UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA PROGRAMA DE POS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DOS MATERIAIS

Clarissa Lussoli Lopes

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA MICROESTRUTURA NA CINÉTICA DE AUSTENITIZAÇÃO NA ZONA CRÍTICA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE FERROS NODULARES AUSTEMPERADOS DUAIS

Tese submetida ao Programa de Pósgraduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do grau de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Pedro A. N. Bernardini Co-orientador: Prof. Dr. Wilson Luiz Guesser

Florianópolis

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

```
Lopes, Clarissa Lussoli
 Estudo da influência da microestrutura na cinética de
 austenitização na zona crítica e propriedades mecânicas de
 ferros nodulares austemperados duais / Clarissa Lussoli
 Lopes ; orientador, Pedro Amedeo Nannetti Bernardini ;
 coorientador, Wilson Luiz Guesser. - Florianópolis, SC,
 2014.
 194 p.
 Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa
 Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em
 Ciência e Engenharia de Materiais.
 Inclui referências
 1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. ADI dual. 3.
 Austenitização na zona crítica. 4. Cinética de
 austenitização. I. Bernardini, Pedro Amedeo Nannetti. II.
 Guesser, Wilson Luiz. III. Universidade Federal de Santa
 Catarina. Programa de Pós-Graduação em Clência e Engenharia
 de Materiais. IV. Título.
```

Clarissa Lussoli Lopes

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA MICROESTRUTURA NA CINÉTICA DE AUSTENITIZAÇÃO NA ZONA CRÍTICA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE FERROS NODULARES AUSTEMPERADOS DUAIS

Esta Tese foi julgada adequada para obtenção do Título de Doutor, e aprovada em sua forma final pelo Programa de de Pósgraduação em Ciência e Engenharia dos Materiais.

Florianópolis, 05 de Dezembro de 2014. Prof. Dr. Antônio Pedro Novaes de Oliveira Coordenador do Programa Prof. Dr. Pedro Amedeo Prof. Dr. Wilson Luiz uesser Nannetti Bernardini Co-orientador - Fundação Tupy Orientador - UFSC **Banca Examinadora:** Prof. Dr. Andre Ronaldo Froehlich Prof. Dr. Kassim Shamil Fadhil Al UFRGS Rubaie - UNISOCIESC Prof. Dr. Carlos Augusto Silva de Prof. Dr. Carlos Enrique Niño Oliveira - UFSC Bohorquez - UFSC Prof. Dr. João Batista Rodrigues

Neto - UFSC

Aos meus pais, irmãos e esposo por apoiarem minha decisão, na qual me fiz ausente por muitas vezes.

AGRADECIMENTOS

Todo trabalho é desenvolvido com a colaboração e dedicação de muitos. Este trabalho jamais se finalizaria sem a colaboração de pessoas e instituições das quais tenho profundo agradecimento, em especial:

Meu orientador <u>*Pedro Amedeo Nannetti Bernardini*</u>, pelo apoio, compreensão e paciência durante toda a nossa caminhada.

Meu co orientador *Wilson Luiz Guesser*, pela sugestão do tema e ajuda na discussão dos resultados.

O <u>*CNPq*</u> (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico), o qual concedeu a bolsa de estudo que viabilizou minha estadia por 4 anos em Florianópolis-SC.

À toda equipe do tratamento térmico e fundição da Unisociesc, em especial o *Durval Böge e Luiz Boeing* pela fusão e tratamentos térmicos.

O <u>Geraldo Pereira</u> do laboratório de ensaios mecânicos da Fundição Tupy, quem realizou os ensaios mecânicos.

O José Francisco da Silva Filho, Juliovany Drumond, Gelson Luiz Beltrame da AcelorMital, obrigada pelas imagens de MEV.

O <u>Edson Basto</u>, por ceder o laboratório de ensaios mecânicos da UFSC para a realização das microdurezas.

O *Ivens Wagner de Abreu Jr.* pela amizade, toda a ajuda ao longo dos 4 anos e pelas palavras de apoio e incentivo.

A minha amiga <u>Greice Scarduelli</u>, obrigada pelo seu companheirismo, mesmo estando longe.

"O verdadeiro sábio é aquele que faz perguntas, e não aquele que sabe todas as respostas"

(Christian Barbosa)

RESUMO

Esta tese foi dividida em duas etapas. Na primeira etapa foram investigados aspectos sobre a cinética de austenitização na zona crítica de ferros nodulares com diferentes matrizes iniciais (bruta de fundição, austenítica, martensítica, perlítica, ausferrítica e ferrítica). Na segunda etapa foram apresentados dados referentes as propriedades mecânicas de ADI duais. proveniente das matrizes inic iais citadas acima. Primeiramente, foram obtidas e caracterizadas as amostras com as matrizes iniciais e foi realizada a escolha a temperatura de austenitização na zona crítica, 795°C. Esta temperatura foi determinada por método experimental e utilizando amostra inicialmente ferrítica. Para compreender a cinética de transformação, um primeiro grupo de amostras (com diferentes microestruturas iniciais) foi submetido tratamento isotérmico de austenitização na zona crítica, após diferentes tempos de austenitização as amostras foram resfriadas em água a temperatura ambiente. Todas as amostras desta etapa passaram por quantificação de fases, medidas de dureza e microdureza. Para a coleta de dados referentes a propriedades mecânicas, um segundo grupo de amostras (já usinadas e também com diferentes microestruturas iniciais) foi submetido a tratamento isotérmico de austenitização na zona crítica, em banho de sal, seguido de austêmpera a 350°C por 2h. Na primeira etapa do trabalho as amostras com matrizes iniciais bruta de fundição, austenítica e martensítica apresentaram cinética de transformações (para martensita) muito lentas. No entanto, na segunda etapa do trabalho, para as mesmas amostras iniciais (bruta de fundição e martensíticas), este comportamento foi mais rápido. Foi possível identificar, a presenca de grafitas secundárias algumas microestruturas resultantes deste trabalho, além de em carbonetos não dissolvidos, mesmo após 12h de tratamento isotérmico. Amostras inicialmente ausferrítica e martensítica, na segunda etapa do trabalho, apresentaram melhor distribuição/homogeneização das fases (ferrita e ausferrita) na microestrutura final. As amostras inicialmente martensíticas e ausferríticas foram as que apresentaram valores de propriedades mecânicas superiores aos requisitados pela norma ASTM A897. Na presente tese, foi possível observar como ADI duais são extremamente sensíveis a temperatura e ao meio de tratamento térmico, causando variações na cinética de transformação, fração volumétrica de ferrita que consequentemente influência nos valores referentes as propriedades mecânicas.

Palavras chaves: ADI dual, austenitização na zona crítica, cinética de austenitização

ABSTRACT

This thesis has been divided into two steps. In the first stage aspects of the kinetics of austenitization were investigated in intercritical zone of ductile iron with different initial matrices (as casting, austenitic, martensitic, pearlitic, ferritic and ausferritic). In the second stage datas were submitted the mechanical properties of ADI dual, from the initial matrices mentioned above. Fist, were obtained and characterized the samples with the initial matrices. After, the choice was made to austenitization temperature in the critical zone, 795 ° C. This temperature was determined by experimental method and using initially ferritic sample. For the understanding of the kinetics of transformation a first group of samples (with different initial microstructure) was submitted to isothermal treatment in the intercritical zone austenitization followed (after different times), water quenching to room temperature. All samples have been had the measures of phase, hardness and microhardness. A second group of samples (machined and with different initial microstructures) was submitted to isothermal treatment in the intercritical zone in salt bath followed by austempering at 350 °C for 2 h to collect data for mechanical properties. In the first stage of this work, as casting, austenitic and martensitic initially samples exhibited kinetics of transformations (to martensite) very slow. However, in the second stage, for the same initial samples (as casting and martensitic), this behavior was different. It was possible to identify the presence of secondary graphite in some microstructures resulting from this work, and undissolved carbides, even after 12h of isothermal treatment. In the second stage of this work, samples ausferritics and martensitics initially showed better distribution/homogenization of the phases ferrite and ausferrite in the final microstructure. The martensitic and ausferríticas initially samples showed the superior values of the mechanical properties required by ASTM A897. In this thesis, it was possible to observe how the ADI dual are extremely sensitive to temperature and to kind of the heat treatment, causing variations in the kinetics of transformation, ferrite volume fraction that consequently influences the mechanical properties values.

Key words: ADI dual, intercritical austenitising, kinectics austenitising.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1: Microestruturas típicas de ferro nodular austemperados. (a) Figura 3.2: Faixa de propriedades das famílias dos Ferros Nodulares. Adap (TRUDEL e GAGNÉ, 1997) (DRUSCHITZ e FITZGERALD, Figura 3.3: Algumas pecas produzidas em ADI e ADI dual. 1 componentes de suspensão e virabrequim, 2 - virabrequim de compressor (primeira aplicação do ADI), 3 - componente interno do contador de velocidade, 4 - suporte multifunção. (DRUSCHITZ e FITZGERALD, Figura 3.4: Influência da microestrutura e qualidade do material nas Figura 3.5: Ilustração esquemática do diagrama de equilíbrio (a) e diagrama TTT (b) adp e complementado de (AMRAN, KATSMAN, Figura 3.6: Energia de Gibbs para as diversas fases em ferro fundido na temperatura de austêmpera (BERNARDINI, Pedro A. N., 2012)....... 43 Figura 3.7: Sequência de transformação ao longo do patamar de Figura 3.8: Teor de carbono na austenita para diferentes temperaturas de austenitização de um ferro fundido não ligado (OGI, JIN, LOPER Jr., Figura 3.9: Influência da composição química no teor de C da austenita adp. (DARWISH e ELLIOT, 1993); (MEI e COSTA E SILVA, 2006); Figura 3.10: Efeito do tempo de austenitização em temperatura de 900°C na quantidade de austenita (martensita) e na microdureza de uma amostra inicialmente ferrítica (OGI, JIN, LOPER Jr., 1988)......50 Figura 3.11: Efeito do tempo e da temperatura de austenitização na fração volumétrica de martensita (a) e na microdureza da martensita (b). Amostras inicialmente bruta de fundição, ligadas com Cu. (DARWISH e Figura 3.12: Efeito do tempo e da temperatura de austenitização na taxa de transformação da austenita em matriz inicialmente ferrítica Figura 3.13: Influência da temperatura no tamanho de grão austenítico Figura 3.14: Efeito do tempo de austenitização e da microestrutura inicial na microdureza da martensita (OGI, JIN, LOPER Jr., 1988)......54

