem ser atribuídas à baixa eficiência dos processos de inoculação e nodularização, devido a fenômenos como a fadiga térmica do inoculante. Como resultado, ocorreu a diminuição do grau de nodularidade da grafita e o aumento da incidência de defeitos como degeneração da grafita e direcionamento.
- 2) A heterogeneidade microestrutural do estado bruto de fundição teve grande influência sobre o desenvolvimento da microestrutura durante os tratamentos térmicos de austêmpera, gerando gradientes de transformação entre as regiões intercelulares e regiões de flotação de grafita, produzindo microestruturas bainíticas heterogêneas. Estes resultados apontam para a necessidade de se buscar maior eficiência nos tratamentos de inoculação e nodularização do ferro fundido nodular para a produção do ADI.
- 3) A temperatura de austêmpera teve maior influência sobre o desenvolvimento da microestrutura do ADI. As amostras tratadas a 300°C apresentaram microestrutura mais refinada e menores frações volumétricas de austenita retida, com predominância dos filmes entre ripas de ferrita. Na austêmpera a 370°C houve maior incidência de austenita retida na forma de blocos, devido às menores taxas de nucleação da ferrita bainítica. Entretanto, devido à presença de carbeto de solidificação nas regiões intercelulares e de nódulos com baixa nodularidade, a maior quantidade de austenita retida obtida a 370°C não resultou em ganho de ductilidade.
- 4) Os melhores resultados dos ensaios de resistência à tração foram encontrados para a condição de austenitização a 900°C, seguida de austêmpera a 300°C, para a qual foram obtidos valores de resistência e alongamento compatíveis com uma classe de ADI de alta resistência (1400-1100-02).

5) As características de fratura dos corpos de prova também foram fortemente influenciadas pela heterogeneidade microestrutural do estado bruto de fundição. As análises mostraram uma clara transição no modo de fratura entre as regiões de flotação de grafita e intercelulares. Nas regiões mais próximas aos nódulos de grafita houve predominância do mecanismo de fratura dúctil, caracterizada pela presença de cavidades alveolares, com rápida transição para o modo de fratura por clivagem nas regiões com baixos números de nódulos de grafita, contendo carbeto de solidificação.

SUGESTÕES PARA TRABALHO FUTUROS

Com base nos resultados obtidos no presente trabalho, as seguintes sugestões para trabalhos futuros são as seguintes:

- 1) Utilizar moldes com diferentes espessuras de parede, a fim de avaliar aspectos relacionados tanto aos fenômenos de flotação de grafita, como à determinação das espessuras críticas de austêmpera, para aplicação em peças de seções espessas.
- 2) Estudar diferentes composições químicas, variando teores de elementos como silício, cobre e molibdênio, visando à obtenção de peças em ADI com paredes grossas, acima de 25 mm de espessura.
- 3) Estudar diferentes métodos de inoculação, com o uso de inoculantes especiais, buscando obter estruturas com elevados números de nódulos e menor incidência de fenômenos associados à segregação de elementos de ligas durante a solidificação.

REFERÊNCIAS

- BAHMANI, M.; ELLOTT, R.; VARAHRAM, N. **The relationship between fatigue strength and microstructure in an austempered Cu–Ni–Mn–Mo alloyed ductile iron.** Journal of materials science. p 5383 – 5388, 1997.
- BERTOLI, C.; ROHRIG, K. **Seleção e efeitos gerais de elementos de liga em ferros cinzentos e nodulares.** Informativos ABIFA. V.29, p.15-21, Março 1981.
- BHADESHIA, H.K. **Bainite in Steels.** 2. ed. IOM Communications Ltd, London, 2001.
- BHADESHIA, H.K.D.H. EDMONDS, D.V. **The bainite transformation in a Silicon Steel.** Metallurgical Transaction. V.10, p.895-907, July 1979.
- BONNER, A.A.; SHELTON, P.W. **The effect of Cooper additions to the mechanical properties of austempered ductile iron (ADI)** Journal of Materials Processing Technology. V.173, p.269-274, June 2005.
- BRAMFITT, B.L.; SPEER, J.G. **A perspective on the morphology of bainite.** Metallurgical Transactions. V.21, p.817-829, April 1990.
- CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos.** 7. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 1996.
- DAI, P.Q.; HE, Z.R.; ZHENG, C.M.; MAO, Z.Y. **In-situ SEM observation on the fracture of austempered ductile iron.** Materials science and engineering. A 319-321, p.531-534, 2001.
- DELIA, M; ALAALAM, M; GRECH, M. **Effect of Austenitizing Conditions on the Impact Properties of an Alloyed Austempered Ductile Iron of Initially Ferritic Matrix Structure.** ASM International. V.7, n.2, p. 265-272, April 1998.
- DHANASEK KARAN, S.; VADIRAJ, A.; BALACHANDRAN, G.; KAMARAJ, M. **Mechanical behavior of an austempered ductile iron.** Transaction of the Indian institute of metals. V 63, p.779-785, October 2001.
- FERRER, M.H. **Estudos das transformações de fase de aços TRIP ao Si-Mn micro ligados com Nb.** São Paulo, SP, 238p. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, 2003.
- FUOCO, R.; CORRÊA, E.R.; CAVALCANTE, A.H.; SANTOS, E.R. **Determinação do grau de nucleação de ferros fundidos cinzentos via análise térmica.** CONAF – São Paulo – Setembro 2003
- GOLDENSTEIN, H. **Cinética global e morfologia da decomposição da austenita em uma liga Fe-Cr-C hipoeutetóide.** Tese (Livre docência), SP, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1999.