Figura 3.15: Curvas de saturação de carbono na austenita com o tempo, temperatura e diâmetro dos nódulos de grafita (HERFURT, 2003)55 Figura 3.16: Efeito da temperatura de austenitização na microestrutura de ADI, (a) austenitizado a 871°C por 2h e (b) austenitizado a 982°C por 2h. austemperados a 302°C por 2h. Ampliação 1000x Ambos Figura 3.17: Influência da temperatura de austenitização na (a) fração volumétrica e (b) teor de carbono da austenita da ausferrita Figura 3.18: Efeito da temperatura de austenitização nas propriedades mecânicas de ADI não ligado, (PUTATUNDA, GADICHERLA, 1999) Figura 3.19: Zona crítica estável e Metaestável (OKUMOTO, HASEGAWA, TANIKAWA, 1978)61 Figura 3.20: Região de coexistência de austenita + ferrita + grafita, obtida com amostras a partir de patamar isotérmico de austenitização prévia seguida de tratamento isotérmico na zona crítica por 4h, HUMMER e Figura 3.21: Relação da fração volumétrica de austenita x temperatura de austenitização para amostras inicialmente ferríticas austenitizadas por Figura 3.22: Relação da fração volumétrica de austenita x temperatura de austenitização para diferentes autores (diferentes tempos, microestrutura inicial e composição). Santos, Franco, Sikora e Erdogam desconsideraram a fração volumétrica de grafita, enquanto Ramirez e Lopes consideraram Figura 3.23: Percentual de ferrita proeutetóide obtida em diferentes tempos e temperaturas de austenitização para amostras com matriz inicialmente ferrítica austenitizada diretamente na zona crítica. Figura 3.24: Percentual de ferrita obtida em diferentes temperaturas para diferentes tempos de austenitização. Amostras com matriz inicialmente ferrítica. Os autores (SIKORA, BASSO, MARTÍNEZ, 2007) e (ERDOGAN e KILICLI, 2008) desconsideraram a grafita na contagem Figura 3.25: Diagrama TTT para ferro fundido nodular com matriz ferrítica (a) e perlítica (b) para transformação isotérmica (HERFURT, Figura 3.26: Percentual de ferrita na microestrutura em função do tempo de austenitização em 770°C, para amostras austenitizadas adp. (SIKORA,

Figura 3.27: Relação da fração volumétrica de austenita x temperatura de austenitização para diferentes autores (diferentes tempos, microestrutura
inicial e composição)71
Figura 3.28: Influência da microestrutura inicial na (a) fração volumétrica
de ferrita e (b) teor de carbono da austenita da ausferrita. Amostras
austenitizadas por 20mim e austemperadas a 365°C por 120mim. Adap.
(ERDOGAN e KILICLI, 2008)
Figura 3.29: Influência de Cu, Ni e Si e da temperatura de austenitização
no número de nódulos precipitados de grafita secundária (ASKELAND e
FARINEZ, 1979)
Figura 3.30: Influência da temperatura de austenitização, por 20min, no
teor de carbono da austenita da ausferrita após austêmpera a
360°C/120min (ERDOGAN, KILICLI, DEMIR, 2006)
Figura 3.31: Influência da temperatura de austenitização, por 20min, na
fração volumétrica de austenita da ausferrita após austêmpera a
365°C/120min (ERDOGAN e KILICLI, 2008)
Figura 3.32: Influência da temperatura de austenitização no (a) limite de
resistência. (b) limite de escoamento. (c) alongamento e (d) a dureza em
função da fração volumétrica de ferrita. Amostras austenitizadas na zona
crítica seguidas de austêmpera a 365°C (ERDOGAN e KILICLI, 2006).
360°C (LOPES 2009) (SANTOS 2010) e (HAYRYNEN e KEOUGH
2007)
Figura 3.33: Influência da fração volumétrica de ausferrita e tempo de
austenitização na zona crítica nas propriedades mecânicas de ADI dual.
Figura 3.34: Influência da microestrutura inicial nas propriedades
mecânicas de ADI dual, com matriz inicialmente ferrítico e martensítico
austenitizado por 20mim e austemperados a 365°C por 120min. Adap.
(ERDOGAN e KILICLI, 2008)
Figura 3.35: Alongamento versus limite de resistência para diferentes
classes de ferro nodular
Figura 3.36: Influência da temperatura de austêmpera, temperatura de
austenitização e composição no diâmetro crítico para a não formação de
perlita adp. de (DARWISH e ELLIOT, 1993)
Figura 3.37: Influência da quantidade de Cu, Ni e Mo no diâmetro
máximo para a não formação de perlita, (DORAZIL, 1986)
Figura 3.38: (a) Influência do manganês na formação da austenita
intercelular (b) Efeito do manganês no tempo de austêmpera para evitar a
formação de martensita [TRUDEL e GAGNÉ, 1997]

Figura 3.39: Janela de processo para distintas temperaturas de austêmpera em ferro nodular de baixo Mn e 0,33% Cu, adp. (DARWISH e ELLIOT, Figura 3.40: Janela de Processo para materiais austenitizados a 870, 900 e 950°C. (BAHMANI, ELLIOTT, VARAHRAM, 1997)......91 Figura 3.41: Influência do teor de Mn na Janela de Processo de um ferro nodular com 3,6% C, 2,5% Si, 0,25% Mo, 0,25% Cu [BAYATI e ELLIOT, Figura 3.42: Comportamento da posição da janela de processo em função do teor de Cu e Ni de um ferro fundido. (DARWISH e ELLIOT, 1993) Figura 3.43: Influência da temperatura de austêmpera no e teor de carbono e na fração volumétrica da austenita retida na ausferrita (respectivamente), adap. (DARWISH, ELLIOT, HAMID, UZLOV, 1994), (RUNDMAN, Figura 3.44: Ausferrita superior (350°C) e ausferrita inferior (300°C). Austenitizadas a 860°C/1h e austemperadas por 1,5h (SIKORA, BASSO, Figura 3.45: Influência do tempo (a) na fração volumétrica da austenita e (b) no teor de carbono da austenita da ausferrita, adap. (DARWISH e Figura 3.46: Influência da temperatura de austêmpera no tamanho do grão de ferrita, adap. (PUTATUNDA e YANG, 2004)......98 Figura 3.47: Influência da temperatura de austenitização no tamanho do grão de ferrita da ausferrita para ADI ligado com Cu e Cu-Ni, austêmpera Figura 3.48: Influência da temperatura de austêmpera nas propriedades mecânicas de ADI ligado com Cu e Ni, austenitizado a 900°C/120 min e austemperado por 4h (DARWISH e ELLIOT, 1993).100 Figura 3.49: Influência do tempo de austêmpera nas propriedades mecânicas de ADI, adap. (BAHMANI, ELLIOTT, VARAHRAM, 1997) Figura 3.50: Influência da fração volumetria de austenita retida no impacto de amostras austemperadas a 300 e 370°C por vários tempos, adap. (DARWISH, ELLIOT, HAMID, UZLOV, 1994)102 Figura 4.1: Dimensões do bloco Y, segundo norma ASTM A897M...104 Figura 4.2: Dimensões dos corpos de prova do ensaio de tração [NBR6916].....106 Figura 4.3: Ciclos de tratamentos térmicos para obtenção de distintas

Figura 4.4: (a) Esquema da parte do diagrama Fe-C-Si, identificando fases presentes; (b) ciclos de tratamento isotérmico utilizado para determinar a temperatura que proporciona aproximadamente 30% de ferrita...... 110 Figura 4.5: Esquema da disposição das amostras na caixa de metal dentro Figura 4.6: Esquema dos ciclos isotérmicos de austenitização dentro da Figura 4.7: Esquema dos ciclos de tratamento para amostras inicialmente Figura 4.8: Esquema da posição das amostras no forno de banho de sal Figura 5.1: Microestruturas da amostra brutas de fundição, a) amostra sem ataque químico – evidenciando as grafitas; b) amostra com ataque Figura 5.2: Microestruturas iniciais das amostras; (a) Ferrítica, (b) Figura 5.3: Difratograma da amostra inicialmente martensítica. A figura menor representa os picos (202) e (220) com maior tempo de varredura. Figura 5.4: Difratograma da amostra inicialmente ausferrítica Figura 5.5: Matriz inicialmente perlítica com medidas interlamelares de Figura 5.6: Amostra inicialmente ferrítica austenitizada na zona crítica à 795°C por 6h e resfriada em água. G – grafita, F – ferrita, M – martensita. Figura 5.7: Amostra inicialmente bruta de fundição austenitizada na zona crítica a 795°C por 0,5, 2, 4, 6, 8 e 12h e resfriadas em água. G – grafita, P – perlita, F – ferrita e M - martensita, ataque: Nital 2%...... 124 Figura 5.8: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita, dureza e microdureza da matriz para amostras BFT795...... 125 Figura 5.9: Amostra inicialmente austenítica austenitizada na zona crítica a 795°C por 2, 4, 6, 8 e 12h e resfriadas em água. M – martensita, G – Figura 5.10: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita, dureza e microdureza da matriz para amostras AT795...... 128 Figura 5.11: Microestruturas obtidas em austenitização na zona crítica a 795°C por 0,5, 2, 4, 6, 8 e 12h temperadas em água. G_2 – grafita secundária, M – martensita, Mi – martensita inicial e F – ferrita. Amostra inicialmente martensíticas, ataque: Nital 2%...... 129

Figura 5.12: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita, dureza e microdureza para amostras MT795.....130 Figura 5.13: Microestruturas mostrando grafitização secundária obtidas em amostra inicialmente martensítica austenitizada na zona crítica a 795°C por 12h seguida de resfriamento em água, ataque: Nital 2%....131 Figura 5.14: Amostra inicialmente perlítica austenitizada na zona crítica a 795°C por 2, 4, 6, 8 e 12h seguida de resfriamento em água, ataque: Figura 5.15: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita, dureza e microdureza para amostras PT795.....133 Figura 5.16: Aglomerados de carbonetos da perlita esferoidizados e martensita nos contornos de grão da ferrita. C – carboneto, M – martensita. Amostra PT795 2h, ataque: Nital 2%......134 Figura 5.17: Carbonetos não dissolvidos no interior da martensita. F ferrita, M – martensita, G – grafita e C – carboneto. Amostra PT795_12h, Figura 5.18: Microestruturas obtidas em austenitização na zona crítica a 795°C por 2, 4, 6, 8 e 12h resfriadas em água. Amostra inicialmente Figura 5.19: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita, dureza e microdureza para amostras BT795......137 Figura 5.20: Amostra inicialmente ferrítica austenitizada na zona crítica a 795°C por 2, 4, 6, 8 e 12h e resfriadas em água. M – martensita, F – ferrita, Figura 5.21: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita, dureza e microdureza para amostras FT795.....139 Figura 5.22: Frações volumétricas de ferrita em função do tempo de austenitização na zona crítica para diferentes matrizes iniciais. Amostras seguidas de resfriamento em água.....140 Figura 5.23: Dureza em função do tempo para as amostras resfriadas em Figura 5.24: Microdureza da martensita em função do tempo para as amostras temperadas da zona crítica com diferentes matrizes iniciais. Amostras seguidas de têmpera.....143 Figura 5.25: Tendências da microdureza da martensita em função do tempo de austenitização zona crítica com diferentes matrizes iniciais. Amostras seguidas de têmpera.....144 Figura 5.26: Microestruturas iniciais das amostras para propriedade mecânica; a) Ferrítica, b) perlítica, c) ausferrítica, d) martensítica, e) bruta de fundição. F – ferrita, P – perlita, A – austenita, M – martensita, ataque:

Figura 5.27: Difratograma da amostra para propriedade mecânica inicialmente martensítica (A) e inicialmente ausferrítica, representando o Figura 5.28: Mostra a matriz inicialmente bruta de fundição após austenitização à 795°C por 2, 6 e 12h e austêmpera a 350°C por 2h. Figura 5.29: Microestruturas obtidas em austenitização na zona crítica a 795°C por 2 e austêmpera a 350°C por 2h. Amostra inicialmente bruta de fusão, ataque: Nital 2%...... 151 Figura 5.30: Presenca de grafita secundária na interface grafita/ferrita para Figura 5.31: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita para Figura 5.32: Influência do tempo e fração volumétrica de ferrita nas propriedades mecânicas para amostras BFA795. 154 Figura 5.33: Mostra a matriz inicialmente martensítica após austenitização à 795°C por 2, 6 e 12h e austêmpera a 350°C por 2h. Figura 5.34: Microestruturas obtidas em austenitização na zona crítica a 795°C seguidas de austêmpera a 350°C por 2h. Amostras (a) MA_2h e (b) Figura 5.35: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita para as amostras MA795, MT795, 2MT795 e dureza para amostra MA795. . 158 Figura 5.36: Influência do tempo e fração volumétrica de ferrita nas Figura 5.37: Mostra a matriz inicialmente perlítica após austenitização à 795°C por 2, 6 e 12h e austêmpera a 350°C por 2h. Ataque: Nital 2%. Figura 5.38: Microestruturas obtidas da austenitização na zona crítica a 795°C por 2 e austêmpera a 350°C por 2h. Amostra inicialmente perlítica com a presenca de placas de carbonetos, ataque: Nital 2%...... 162 Figura 5.39: Microestruturas obtidas em austenitização na zona crítica a 795°C por 12 e austêmpera a 350°C por 2h. Amostra inicialmente perlítica, mostrando poucos carbonetos esferoidizados, ataque: Nital 2%. 163 Figura 5.40: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita para as amostras PA795, PT795, 2PT795 e dureza para amostra PA795...... 163 Figura 5.41: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita e dureza para amostras PA795.....165 Figura 5.42: Identificação de carbonetos em placas na amostra

Figura 5.43: Mostra a matriz inicialmente ausferrítica após austenitização à 795°C por 2, 6 e 12h e austêmpera a 350°C por 2h. Ataque: Nital 2%. Figura 5.44: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita para as amostras BA795, BT795, 2BT795 e dureza para amostra BA795.....168 Figura 5.45: Influência do tempo e fração volumétrica de ferrita nas propriedades mecânicas para amostras BA795......169 Figura 5.46: Mostra a matriz inicialmente ferrítica após ser austenitizada à 795°C por 2, 6 e 12h e austêmpera a 350°C por 2h. Ataque: Nital 2%. Figura 5.47: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita para as amostras FA795, FT795, 2FT795, (LOPES, 2009) e dureza para amostra Figura 5.48: Influência do tempo e fração volumétrica de ferrita nas propriedades mecânicas para amostras FA795 e dados de (LOPES, 2009). Figura 5.49: Fração volumétrica de ferrita proeutetóide em função do tempo de austenitização na zona crítica para diferentes matrizes iniciais. Figura 5.50: Dureza em função do tempo de austenitização na zona crítica com diferentes matrizes iniciais. Amostras seguidas austêmpera......174 Figura 5.51: Alongamento em função do tempo de austenitização na zona crítica para diferentes microestruturas iniciais. Amostras seguidas de Figura 5.52: Limite de resistência em função do tempo de austenitização na zona crítica para diferentes microestruturas iniciais. Amostras seguidas de austêmpera......176 Figura 5.53: Limite de resistência em função do alongamento para microestruturas iniciais. Amostras seguidas de austêmpera......177

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1: Composição química usualmente utilizada para produção de
Tabela 3.2: Normas técnicas da ISO SAE e ASTM para ADI e ADI dual
(Limite resistência MPa, limite de escoamento MPa, Alongamento %).
Tabela 4.1: Parâmetros e técnicas de caracterização para amostras
fundidas 105
Tabela 4.2: Usinagem das amostras 105
Tabela 4.3: Parâmetros e técnicas de caracterização para amostras iniciais 108
Tabela 4.4: Parâmetros e técnicas de caracterização utilizados em
amostras tratadas isotermicamente na zona crítica seguida de resfriamento
em água
Tabela 4.5: Parâmetros e técnicas de caracterização mecânica para
amostras austemperada 115
Tabela 5.1: Composição química do material fundido e temperaturas
limites da zona crítica (Tsup e Tinf) 116
Tabela 5.2: Caracterização da amostra bruta de fundição 117
Tabela 5.3: Caracterização das amostras iniciais para estudo da cinética
Tabela 5.4: Caracterização das amostras iniciais para o estudo de
austêmpera147

LISTA DE SÍMBULOS

- γ Austenita
- G Grafita
- $\alpha Ferrita$
- T_{sup} Temperatura superior da zona crítica
- Tinf Temperatura inferior da zona crítica
- γ_{ac} Austenita rica/saturada em carbono
- $C^{\circ}\gamma$ Teor de carbono na austenita
- T_{γ} Temperatura de austenitização
- D_c Diâmetro crítico da peça
- ΔG Variação de energia livre
- λ Comprimento de onda de raios-X
- d Distância dos planos atômicos
- θ orientação/ângulo dos planos em ralação ao feixe
- $a \in c$ parâmetros de rede (Å)
- $h, k \in l$ Índices de Muller

SUMÁRIO

1	INT	rodu	ļÇÃO	31
2	OB	JETIVO)S	34
	2.1	OBJET	VO GERAL	34
	2.2	OBJET	VOS ESPECÍFICOS	34
3	RE	VISÃO	BIBLIOGRÁFICA	34
	31	CARAC	TERÍSTICAS DOS FERROS NODULARES AUSTEMPERADOS	34
	3.1	1.1	Composição	34
	3.1	.2	Microestrutura	
	3.1	.3	Pronriedades	
	3.1	.4	Aplicações do Ferro Nodular Austemperado	
	3.1	.5	Ciclo Básico de Obtencão	
	3.1	.6	Transformação na Austêmpera e Ausferrita	43
	3.2	ETAPA	DE AUSTENITIZAÇÃO - CAMPO AUSTENÍTICO	
	3.2	2.1	Influência da Temperatura e Composicão Química	
	-	3.2.1.1	Na solubilidade do carbono na austenita	47
		3.2.1.2	No tempo para a tingir o equilíbrio	50
		3.2.1.3	No tamanho de grão aus tenítico	53
	3.2	2.2	nfluência da Microestrutura Inicial	53
		3.2.2.1	Influência da matriz no tempo para atingir o equilíbrio	54
		3.2.2.2	Influência do tamanho dos nódulos de grafita no tempo	para
		a tingi r	o equilíbri o	54
	3.2	2.3	'nfluência na Microestrutura Austemperada e Propriedad 55	es.
		3.2.3.1	Influência no tamanho de colônia ausferrítica	55
		3.2.3.2	Influência na fração volumétrica e no teor de carbono da	а
		austen	ta da ausferrita	56
		3.2.3.3	Influência nas proprieda des mecânicas	57
	3.2	2.4	Outras Influên cias	59
	3.2	2.5	Síntese das Influências	59
	3.3	AUSTE	NITIZAÇÃO NAZONA CRÍTICA (ADI DUAL)	61
	3.3	8.1	Zona Crítica Estável x Metaestável	61
	3.3	8.2	nfluência da Composição Química nos Limites de	
	Ter	mp era i	tura	62
	3.3	8.3	Influência da Temperatura	64
		3.3.3.1	Na fração volumétrica de austenita	64
		3.3.3.2	Na solubilidade do carbono na austenita	65
		3.3.3.3	No tempo para atingir o equilíbrio na zona crítica	66

3.3.4 Infl	luência da Microestrutura Inicial	68				
3.3.4.1	Grafitização se cundária	73				
3.3.5 Infl	luência na Microestrutura Austemperada	75				
3.3.5.1	Na fração volumétrica de ferrita e ausferrita	75				
3.3.5.2	No teor de carbono da austenita da ausferrita	75				
3.3.5.3	Na fração volumétrica de ferrita e austenita da aus	ferrita76				
3.3.6 Infl	luência nas Propriedades Mecânicas Após Austên	npera. 77				
3.3.6.1	Efeito da temperatura de austenitização na zona c	ríti ca 77				
3.3.6.2	Efeito do tempo de austenitização na zona crítica .	80				
3.3.6.3	Efeito da microestrutura inicial					
3.3.6.4	Outros dados da literatura	83				
3.3.7 Sín	tese das Influências	83				
3.4 ETAPA DE	E AUSTÊMPERA	86				
3.4.1 Vel	ocidade de Resfriamento e Austemperabilidade .	86				
3.4.2 Infl	luência da Temperatura					
3.4.2.1	No tempo para ocorrer os estágios de austêmpera	e a ja nela				
de proces	sso 90					
3.4.2.2	Na fração volumétrica e no teor de carbono da au	stenita da				
ausferrita	93					
3.4.2.3	Na formação de ausfernta supenor e ausfernta infe	enor95				
3.4.3 Infl	luência do Tempo					
3.4.4 Infl	luência nas Propriedades					
3.4.4.1	Influência da temperatura					
3.4.4.2	Influência do tempo					
3.4.4.3	Influência da fração volumetrica de austenita retid	a 102				
3.4.5 Sín	tese das Influências					
4 PROCEDIME	EN TO EXPERIMEN TAL	104				
4.1 FUSÃO D	A LIGA					
4.2 OBTENCÁ	ÃO DAS AMOSTRAS INICIAIS					
421 Tra	ta mentos Térmicos	106				
4.2.1 Ma 4.2.2 Ca	racterização das Amostras Iniciais	108				
4.2.2 CU	ΟΕ ΔΗ ΣΤΕΝΙΤΙΖΑΓÃΟ ΝΑ ΖΟΝΑ ΓΡΙΤΙΓΑ	100				
4.5 CINETICA //3.1 Det	terminação da Temperatura na Zona Crítica que	Favorece				
4.J.1 Det	de Aprovimadamente 20% de Eerrita	100				
	de Aproximulariente 50% de Ferrita					
4.5.2 11u	ida de Tâmpere	110 110				
	INO DE TEMPETA.					
4.4 CARACIE	RIZAÇAU DAS PROPRIEDADES IVIECANICAS	114				
4.4.1 Rep	proaução aos Tratamentos Isotermicos Dentro do	izona				
Critica em B	anno ae Sai, Seguidos de Austempera Para Amos	tras de				
Ensaios Mec	cânicos	114				
4.4.1.1	Caracterização mecânica	115				

5 RESULTAD	OS E DISCUSSÃO	116
5.1 CARACT	FERIZAÇÃO DO MATERIAL BRUTO DE FUNDIÇÃO	116
5.2 CARACT	rerização das amostras iniciais	
5.3 ESTUDO	D DA CINÉTICA DE AUSTENITIZAÇÃO NA ZONA CRÍT	ICA PARA
AMOSTRASS	EGUIDAS DE RESFRIAMENTO EM ÁGUA	
5.3.1 T	emperatura Na Zona Crítica Oue Produziu 30% De	Ferrita
1	22	
5.3.2 C	aracterização das Amostras Austenitizadas a 795°	С сот
Variação a	le Tempo Seguidas de Resfriamento em Água	123
5.3.2.1	Matriz inicialmente bruta de fundição	123
5.3.2.2	Matriz inicialmente austenítica	126
5.3.2.3	Matriz inicialmente martensítica	128
5.3.2.4	Matriz inicialmente perlítica	131
5.3.2.5	Matriz inicialmente ausferrítica	135
5.3.2.6	Matriz inicialmente ferrítica	138
5.3.2.7	Fração volumétrica de ferrita proeutetói de	140
5.3.2.8	Dureza e Microdureza	142
5.4 ESTUDO) da cinética de austenitização na zona crít	ICA E
PROPRIEDAD	ES MECÂNICAS DAS AMOSTRAS AUSTEMPERADAS	145
5.4.1 C	aracterização das Amostras Iniciais	145
5.4.2 C	aracterização das Amostras Austemperadas	149
5.4.2.1	Matriz inicialmente bruta de fundição	149
5.4.2.2	Matriz inicialmente martensítica	155
5.4.2.3	Matriz inicialmente perlítica	160
5.4.2.4	Matriz inicialmente Ausferrítica	166
5.4.2.5	Matriz inicialmente ferrítica	170
5.4.2.6	Fração Volumétrica	173
5.4.3 P	ropriedades Mecânicas das Amostras Austempera	das174
CONCLUSÃO		179
SUGESTÃO PAR	A TRABALHOS FUTUROS	181
REFERÊNCIAS		182
ANEXOS		191

1 INTRODUÇÃO

O ferro fundido nodular é um importante material de engenharia e tem merecido contínuos desenvolvimentos, desde a sua descoberta em 1948. Melhorias nas tecnologias de fundição e novas derivações deste material vêm contribuindo para este progresso.