GOLDENSTEIN, H. Bainita nos aços, In: **Aços: Perspectivas para os próximos 10 anos**, 2002. Rio de Janeiro, Rede Aços, novembro: 2002

GOUNÉ, M.; BOUAZIZ, O.; ALLAIN, S.; ZHU, K.; TAKAHASHI, M. **Kinetics of bainite transformation in heterogeneous microstructures**. Materials Letters. V.67, p. 187-189, September 2011.

GUEDES, L.C. **Fragilização por fósforo de ferros fundidos nodulares austêmperados**. Tese (tese de doutorado), São Paulo, SP, Tese (Doutorado) – Escola Politécnica Universidade de São Paulo, 1996.

GUESSER, W.L. **Propriedades mecânicas dos ferros fundidos**. 1. ed. São Paulo: Editora Blucher, 2009.

HIBBELER, R.C. **Resistência dos Materiais**. 5º ed. Pearson Prentice Hall, São Paulo, 2004

KIM, Y.; SHIN,H; PARK,H.; LIM, J.D. **Investigation into mechanical properties of austempered ductile cast iron (ADI) in accordance with austempering temperature**. Materials letters. V. 62, p 357-360. May 2007.

KOVACS, B.V. **Austempered ductile iron: fact and fiction**. Modern Casting. p.38-41, n.3, 1990.

KUMARI, U.R.; RAO, P. **Study of wear behaviour of Austempered Ductile iron**. J MATER SCI. v 44, p. 1082-1093, jan 2009.

LAMBERS, H.G; CANADIC, D; MAIER, H.J. **Evolution of transformation plasticity in austenite-to-bainite phase transformation. A multi parameter problem**. Material Science and Engeneering. A. 541. p. 73-80, Frebruary 2012

LIN, C.K.; CHANG, C.W. **Influence of heat treatment on fatigue crack growth of austempered ductile iron**. Journal of materials science. V.37, p. 709-716. October 2001.

LOPER, C.R. **Como os inoculantes atuam sobre a microestrutura dos ferros fundidos**. Fundação e Serviços. V. p.43-48, Março 1998.

LUSSOLI, R.J. **Efeito da adição de cobre e da seção da peça sobre as características microestruturais e mecânicas de ferro fundido nodular austemperado**.2003, 98 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2003.

MACHADO, M.A. **Desenvolvimento dos parâmetros de tratamento térmico de ferros fundido nodular austêmperado ASTM 987 Grau I**. Porto Alegre, RS, 85p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalurgia e Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2007.

OLOFSSON, J.; LARSSON, D.; SVENSSON, I.L. **Effect of austempering on Plastic Behavior of Some Austempered Ductile Iron Alloys**. The minerals, metal and materials society and ADM International. V.42, p.3999-4007, December 2011.

PRETI, O; **Caracterização das ligas de ferro fundido branco resistente à abrasão segundo a norma ASTM a 532 no estado bruto de fundição**. 2004 278 f. Dissertação (mestrado engenharia e ciência de materiais) Universidade Federal de Santa Catarina, 2004.

PETRY, C.C.M.; GUESSER, W.L. Efeitos do silício e do fósforo na ocorrência de mecanismos de fratura frágil em ferros fundidos nodulares ferríticos. **55º Congresso anual da associação brasileira de metalurgia e materiais –ABM**. P.1180-1190. Rio de Janeiro, Julho 2000.