Podem-se citar alguns dos desenvolvimentos derivados do ferro fundido nodular e outros ferros fundidos como: ADI - Austempered Ductil Iron (o ferro fundido nodular é submetido a um tratamento isotérmico de austêmpera visando obter ausferrita); CADI - Carbide Austempered Ductile Iron (consiste em um ferro fundido nodular contendo placas de carbonetos que é subsequentemente austemperado); CAVI - Carbide Austempered Vermicular Iron (o mesmo que CADI, porém utiliza-se um ferro fundido vermicular com carbonetos); LADI -Layer Austempered Ductil Iron (a peça em ferro fundido nodular é austemperada apenas na superfície) e MADI - Machinable Ductil Iron, mais frequentemente denominado de ADI Dual (neste caso ferrítico/ausferrítico).

O ferro fundido ADI possui elevadas propriedades de resistência, comparáveis aos aços forjados, devido à matriz ausferrítica. Todavia o ADI possui baixa usinabilidade, o que levou ao desenvolvimento do ADI dual (inicialmente denominado de MADI).

O presente trabalho enfoca o ADI dual, cujo tratamento térmico consiste na austenitização em temperatura dentro da zona crítica, seguida de austêmpera (resfriamento rápido até uma temperatura acima da Ms e mantido durante certo tempo) para posterior resfriamento ao ar até a temperatura ambiente.

O objetivo do tratamento é obter uma microestrutura constituída de grafita, ausferrita (resultante da austêmpera) e ferrita (resultante da austenitização na zona crítica).

A presença da ferrita na microestrutura final é o fator que diferencia o ADI dual do ADI, permitindo maior usinabilidade (embora com menor resistência) do primeiro em relação ao segundo.

A zona crítica é a região do diagrama Fe-C-Si onde coexistem as fases ferrita, austenita e grafita.

A faixa de temperaturas da zona crítica depende da composição química do material, especialmente do Si. Este elemento aumenta a temperatura superior e inferior da zona crítica e a distância entre elas.

Quando o tempo de manutenção na zona crítica é suficientemente longo para atingir o equilíbrio das fases (ferrita, austenita e grafita), as quantidades de ferrita e austenita dependem apenas da temperatura de austenitização na zona crítica.

Ao se variar tal temperatura, variam-se as quantidades de ferrita e austenita, resultando em distintas microestruturas após a austêmpera e distintas propriedades mecânicas.

Por outro lado, quando o tempo de manutenção na zona crítica é insuficiente para atingir o equilíbrio das fases, além da ferrita e da ausferrita, haverá na matriz final (após austêmpera) resíduos das fases presentes no material antes do tratamento. Por exemplo, um material bruto de fundição geralmente contém perlita na estrutura que, se austenitizada por tempo insuficiente na zona crítica, resultará em carbonetos (da perlita) não dissolvidos após a austêmpera, influindo nas propriedades mecânicas.

Assim, pode-se obter ADI dual com distintas propriedades mecânicas mediante variação da temperatura de austenitização na zona crítica ou variação do tempo de patamar nesta temperatura.

Tanto o ADI dual quanto o ADI podem ser tratados para obter uma ampla faixa de resistência.

No caso do ADI, é de costume variar a temperatura de austêmpera para se obter variação da resistência, enquanto no ADI dual se costuma variar a temperatura de austenitização (dentro da zona crítica) para obter distintas resistências.

O ADI possui norma técnica que apresentam distintas classes, com distintos valores de resistência, e a literatura documenta quais as temperaturas de austêmpera se deve usar para obter uma determinada classe (uma determinada resistência).

Quanto ao ADI dual, este já possui norma técnica (ASTM A897M/2006), que contém uma única classe (750-500-11), o que indica que o material já é consolidado no mercado. No entanto, são poucas as informações técnicas disponíveis relativas aos parâmetros de tratamento térmico que devem ser utilizados para obtenção das propriedades da classe 750-500-11 especificadas pela Norma ASTM A897M/2006.

Há também divergências e ausências de informações na literatura tais como: 1) quanto ao tempo necessário de austenitização na zona crítica, variando de 20 mim a 7h; 2) não há dados relativos a cinética de austenitização na zona crítica para distintas microestruturas iniciais; 3) não há dados relativos as propriedades finais para um dado ciclo de tratamento isotérmico que não seja para microestruturas inicialmente ferríticas; 4) não apresenta resultados de propriedades mecânicas que atendessem aos valores estabelecidos pela norma de ADI dual; 5) não há discussões sobre reprodutibilidade para um ciclo de tratamento térmico. Assim, este trabalho tem por objetivo estudar a influência da microestrutura no estado inicial de um ferro fundido nodular na cinética de austenitização dentro da zona crítica e a influência das propriedades mecânicas após austêmpera.

A estratégia consiste em tratar amostras com distintas microestruturas iniciais, sob temperatura de patamar dentro da zona crítica, por distintos tempos de patamar seguido de resfriamento em água e caracterizar a evolução microestrutural ao longo do tempo para cada estado microestrutural inicial.

Adicionalmente foram realizados ensaios de tração e impacto em algumas amostras austemperadas a partir da zona crítica visando comparar a influência do estado inicial nas propriedades mecânicas

A revisão bibliográfica que segue visa documentar o atual estado da arte na literatura técnica disponível.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Estudar a influência da microestrutura no estado inicial de um ferro nodular na cinética de austenitização dentro da zona crítica e nas propriedades mecânicas após austêmpera.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Caracterizar as transformações das microestruturas iniciais após passarem por tratamento isotérmico na zona crítica seguido de têmpera e austêmpera.

Estudar o efeito da temperatura de austenitização nas propriedades mecânicas de ADI duais proveniente de diferentes microestruturas;

Determinar a melhor condição (temperatura de austenitização crítica e microestrutura inicial) na qual se obtém propriedades superiores as da norma técnica;

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 CARACTERÍSTICAS DOS FERROS NODULARES AUSTEMPERADOS

3.1.1 Composição

A Tabela 3.1 apresenta as composições químicas usualmente utilizadas para a produção do ferro nodular austemperado e utilizadas pelos autores que são citados no decorrer do trabalho.

Referências	С	Si	Mn	Cu	Ni	Mo	Р	S	Cr	Mg
(DARWISH e ELLIOT, 1993)	3,60	2,80	0,016	0,90	1,02	-	0,01	0,01	0,06	0,040
(OGI, JIN, LOPER Jr., 1988)	3,43	2,74	0,45	-	-	-	0,026	0,008	0,03	0,057
(LOPES, 2009)	3,35	2,64	0,28	0,61	0,91	0,17	0,062	0,012	0,038	0,053
(OKUMOTO, HASEGAWA, TANIKAWA, 1978)	3,57	2,72	0,38	0,08	-	-	0,046	0,008	0,055	0,036
(ERDOGAN, CERAH, KOCATEPE, 2005.)	3,50	2,63	0,318	0,05	0,04	0,04	-	-	0,03	0,047
(SANTOS, 2010)	3,5	2,8	0,17	0,63	1,0	0,21	0,063	0,009	0,053	0,055
(SIKORA, BOERI, GALARRETA, 1997)	3,20	2,70	0,98	0,91	-	-	0,04	0,013	-	0,035
(KOBAYASHI e YAMADA, 1996)	3,30	1,99	0,67	-	2,30	-	0,029	0,012	0,16	0,049
(HAYRYNEN e KEOUGH, 2007)	3,48	-	0,28	0,74	1,83	0,02	0,036	0,012	-	0,043
(RAMIREZ, 2009)	3,79	3,09	0,45	-	-	-	0,046	0,014	-	0,028
(RAMIREZ, 2009)	3,41	2,58	0,47	-	1,02	0,24	0,026	0,040	-	0,084
(SIKORA, MARTÍNZ, BASSO, 2011) - Liga 1	3,3	2,4	0,2	0,09	-	-	0,02	0,02	-	0,05
Liga 2	3,4	3,0	0,3	0,99	-	-	0,02	0,02	-	0,05
Liga 3	3,3	2,8	0,8	0,98	-	-	0,02	0,02	-	0,04
(HERFURT, 2003)	3,32	2,52	0,29				0,037	0,015		0,54

Tabela 3.1: Composição química usualmente utilizada para produção de ADI

A escolha da composição química é de fundamental importância, uma vez que os elementos de liga influenciam nas temperaturas e composições de transformação (linhas do diagrama de equilíbrio) e na austemperabilidade (capacidade de evitar formação de perlita no resfriamento de austêmpera).

Os elementos químicos C, Si e Mg e suas respectivas faixas de concentração ($\approx 3,65$ a 3,75; 1,5 a 2,7 e 0,03 a 0,04%) são tipicamente utilizados na produção de ferros fundidos nodulares, enquanto que o Cu, Ni, Mn e Mo são adicionados para aumentar a austemperabilidade do fundido, onde as quantidades são calculadas em função da espessura da peça a ser tratada termicamente. No entanto, Mn e Mo devem ser limitados a 0,3% para evitar segregação para contornos de células eutéticas, assim como P e S (0,03 e 0,01% respectivamente) para evitar formações de compostos fragilizantes. Observa-se que alguns dos autores apresentados na Tabela 3.1 não apresentam valores tipicamente utilizados.

3.1.2 Microestrutura

Os ferros nodulares austemperados podem apresentar diferentes microestruturas, duas delas estão na Figura 3.1.

O ADI - (Austempered Ductile Iron) é constituído de uma matriz totalmente ausferrítica e nódulos de grafita enquanto que o ADI dual apresenta uma matriz ausferrítica com ilhas de ferrita, e nódulos de grafita.



ADI (GUESSER, 2009) Figura 3.1: Microestruturas típicas de ferro nodular austemperados. (a) ADI – Ausferrítico e (b) ADI dual – Ausferrítico/ferrítico.
3.1.3 Propriedades

Tais materiais (ADI e ADI dual) possibilitam ampla faixa de propriedades, conforme Figura 3.2 e Tabela 3.2, nas quais estão apresentadas as normas técnicas dos respectivos.

Tabela	3.2: Normas	técnicas da	ISO, SAE e	ASTM par	ra ADI e	ADI	dual
(Limite	e resistência I	MPa, limite d	de es coament	to MPa, Alo	ngamento	0%).	

ISO 17804/2005	SAE J2477/2004	ASTM A897/2006
	750-500-11*	750-500-11*
800-500-10*		
900-600-08	900-650-09	900-650-09
1050-700-06	1050-750-07	1050-750-07
1200-850-03	1200-850-04	1200-850-04
1400-1100-01	1400-1100-02	1400-1100-02
	1600-1300-01	1600-1300-01

* Esta classe utiliza ADI dual.

Os números apresentados na Tabela 3.2 são referentes a valores de limite de resistência (primeiro número), limite de escoamento (segundo número) e alongamento (terceiro número).



Figura 3.2: Faixa de propriedades das famílias dos Ferros Nodulares. Adap (TRUDEL e GAGNÉ, 1997) (DRUS CHITZ e FITZGERALD, 2003) e (HAYRYNEN e KEOUGH, 2007)

Observa-se na Figura 3.2 que o ADI apresenta limite de resistência (e alongamento) superior a martensita e o ADI dual resistência semelhante porém com maiores valores de alongamento. Isso se deve ao fato de que, a ausferrita presente nos ADIs é composta de ferrita e austenita rica em carbono e, quando o material é submetido a esforços mecânicos, a austenita rica em carbono é transformada em martensita, resultando no fenômeno de endurecimento por deformação.

Quando comparado com materiais de equivalentes propriedades (por exemplo: aço forjado), o nodular austemperado possui densidade 10% menor devido à presença dos nódulos de grafita e apresenta vibrações capacidade de amortecimento de bem superior (aproximadamente 7 vezes), produzindo assim ruídos. menos KEOUGH, (HAYRYNEN, BRANDENBERG, 2002) e (ELLIOTT, 1997).

3.1.4 Aplicações do Ferro Nodular Austemperado

São inúmeras as aplicações de componentes em ADI. Podem ser citadas suas aplicações na indústria automotiva, como componentes de suspensão para carro-reboque, vários tipos de engrenagens, suportes de molas para caminhões, ganchos para reboque; na indústria ferroviária, como rodas para trens e vagões, eixos, sapatas de freio, componentes de bombas e compressores; e na agricultura, principalmente em componentes resistentes ao desgaste, como equipamentos de escavação, mineração, pontas de escavadeiras e rodas dentadas. Para utilizações envolvendo impacto, onde o material tradicional é o ferro nodular ferrítico, desenvolvem-se classes de ADI de alta tenacidade.

A maior gama potencial de aplicações do ADI com matriz dual está na indústria automotiva, como: virabrequim (que é submetido a esforço de fadiga e requer resistência) e componentes de suspensão (devido à elevada ductilidade do material). O ADI com matriz dual é adequado também para componentes com exigente tolerância dimensional e de elevado porte, que necessitam ser usinados após o tratamento de austêmpera (HAYRYNEN e KEOUGH, 2007); (DRUSCHITZ e FITZGERALD, 2003). Na Figura 3.3 apresentam-se imagens de peças produzidas em ADI e ADI dual.



Figura 3.3: Algumas peças produzidas em ADI e ADI dual. 1 – componentes de suspensão e virabrequim, 2 – virabrequim de compressor (primeira aplicação do ADI), 3 – componente interno do contador de velocidade, 4 – suporte multifunção. (DRUSCHITZ e FITZGERALD, 2003) e (KEOUGH, 2008).

3.1.5 Ciclo Básico de Obtenção

As propriedades finais de um ADI dependem tanto do tratamento térmico quanto da qualidade do material fundido (grau de nodularização, quantidade de nódulos por unidade de área, tamanho dos nódulos, nível de porosidade, nível de segregação e presença de carbonetos) tal como ilustrado na Figura 3.4.



Figura 3.4: Influência da microestrutura e qualidade do material nas propriedades mecânicas.

Na Figura 3.5 apresenta-se o diagrama de equilíbrio estável e o diagrama TTT - Tempo, Temperatura e Transformação para uma liga Fe-C-Si com 2,4% Si. Esta figura é importante para o entendimento dos conceitos levantados neste trabalho, e é citada várias vezes no decorrer do memo.



Figura 3.5: Ilustração esquemática do diagrama de equilíbrio (a) e diagrama TTT (b) adp e complementado de (AMRAN, KATSMAN, SCHAAF, BAMBERGER, 2010)

Na Figura 3.5 se constata que os ferros fundidos possuem uma **zona crítica** constituída de ferrita, austenita e grafita ($\alpha + \gamma + G$) que se situa aproximadamente entre 750 e 850°C no diagrama de equilíbrio (Figura 3.5a)), e uma região denominada **estágio I** e **janela de processo** na curva TTT (Figura 3.5b)) que inexiste nos aços de baixo Si.

Na Figura 3.5b apresentam-se dois ciclos de tratamentos de austêmpera, um para a produção de ADI e outro para ADI dual:

Ciclo de tratamento para ADI:

- Preaquecimento do material a 400 450°C por aproximadamente 1h (em forno mufla). Quando o material é austenitizado em banho de sal o preaquecimento é necessário para evitar que a temperatura do banho reduza ao se imergir as amostras. Se o material for austenitizado diretamente em forno mufla esta etapa não é necessária. Apenas recomenda-se proteger a superfície para evitar descarbonetação.
- 2) Austenitizar o material acima da temperatura T_{sup} (850 a 1000°C) mantendo-o isotermicamente por 1 à 2h (linha A-B,). Este tempo é necessário para que ocorra toda a transformação das fases, dissolução de elementos de liga e saturação de carbono para a austenita;
- Resfriar rápido para o patamar C-D (podendo estar entre 260 a 400°C) visando evitar formação de perlita durante o resfriamento
- 4) Manter o material isotermicamente (podendo ser de 0,5 a 3h) para correr as transformações de $\gamma \rightarrow \gamma_{ac} + \alpha$. O tempo de austêmpera depende também da temperatura de austenitização e da composição química
- 5) Resfriar ao ar até temperatura ambiente.

Para a obtenção de ADI dual seguem-se as mesmas etapas mencionadas acima para ADI. No entanto, a diferença na obtenção destes dois materiais está na 2° etapa (Austenitização). Para ADI dual o material deve ser austenitizado na zona crítica, ou seja, entre as temperaturas T_{inf} e T_{sup} (750 a 850°). A literatura relata tempo de manutenção na zona crítica variando desde 20mim a 7h (Figura 3.5b, linha E-F) indicando ser este um aspecto ainda não consolidado na literatura internacional.

3.1.6 Transformação na Austêmpera e Ausferrita

Ao se esfriar rapidamente um ferro fundido previamente austenitizado até a temperatura de austêmpera surgem algumas transformações ao longo do tempo durante o patamar de austêmpera, conforme indicam as Figura 3.5b, Figura 3.6 e Figura 3.7.

Nas Figura 3.6 e Figura 3.7 estão representados, respectivamente, o diagrama de energia livre de Gibbs para diversas fases em ferro fundido na temperatura de austêmpera e a evolução das fases ao longo do tempo na temperatura de austêmpera.

Considerando o sistema Fe-C-Si.

Na temperatura de austenitização (acima da zona crítica), a matriz em equilíbrio tem austenita (de composição do ponto "a" da Figura 3.5a e grafita. Ao se resfriar rapidamente até a temperatura de austêmpera, a austenita mantém este teor de carbono.

A Figura 3.6Figura 3.6 ilustra a posição das curvas de energia livre de Gibbs (G) para as diversas fases, na <u>temperatura de austêmpera</u>, em função do teor de carbono.

Note que a curva da cementita em material com silício tem posição mais elevada que em material sem silício.



Figura 3.6: Energia de Gibbs para as diversas fases em ferro fundido na temperatura de austêmpera (BERNARDINI, Pedro A. N., 2012).



Figura 3.7: Sequência de transformação ao longo do patamar de austêmpera (BERNARDINI, Pedro A. N., 2012).

Resfriando-se rapidamente até a temperatura de austêmpera, a austenita mantém o teor de carbono original (ponto "a" da Figura 3.5a e valor X2 da Figura 3.6), tornando-se instável, pois sua energia livre (ponto "a" da Figura 3.6) é mais alta que a da ferrita (ponto "b" da Figura 3.6).

Mantendo-se o material na temperatura de austêmpera, surge a possibilidade da austenita (ponto "a" da Figura 3.6) evoluir para 4 estados distintos, de menor energia livre, dados pelos pontos "b", "c", "d" e "e" da Figura 3.6, conforme abordado a seguir:

Precipitação de ferrita supersaturada em carbono / início do estágio I

Inicialmente ocorre a transformação de parte da austenita em ferrita (ponto "b") de mesma composição X2, portanto, supersaturada em carbono, conforme esquema da Figura 3.7B. Este início de precipitação da ferrita corresponde ao início do estágio I da austêmpera, conforme Figura 3.5b

Enriquecimento de carbono da austenita e perda de carbono da ferrita / estágio I

Prosseguindo, a ferrita supersaturada em carbono (ponto "b" da Figura 3.6), perde carbono para a austenita remanescente (Figura 3.7C) e o sistema atinge o equilíbrio dado pela tangente 1, resultando na coexistência entre ferrita (ponto "c", de composição X1) e austenita (ponto "d", de composição X3), e conforme Figura 3.7D. A austenita remanescente teve seu teor de carbono aumentado de X2 para X3 e a ferrita diminui o seu teor de carbono de X2 para X1, deixando de ser supersaturada.

A mistura ferrita e austenita (agora de alto carbono) constitui a **ausferrita**. Ao se atingir o equilíbrio dado pela tang 1, tem-se o final do estágio I (Figura 3.5b). No final deste estagio I, o teor de carbono da austenita é suficientemente elevado para que a temperatura Mi se situe abaixo da temperatura ambiente (Figura 3.5b), o que permite resfriamento ao ar sem transformação da austenita em martensita.

Janela de processo:

O cenário ilustrado na Figura 3.6 sugere que, uma vez atingido o equilíbrio dado pela tang 1 não seria possível haver formação de cementita em materiais de alto silício (curva tracejada de Fe_3C) e a próxima transformação seria a precipitação de grafita conforme a tang 3.

A literatura em ferro fundido não é clara quanto a tais fenômenos que ocorrem na janela de processo.

As transformações ao longo do tempo na temperatura de austêmpera ocorrem em condições de **paraequilíbrio** (difusão do carbono, mas não dos elementos substitucionais), implicando que na formação tanto da ferrita quanto da cementita deveriam herdar a mesma composição (de solutos substitucionais) da austenita original.

Portanto, a formação de cementita exige que esta tenha a mesma relação Fe/substitucional da austenita. No entanto, o silício (presente na austenita) não é solúvel na cementita, impedindo a formação da mesma, o que equivale a uma elevação da curva (curva tracejada do gráfico) em relação à cementita em material sem silício (curva cheia), como é o caso dos aços de baixo silício. Isto resulta que, a presença de silício retarda a precipitação de cementita, o que oportuniza o surgimento da janela de processo (Figura 3.5b), inexistente em aços de baixo silício.

Estima-se que, durante a janela de processo, esteja ocorrendo difusão (ainda que moderada devido ao paraequilíbrio) do silício presente

na austenita para a ferrita, o que oportuniza a precipitação de cementita na austenita e equivale ao rebaixamento da curva de energia livre da cementita (Figura 3.6).

Precipitação de cementita / formação de bainita / estágio II

Uma vez terminado o período da janela de processo, inicia-se a precipitação de cementita na austenita e esta austenita se transforma em ferrita, conforme Figura 3.7. E, atingindo o equilíbrio dado pela tang 2 e configurando o estágio II, tal como ocorre nos aços, formando-se **bainita**.

Esta bainita por conter maior fração de carbonetos que nos aços (devido ao maior teor de carbono dos ferros fundidos) é frágil, devendo ser evitada.

Costuma-se representar os estágios de austêmpera pelas equações abaixo.