PUTATUNDA, S.K. **Influence of austempering temperature on microstructure and fracture toughness of a high-carbon, high-silicon and high-manganese cast steel**. Materials Design. V. 24, p.435-444, April 2003

PUTATUNDA, S.K.; GADICHERLA, P.K. **Effect of Austempering Time on Mechanical Properties of a Low Manganese Austempered Ductile Iron**. ASM International. V.9, n.2, p. 193-203, April 2000.

PUTATUNDA, S.K.; KESANI, S; TACKETT, R.; LAWES, G. **Development of austenite free ADI (austempered ductile cast iron)**. Materials Science and Engineering. V.435-436, p. 112-126. July 2006.

PUTATUNDA, S.K.; RAO, P. **Influence of Microstructure on Fracture Toughness of Austempered Ductile Iron**. Metallurgical and Materials Transaction. Detroit, V.28, p 1457 – 1470, 1997.

PUTATUNDA, S.K.; RAO, P. **Investigations on the fracture toughness of austempered ductile irons austenitized at different temperatures**. Materials Science and Engineering. V., n., p 136 - 149, 2002

QIT – Fer et Titane INC. **Ductile Iron data for design engineers**. Montreal, 1990.

RAMOS, D.S. **Estudos de aspectos cinéticos da transformação bainítica incompleta em ferros fundidos nodulares austemperados**. 2008, 108 f. Dissertação (Mestrado em engenharia mecânica) – Instituto Superior Tupy , Joinville , 2008.

REYNOLDS, W.T.; LI, F.Z.; SHUI, C.K. AARONSON, H.I. **The incomplete transformation phenomenon in Fe-C-Mo alloys**. Metallurgical Transactions A, v.21A, p.1433-1463, 1990.

ROSARIO, A.M; **Estudo dos efeitos de elementos de liga na solidificação de um ferro fundido cinzento via análise térmica**. 2012.173p. Dissertação (mestrado em engenharia e ciência de materiais). Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2012.

SANTOS, A.B.S. Efeitos da composição química na produção de ferros fundidos nodulares. **55º Congresso anual ABM**. P.1156-1179. Rio de Janeiro 2000.

SANTOS A.B. S; BRANCO, C.H.C. **Metalurgia dos ferros fundidos cinzentos e nodulares**. São Paulo: IPT, 1989a.

_____. **Efeito de algumas variáveis na inoculação de ferros fundidos**. Metal Consult Ltda, 1989b.

SANTOS, A.B.S.; Principais aspectos da inoculação de ferros fundidos. **Congresso anual da associação brasileira de metalurgia e materiais – ABM**, Belo Horizonte, MG, 1998.

SANTOS A.B.S, MEYR, R.; SILVA, J.R.; PILLOTTI, J. Alguns efeitos de Manganês e enxofre em ferros fundidos cinzentos. **56º Congresso anual da associação brasileira de metalurgia e materiais –ABM**. Julho 2001.

SANTOS A.B.S. **A utilização de cobre em ferros fundidos nodulares**. 13ºConaf – Congresso de Fundição. Setembro 2007

SILVA, C. **Influência do número de nódulos de grafita nas propriedades mecânicas do ferro fundido nodular austemperado**. 2005 116 f. Dissertação (Mestrado em engenharia metalúrgica e de minas) – Escola de Engenharia UFMG, Belo Horizonte, 2005.

SILVA, M.L.; CAMINAGA, C.; ARAUJO, A.F.R.; CENTILE, F.C.; BUTTON, S.T. **Análise de forjados em aço microligado obtido a partir de pré forma CWR**. XXIV SENAFOR 2004, Porto Alegre, 2004

SPEER, J.; MATLOCK, D.K.; COOMAN, B.C.; SCHROTH, J.G. **Carbon partitioning into austenite after martensite transformation**. Acta Materialia. p.2611-2622, January 2003.

STETS W.; DOBOTA A. **A influência dos desvios da microestrutura sobre as propriedades do ferro fundido nodular**. Fundição e Serviços. V.15, p. 24-63, maio -2008.

STOKES, B.; GAO, N.; REED, P.A.S. **Effects of graphite nodules on crack growth behavior of austempered ductile iron**. Materials Science and Engineering. V.445-446, p. 374-385. September 2006.

TANAKA, Y.; KAGE, H. **Development and application of austempered spheroidal graphite cast iron**. Materials transactions. V.33, p. 543-557, January 1992.

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. V.382, p. 265-279. April 2004.

YESCAS, M.A.; BHADESHIA, H.K.D.H. **Model for the maximum fraction of retained austenite in Austempered Ductile cast iron.** MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING, p. 60-66, aug 2001.