Estágio (I) $\gamma \rightarrow \gamma_{ac} + \alpha$ (ausferrita)	Equação 3.1
Estágio (II) $\gamma_{ac} \rightarrow \alpha + carbonetos$ (bainita)	Equação 3.2

Formação de grafita.

Caso se prolongue a manutenção do tempo na temperatura de austêmpera, o sistema pode atingir o equilíbrio previsto pela tangente 3, onde a cementita se decompõe em ferrita e grafita.

Transformações na austêmpera a partir da zona crítica.

No caso de ADI dual, por ser austenitizado na temperatura dentro na zona crítica, a matriz possui ferrita e austenita. A austenita, durante a austêmpera, sofre as mesmas transformações descritas acima. O resultado final é que um ADI austenitizado dentro da zona crítica, após austêmpera até a janela de processo, resulta em matriz ausferrítica com ferrita, conforme ilustrado na Figura 3.1B.

Nos próximos capítulos são descritos, para cada etapa do tratamento de austêmpera (item 3.1.5), a influência da composição, microestrutura inicial, tempo e temperatura (em cada etapa) na microestrutura e propriedades finais do material (após tratamento de austêmpera).

3.2 ETAPA DE AUSTENITIZAÇÃO - CAMPO AUSTENÍTICO

As variáveis que influenciam na etapa de austenitização são a temperatura, composição química, tempo de patamar, e microestrutura inicial do ferro fundido, conforme descrito a seguir.

3.2.1 Influência da Temperatura e Composição Química.

3.2.1.1 Na solubilidade do carbono na austenita

Na austenitização de ferros fundidos, a concentração de carbono (em equilíbrio) na austenita é determinada pela linha de solubilidade destacada em azul na Figura 3.5a. Como previsto, ao diminuir a temperatura de austenitização a concentração de carbono na austenita também diminui. Para uma austenitização entre 850 e 950°C a concentração de carbono varia entre 0,6 e 1%, Figura 3.8.



Figura 3.8: Teor de carbono na austenita para diferentes temperaturas de austenitização de um ferro fundido não ligado (OGI, JIN, LOPER Jr., 1988).

Alguns elementos químicos com Cu, Ni e Mn não apresentam efeitos significativos sobre a solubilidade do carbono na austenita, conforme Figura 3.9a e Figura 3.9b. Os parâmetros mais relevantes na

solubilidade de carbono na austenita são: a temperatura de austenitização e o teor de Si da liga, conforme Figura 3.9c.





Figura 3.9: Influência da composição química no teor de C da austenita adp. (DARWISH e ELLIOT, 1993); (MEI e COSTA E SILVA, 2006); (LUSSOLI, 2003).

Existem equações que utilizam a temperatura de austenitização e a composição química como variáveis para determinar a concentração de carbono em equilíbrio na austenita. Estas equações são apresentadas abaixo, Voigt (1984) Apud (ERDOGAN e KILICLI, 2007) (eq. 2.1) e Neumann (1965) Apud (ERDOGAN e KILICLI, 2007) (eq. 2.2).

$$\begin{split} C^{\circ}\gamma &= (T\gamma / 420) - 0,17(\% \, \text{Si}) - 0,95 \\ C^{\circ}\gamma &= -0,435 + 0,335.10^{-3}T\gamma + 1,61.10^{-6}(T\gamma)^2 + 0,006(\% \, \text{Mn}) - 0,11(\% \, \text{Si}) - 0,07(\% \, \text{Ni}) + 0,014(\% \, \text{Cu}) - 0,3(\% \, \text{Mo}) \\ \end{split}$$

Dentre os elementos tipicamente usados em ADI (Cu, Ni, e Mo) e nas faixas tipicamente utilizadas (Tabela 3.1) o silício é o elemento que tende a ter maior efeito na solubilidade do carbono na austenita, sendo que a equação 3.3 é a mais frequentemente citada pela literatura. Em geral, para os valores típicos de Si e de temperatura de austenitização (geralmente limitada em 950° C), o teor de carbono na austenita oscila entre 0,6 e 1%C (Figura 3.8)

3.2.1.2 No tempo para atingir o equilíbrio

Durante a etapa de austenitização, é necessário certo tempo de patamar para que haja formação de 100% de austenita e para que esta atinja a saturação de carbono (item 3.2.1.1).

Técnicas experimentais típicas.

A transformação para austenita durante o patamar isotérmico de austenitização, pode ser monitorada mediante interrupção do tratamento (sob tempos distintos) seguido de têmpera. Posteriormente realiza-se análise microestrutural (microscopia ótica) e de dureza. A fração volumétrica de martensita obtida reflete a fração de austenita no momento da têmpera e a dureza da martensita reflete o teor de carbono nela dissolvido, conforme ilustra a Figura 3.10. Tanto a fração volumétrica de martensita (antiga austenita) quanto a dureza (teor de C na antiga austenita) evolui de modo similar até resultar num patamar onde se atingiu o equilíbrio.



Figura 3.10: Efeito do tempo de austenitização em temperatura de 900°C na quantidade de austenita (martensita) e na microdureza de uma amostra inicialmente ferrítica (OGL JIN, LOPER Jr., 1988).

Todavia, os tempos de patamar de austenitização, para obter uma matriz com 100% de austenita, são distintos e menores do que o tempo para saturar de carbono a austenita (maximize a dureza), conforme ilustra a Figura 3.11.



Figura 3.11: Efeito do tempo e da temperatura de austenitização na fração volumétrica de martensita (a) e na microdureza da martensita (b). Amostras inicialmente bruta de fundição, ligadas com Cu. (DARWISH e ELLIOT, 1993).

Na Figura 3.11a, para amostra austenitizada a 1000°C o total da transformação (100% de martensita) acontece em menos de 10mim, porém a saturação de carbono desta fase (valores máximos da dureza) ocorre somente após 10mim, Figura 3.11b.

Portanto, fazer uso da dureza é mais adequado do que da quantificação de fase para se determinar o tempo que o sistema atinge o equilíbrio (formação de 100% de austenita e respectiva saturação de carbono).

Influência da temperatura

Com a elevação da temperatura e devido as maiores velocidades de difusões, as transformações de fases ocorrem mais rapidamente.



Figura 3.12: Efeito do tempo e da temperatura de austenitização na taxa de transformação da austenita em matriz inicialmente ferrítica (HERFURT, 2003).

A Figura 3.12 ilustra que a 850°C a transformação se completa em 3000 segundos, enquanto que a 1050°C bastam apenas 10 segundos, indicando forte efeito da temperatura sobre o tempo para a austenitização completa.

A 800°C o material encontra-se na zona crítica, o que impede a transformação atingir 100% de austenita.

3.2.1.3 No tamanho de grão austenítico.

O aumento da temperatura de austenitização resulta em crescimento de grão austenítico, conforme Figura 3.13. Consequentemente, após austêmpera as colônias de ausferrita também serão mais grosseiras, conforme item 3.2.3.1 e Figura 3.16.



Figura 3.13: Influência da temperatura no tamanho de grão austenítico (HERFURT, 2003).

Observa-se que o tamanho do grão é pouco afetado pelo tempo em temperaturas abaixo de 1000°C. No entanto, em temperaturas acima deste valor ocorrem fortes variações tanto em função do tempo como principalmente na temperatura.

3.2.2 Influência da Microestrutura Inicial

A influência da microestrutura inicial (tipo de matriz e tamanho de nódulos de grafita) é descrita a seguir.

3.2.2.1 Influência da matriz no tempo para atingir o equilíbrio.

A evolução de dureza, Figura 3.14, (que reflete o teor de carbono na austenita) varia consideravelmente dependendo da temperatura de austenitização e da microestrutura inicial. A 900°C observa-se que a matriz inicialmente perlítica (bruto de fundição) apresenta total transformação para tempos mais curtos do que a matriz inicialmente ferrítica sob mesma temperatura de transformação (900°C). A maior velocidade de transformação da perlita se deve às menores distâncias de difusão do carbono, do que no caso de matriz ferrítica. Matriz perlítica apresenta distâncias de difusão entre lamelas de cementitas, enquanto que matriz ferrítica apresenta distâncias de difusão entre dois nódulos de grafita.



Figura 3.14: Efeito do tempo de austenitização e da microestrutura inicial na microdureza da martensita (OGI, JIN, LOPER Jr., 1988).

Os tempos típicos de austenitização citados na literatura oscilam entre 1 e 2 horas para temperaturas entre 900 e 950°C.

3.2.2.2 Influência do tamanho dos nódulos de grafita no tempo para atingir o equilíbrio.

Para uma mesma fração volumétrica de grafita, a redução do tamanho dos nódulos resulta em queda da distância entre os mesmos, reduzindo a distância de difusão e, portanto, o tempo para atingir o equilíbrio, conforme Figura 3.15.



Figura 3.15: Curvas de saturação de carbono na austenita com o tempo, temperatura e diâmetro dos nódulos de grafita (HERFURT, 2003).

Segundo a Figura 3.15, para um diâmetro médio de nódulos com $43\mu m a 900^{\circ}Co$ tempo necessário para a saturação é de aproximadamente 50min, enquanto que para nódulos com diâmetros médios de $18\mu m$ é necessário apenas 20 min.

Os tamanhos típicos observados em ferros nodulares são 15 -60µm, que correspondem aos tamanhos 6 e 7, segundo norma NBR6593/1981.

3.2.3 Influência na Microestrutura Austemperada e Propriedades.

3.2.3.1 Influência no tamanho de colônia ausferrítica.

O aumento da temperatura de austenitização gera aumento do tamanho de grão austenítico (Figura 3.13) que resulta em aumento da colônia ausferrítica, conforme Figura 3.16.



Figura 3.16: Efeito da temperatura de austenitização na microestrutura de ADI, (a) austenitizado a 871°C por 2h e (b) austenitizado a 982°C por 2h. Ambos austemperados a 302°C por 2h. Ampliação 1000x (PUTATUNDA, GADICHERLA, 1999).

Não se identificou na literatura uma quantificação do aumento do tamanho da colônia ausferrítica em função do aumento da temperatura de austenitização.

3.2.3.2 Influência na fração volumétrica e no teor de carbono da austenita da ausferrita.

A Figura 3.5a pode ser utilizada como base para explicar os efeitos das variáveis de processo (composição e temperatura) na microestrutura e propriedades do ADI. Considere um ferro fundido, com 3,5% de C austenitizado a 1000°C (onde a austenita satura com 1%C) e austemperado a 350°C.

O teor de carbono em equilíbrio na austenita presente durante a etapa de austêmpera pode ser visualizado mediante projeção metaestável das linhas de composição da austenita conforme ilustra a Figura 3.5a. Para as condições acima, a ausferrita resultaria em austenita com o teor de carbono dado pelo ponto "d" (Figura 3.5a), isso é, um teor de 2,2% C, e determinada quantidade de ferrita (regra da quantidade de fases).

Caso se aumente a temperatura de austenitização, mantendo a mesma temperatura de austêmpera, o ponto "c" da Figura 3.5a se desloca para a direita e a microestrutura resultante (ausferrita) contém austenita com o mesmo teor de carbono (ponto "d") que o caso anterior, embora com maior fração volumétrica de austenita. O resultado final tende a ser uma ausferrita com maior fração volumétrica de austenita de alto carbono (Figura 3.17a), embora o teor de carbono desta austenita (ponto "d") permanece inalterado, conforme Figura 3.17b.



Figura 3.17: Influência da temperatura de austenitização na (a) fração volumétrica e (b) teor de carbono da austenita da ausferrita (PUTATUNDA, GADICHERLA, 1999).

3.2.3.3 Influência nas propriedades mecânicas

A temperatura de austenitização causa alterações nas propriedades mecânicas do material. O limite de escoamento, limite de resistência e o alongamento diminuem com o aumento da temperatura de austenitização, Figura 3.18.



Figura 3.18: Efeito da temperatura de austenitização nas propriedades mecânicas de ADI não ligado, (PUTATUNDA, GADICHERLA, 1999)

Conforme Figura 3.17a, com o aumento da temperatura de austenitização a fração volumétrica de austenita na ausferrita aumenta. Consequentemente aumentaria o limite de resistência. No entanto, esta consequência é compensada pelo aumento do tamanho de grão (livre caminho médio para movimento das discordâncias), ocasionando em uma leve diminuição da resistência. O alongamento apresenta uma diminuição mais acentuada, sendo que ele é mais sensível ao aumento do tamanho de grão. Já a tenacidade à fratura é pouco alterada até a temperatura de 950°C, sendo drasticamente reduzida em temperaturas maiores que esta, Figura 3.18.

Em geral, a temperatura de austenitização é limitada a 950°C visando evitar o crescimento excessivo de grão de austenita. Assim sendo, a mudança da temperatura de austêmpera é mais efetiva do que a mudança

da temperatura de austenitização quando se deseja alterar as propriedades mecânicas dos ADIs. No caso de ADI dual a situação se inverte, conforme item 3.3.6.

3.2.4 Outras Influências

A temperatura de austenitização ainda influencia a austemperabilidade e a janela de processo. Com o aumento da temperatura de austenitização, aumenta-se a austemperabilidade (item 3.4.1) e a janela de processo é movida para maiores tempos de austêmpera (item 3.4.2).

3.2.5 Síntese das Influências

O quando abaixo sintetiza os aspectos expostos no presente item, relativo à austenitização no campo austenítico.

	A solubilidade de carbono na austenita	Si é o elemento mais influente, Cu, Ni e			
	é alterada com adições de elementos de liga.	Mo são adicionados para aumentar a			
		austemperabilidade.			
	Aumentar a temperatura aumenta o teor de carbono dissolvido na austenita				
	Aumentar a temperatura reduz tempo para austenitização completa				
	Aumentar a temperatura reduz tempo	Medidas de dureza podem ser			
	para saturação de carbono da austenita	utilizadas para medir a saturação de			
AUSTENITIZAÇÃO E		carbono na austenita.			
COMPOSIÇÃO	Aumentar a temperatura aumenta o	Porém deve ser limitada a 950°C			
conn obişi io	tamanho de grão austenítico,				
	consequentemente as colônias de ausferrita.				
	Aumentar a temperatura reduz LR, LE, Alongamento e KIC				
	Pouco sensível nas propriedades finais	Diferentes classes de ADI são			
		obtidas mediante mudança da			
		temperatura de austêmpera e não de			
		austenitização			
	Matriz	Perlita propicia menor tempo			
MICROFSTRUTURA		para austenitização do que ferrita			
MICROLDTROTORY	Tamanho de nódulos	Redução do tamanho reduz			
		tempo para saturação da austenita			
INFLUÊNCIA NA	Tamanho da colônia de ausferrita é maior para maiores grãos de austenita				
MICROESTRUTURA	A fração volumétrica de austenita na ausferrita aumenta com a temperatura				
AUSTEMPERADA E	Teor de carbono da austenita na ausferrita não é alterado com a temperatura				
PROPRIEDA DES		-			
OUTRAS INFLUENCIAS	Austemperabilidade é influenciada pela temperatura de austenitização				
	Janela de processo é influenciada pela temperatura de austenitização				

3.3 AUSTENITIZAÇÃO NA ZONA CRÍTICA (ADI DUAL)

A zona crítica é importante para a obtenção de ADI dual, pois é nela que é feita a austenitização.

Como já mencionado, o Si sempre presente nos ferros fundidos cria uma região estável de três fases no diagrama Fe-C-Si, a qual é chamada de zona crítica e está representada na Figura 3.5a como sendo o campo α + γ + G.

3.3.1 Zona Crítica Estável x Metaestável

Na Figura 3.19 apresenta-se uma parte do diagrama de equilíbrio (ponto eutetóide mais zona crítica). As linhas cheias são referentes ao sistema metaestável (na zona crítica tem-se: $\alpha + \gamma$ + cementita) enquanto que as linhas pontilhadas representam o sistema estável (na zona crítica tem-se: $\alpha + \gamma$ + grafita).



Figura 3.19: Zona crítica estável e Metaestável (OKUMOTO, HASEGAWA, TANIKAWA, 1978)

Observa-se na Figura 3.19 que as linhas estáveis e metaestáveis não são sobrepostas, o que facilitará o estudo e entendimento das transformações.

No presente texto é discutido aspectos relativos apenas a zona crítica estável.

3.3.2 Influência da Composição Química nos Limites de Temperatura

Conforme Figura 3.5a, a zona crítica apresenta dois patamares de temperaturas.

- Temperatura Superior (T_{sup}): no aquecimento: é a temperatura na qual são observados os últimos grãos de ferrita; no resfriamento: a temperatura na qual são observados os primeiros grãos de ferrita; corresponde à linha S' K' da Figura 3.19.
- Temperatura Inferior (T_{inf}): no aquecimento: é a temperatura na qual são observados os primeiros grãos de austenita; no resfriamento: a temperatura na qual são observados os últimos grãos de austenita; corresponde à linha P' H' da Figura 3.19.

O carbono pouco ou nada influencia nas temperaturas superior e inferior conforme Figura 3.5a e Figura 3.19.

O Si é o elemento mais influente na posição da zona crítica estável e as equações 3.3 e 3.4 (que foram desenvolvidas a partir de austenitização prévia seguidas de tratamento isotérmico na zona crítica por 4h) ilustram a influência nas temperaturas superior (T_{sup}) e inferior (T_{inf}).

$T_{sup} = 738 + 18(\% \mathrm{Si})^{1.75}$	Equação 3.5
$T_{inf} = 738 + 5(\% Si)^2$	Equação 3.6

O diagrama da Figura 3.20 (regido pelas equações 3.5 e 3.6) pode ser empregado para estimar a temperatura de austenitização na zona crítica a partir da fração volumétrica de austenita desejada e do teor de silício da liga. Porém, o gráfico é aplicável para amostras com austenitização prévia seguida de austenitização isotérmica na zona crítica. Quando ocorre tratamento isotérmico da temperatura ambiente diretamente para a zona crítica, as condições de saturação de carbono na austenita devem ser consideradas (GUESSER, 1992).



Figura 3.20: Região de coexistência de austenita + ferrita + grafita, obtida com amostras a partir de patamar isotérmico de austenitização prévia seguida de tratamento isotérmico na zona crítica por 4h, HUMMER e WESTERHOLT,1979 apud (GUESSER, 1992)

O Si é o elemento químico mais influente na zona crítica, no entanto, outros elementos também influenciam, porém, em menores intensidades. As equações 3.7 e 3.8 podem ser utilizadas para estimar a temperatura superior e inferior da zona crítica estável, enquanto as equações 3.9 e 3.10 podem ser utilizadas para estimar a temperatura superior e inferior da zona crítica metaestável. As equações foram desenvolvidas a partir de amostras previamente austenitizada, ou seja, sob resfriamento (GERVAL e LACAZE, 2000).

 $\begin{array}{lll} \textbf{T}_{sup} &=& 727 + 30,07(\%\,\text{Si}) - 1,98(\%\,\text{Si})^2 - 10,7(\%\,\text{Cu}) - 13,7(\%\,\text{Mn}) + \\ 9,3(\%\,\text{Mo}) + 24,3(\%\,\text{Cr}) - 12(\%\,\text{Ni}) & & & & & & & \\ \textbf{T}_{inf} &=& 727 + 21,6(\%\,\text{Si}) + 0,023(\%\,\text{Si})^2 - 21,0(\%\,\text{Cu}) - 25,0(\%\,\text{Mn}) + \\ 8,0(\%\,\text{Mo}) + 13,0(\%\,\text{Cr}) - 33(\%\,\text{Ni}) & & & & & & & & \\ \textbf{Equação 3.10} \end{array}$

As equações 3.7 a 3.10 foram calculadas para Si até 3% em massa, Mn, Cu, Cr e Ni até 1% em massa e Mo até 0,5% em massa.

Para teores típicos de Si presente nos ADIs a zona crítica se situa aproximadamente entre 760 e 840°C, conforme Figura 3.20.

3.3.3 Influência da Temperatura

3.3.3.1 Na fração volumétrica de austenita

Anteriormente foi visto que a zona crítica estável é composta por três fases $\alpha + \gamma + G$ e o teor de ferrita e austenita estão diretamente relacionados com a temperatura e com o tempo de austenitização (em relação se o sistema atingiu ou não o equilíbrio).

A quantidade de austenita (martensita na temperatura ambiente) eleva-se linearmente com o aumento da temperatura de austenitização na zona crítica, devido ao caráter linear da linha vermelha da Figura 3.5a, observa-se dados experimentais na Figura 3.21.



Figura 3.21: Relação da fração volumétrica de austenita x temperatura de austenitização para amostras inicialmente ferríticas austenitizadas por 20mim (ERDOGAN, KILICLI, DEMIR, 2006)

No entanto, há forte dispersão de resultados devido ao uso de diferentes tempos de patamar, composição química e microestrutura inicial, Figura 3.22.



Figura 3.22: Relação da fração volumétrica de austenita x temperatura de austenitização para diferentes autores (diferentes tempos, microestrutura inicial e composição). Santos, Franco, Sikora e Erdogam desconsideraram a fração volumétrica de grafita, enquanto Ramirez e Lopes consideraram

3.3.3.2 Na solubilidade do carbono na austenita

Do mesmo modo que existem equações para determinar a concentração de carbono na austenita no campo austenítico deveria existir equações para determinar a concentração de carbono na austenita da zona crítica (linha de solubilidade de carbono "vermelha" da Figura 3.5a). No entanto, não foi encontrado na literatura equações e/ou dados que prevejam o teor de carbono na austenita presente na zona crítica. Sabe-se que a solubilidade do carbono na austenita formada na zona crítica, do mesmo modo que no campo austenítico, diminui com a queda da temperatura, e é inferior ao da austenita formada no campo austenítico, conforme pode ser visto na Figura 3.5a.

3.3.3.3 No tempo para atingir o equilíbrio na zona crítica

O tempo necessário para que o sistema alcance o equilíbrio varia com a temperatura de austenitização e com a microestrutura inicial, embora a literatura seja controversa e escassa quanto aos valores.

No caso de material inicialmente ferrítico há registros contraditórios na literatura quanto ao tempo de austenitização na zona crítica. Autores empregam tempos de 20 minutos de patamar na zona crítica, sem justificar o critério para tal escolha. Outros afirmam que 30 minutos de patamar na zona crítica (sem informar qual temperatura) são suficientes para atingir o equilíbrio. No entanto, não se dispõe da literatura que deu origem a tal afirmação (ERDOGAN e KILICLI, 2007) e (SIKORA, MARTÍNZ, BASSO, 2011).

Por outro lado, (FRANCO, 2008) apresenta a evolução da ferrita, conforme Figura 3.23, em amostras previamente ferritizadas. Nota-se ter sido necessário tempo de 4 horas em 800°C e 6 a 7 horas em 770°C, para que se atingisse o equilíbrio em termos de fração volumétrica, pois a autora não utilizou da dureza para monitorar se teria havido saturação de carbono, conforme item 3.2.1.2. A autora desconsiderou a fração volumétrica da grafita, ou seja, considerando a soma de ferrita e austenita (martensita em temperatura ambiente) sendo 100%.



Figura 3.23: Percentual de ferrita proeutetóide obtida em diferentes tempos e temperaturas de austenitização para amostras com matriz inicialmente ferrítica austenitizada diretamente na zona crítica. (FRANCO, 2008)

A Figura 3.24 apresenta resultados de amostras com matrizes inicialmente ferríticas e revela que há autores trabalhando na zona crítica fora do equilíbrio. Observa-se que quanto o material é mantido por mais tempo (5 horas) em temperaturas da zona crítica, este apresenta menos ferrita (portanto, maiores são as transformações para austenita) que materiais mantidos tempos inferiores.

Dentre todos os textos relativos à austenitização na zona crítica, apenas três (Franco, 2008; Lopes, 2009 e Santos 2010) utilizaram tempos de patamar acima de 4 horas. Os demais textos mostram que autores empregam tempos de patamar na zona crítica igual ou inferior a 1,5 horas, Figura 3.22.

Nesta questão de tempo de patamar para atingir o equilíbrio na zona crítica há aspectos que merecem mais estudos: abordar a influência do tempo na fração volumétrica e na dureza visando avaliar corretamente se o material atingiu ou não o equilíbrio pretendido e avaliar a influência de distintas microestruturas.



Figura 3.24: Percentual de ferrita obtida em diferentes temperaturas para diferentes tempos de austenitização. Amostras com matriz inicialmente ferrítica. Os autores (SIKORA, BASSO, MARTÍNEZ, 2007) e (ERDOGAN e KILICLI, 2008) desconsideraram a grafita na contagem das fases

3.3.4 Influência da Microestrutura Inicial

A microestrutura inicial influencia na cinética de austenitização na zona crítica.

A Figura 3.25 apresenta dois diagramas TTT para ferros fundidos nodulares com matriz ferrítica (a) e perlítica (b).



Figura 3.25: Diagrama TTT para ferro fundido nodular com matriz ferrítica (a) e perlítica (b) para transformação isotérmica (HERFURT, 2003)

Verifica-se na Figura 3.25 que o limite superior da zona crítica está a 850°C (100% transformação) para ambos os diagramas. Observa-se também que as transformações são mais atrasadas para matrizes ferríticas; por exemplo, para a matriz ferrítica (Figura 3.25a) para se obter 50% de austenita a 800°C é necessário um tempo de no mínimo 10 mim (600 s), enquanto que para obter a mesma quantidade de austenita em matriz perlítica é necessário 1 min (60 s) na mesma temperatura. A matriz perlítica já provém de aproximadamente 50% de ferrita (o que se deve levar em consideração), isto significa que nem toda ferrita surgiu da transformação da austenita e sim, parte desta, da própria ferrita que se rearranjou devido à quebra de carbonetos

Embora os diagramas na Figura 3.25 ilustrem que é necessário maior tempo para matrizes inicialmente ferríticas em relação à perlítica, o tempo necessário (para a transformação em matriz ferrítica) de 10 mim é bastante inferior àqueles determinados na Figura 3.23. Possivelmente os dados da Figura 3.25 não atingiram a condição de equilíbrio (saturação de carbono da austenita).

Para material inicialmente austenitizado a 910°C por 1 hora e posteriormente submetido em banho de sal a 770°C por distintos tempos, a decomposição da austenita dentro da zona crítica resulta conforme Figura 3.26. Nota-se com auxílio da Figura 3.23 que a transformação final de $\gamma \rightarrow \alpha$ é mais lenta que a transformação $\alpha \rightarrow \gamma$. Para a mesma temperatura de austenitização na zona crítica (770°C), a transformação $\alpha \rightarrow \gamma$ consome de 6 a 7 horas para estabilizar a fração volumétrica das fases, enquanto que a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ não estabilizou a fração volumétrica das fases mesmo em 9 horas de tratamento.



Figura 3.26: Percentual de ferrita na microestrutura em função do tempo de austenitização em 770°C, para amostras austenitizadas adp. (SIKORA, MARTÍNZ, BASSO, 2011)

Na Figura 3.27 têm-se dados de tempo e temperatura para matriz inicialmente ferrítica, perlítica e austenítica (resfriamento a partir do campo austenítico) obtidos de diferentes autores.



Figura 3.27: Relação da fração volumétrica de austenita x temperatura de austenitização para diferentes autores (diferentes tempos, microestrutura inicial e composição)

Observa-se na Figura 3.27 que para 850°C com matriz inicialmente ferrítica é necessário 1 mim para que ocorra a transformação de $\alpha \rightarrow$ 50% γ , enquanto que para amostra inicialmente perlítica nas mesmas condições é possível obter 100% γ . Conforme já observado na Figura 3.26 amostras inicialmente austeníticas, ou seja, sobre resfriamento, consomem mais tempo para a transformação. Isso ocorre devido o coeficiente de difusão de carbono na austenita, nestas temperaturas (zona crítica), ser duas vezes menor que na ferrita. Pois na transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ o carbono necessita difundir através da austenita até os nódulos de grafita, para que a ferrita (que suporta no máximo 0,02%C) possa nuclear e crescer (SIKORA, MARTÍNZ, BASSO, 2011).

Partindo de amostras inicialmente martensítica, a transformação para austenita é mais rápida do que partindo de matriz ferrítica, conforme Figura 3.28, embora o equilíbrio não tenha sido atingindo face ao pouco tempo de patamar na zona crítica (20mim). Caso se tivesse atingido o equilíbrio, as frações volumétricas das fases deveriam ser as mesmas para uma mesma temperatura de austenitização.



Figura 3.28: Influência da microestrutura inicial na (a) fração volumétrica de ferrita e (b) teor de carbono da austenita da ausferrita. Amostras austenitizadas por 20mim e austemperadas a 365°C por 120mim. Adap. (ERDOGAN e KILICLI, 2008)
3.3.4.1 Grafitização secundária

Segundo a literatura, em temperaturas de recozimento abaixo da temperatura do eutetóide, ou seja, na zona crítica é possível que ocorra grafitização secundária da decomposição de matrizes perlítica, martensítica e bainítica (BURKE, 1960). As partículas de grafita secundária podem aparecer tanto como novos núcleos, como depositadas sobre as grafitas pré-existentes (ASKELAND e FARINEZ, 1979), (CHAKRABARTI e DAS, 1975).

Durante a austenitização na zona crítica, a matriz martensítica perde átomos de carbono pela formação de carbonetos de transição, estes carbonetos são muito finos e ricos em Si. Os carbonetos de transição rejeitam o silício e se transformam em cementita, logo, as agulhas de martensita dão lugar a ferrita. Devido à cementita não dissolver os átomos de silício e sua baixa difusão na ferrita, haverá excesso de Si nas regiões adjacentes à cementita. O Si por sua vez, aumenta a atividade do carbono e, portanto, na interface da cementita/ferrita ocorrem aglomerados de carbono, que, em sequência, coalescem formando partículas de grafita secundária, enquanto a cementita é dissolvida (BURKE, 1960), (ASKELAND e FARINEZ, 1979).

A formação da grafita secundária é influenciada por algumas variáveis como: tempo e temperatura de austenitização, elementos de liga e matrizes iniciais com sítios de nucleação. Na Figura 3.29, pode-se observar a influência de elementos de liga e da temperatura de austenitização no número de nódulos nucleados.



Figura 3.29: Influência de Cu, Ni e Si e da temperatura de austenitização no número de nódulos precipitados de grafita secundária (ASKELAND e FARINEZ, 1979)

Elemento de liga como Si favorece a nucleação de grafita secundária, enquanto que Cu e Ni possuem efeito contrário. No entanto, quando adicionados em maiores quantidades aumentam o número de nódulos (CHAKRABARTI e DAS, 1975).

Quando mais refinada a martensita maior a probabilidade da precipitação de grafita secundária, pois assim aumentam as áreas de interseções das placas de martensita, a energia livre, e consequentemente os locais de nucleação da grafita secundária (ASKELAND e FARINEZ, 1979).

Em resumo, a literatura sugere que matrizes inicialmente martensíticas apresentam transformação na zona crítica de modo mais rápido que matriz perlítica e esta, por sua vez, mais rápido que matriz ferrítica. A transformação inversa obtida a partir do resfriamento do campo austenítico é a mais lenta de todas.

Por outro lado, a literatura se baseia na fração volumétrica de austenita e ferrita para investigar o efeito da microestrutura inicial, da temperatura (na zona crítica) e do tempo, sendo que tal critério não garante que tenha sido atingido o equilíbrio (estabilização da quantidade de fases e saturação de carbono na austenita).

Ainda há conflitos de informações na literatura quanto ao tempo necessário para atingir o equilíbrio. Além de que, não há estudos

sistemáticos na literatura quanto à influência de distintas microestruturas iniciais no tempo para atingir o equilíbrio.

3.3.5 Influência na Microestrutura Austemperada

3.3.5.1 Na fração volumétrica de ferrita e ausferrita.

Conforme já apresentado nas Figura 3.23 e Figura 3.21 do item 3.3.3, o aumento da temperatura de austenitização (dentro da zona crítica) aumenta a quantidade de austenita e diminui a de ferrita antes da austêmpera.

Consequentemente, após a austêmpera, o aumento da temperatura de austenitização (dentro da zona crítica) aumenta a quantidade ausferrita (antiga austenita) e diminui a quantidade de ferrita.

3.3.5.2 No teor de carbono da austenita da ausferrita

Utilizando do raciocínio análogo ao do item 3.2.3.2, que se baseia nas projeções metaestáveis da Figura 3.5a, seria de se esperar que o teor de carbono na austenita da ausferrita não variasse com a temperatura de austenitização na zona crítica, tal como apresentado na Figura 3.17b relativa à austenitização no campo austenítico.

Há poucos dados na literatura que abordem tal aspecto. A Figura 3.30 ilustra que o aumento da temperatura de austenitização na zona crítica resulta em aumento do teor de carbono na austenita da ausferrita, não havendo discussão quanto ao resultado ser diferente daquele da Figura 3.17b.



Figura 3.30: Influência da temperatura de austenitização, por 20min, no teor de carbono da austenita da ausferrita após austêmpera a 360°C/120min (ERDOGAN, KILICLI, DEMIR, 2006).

3.3.5.3 Na fração volumétrica de ferrita e austenita da ausferrita

Utilizando do raciocínio análogo ao do item 3.2.3.2, que se baseia nas projeções metaestáveis da Figura 3.5a, seria de se esperar que a fração volumétrica de austenita da ausferrita aumentasse com a temperatura de austenitização na zona crítica, tal como apresentado na Figura 3.17a relativa à austenitização no campo austenítico.



Figura 3.31: Influência da temperatura de austenitização, por 20min, na fração volumétrica de austenita da ausferrita após austêmpera a 365°C/120min (ERDOGAN e KILICLI, 2008).

A Figura 3.31 ilustra que o aumento da temperatura de austenitização crítica resulta em aumento na fração volumétrica de austenita da ausferrita, conforme já discutido no item 3.2.3.2.

3.3.6 Influência nas Propriedades Mecânicas Após Austêmpera.

3.3.6.1 Efeito da temperatura de austenitização na zona crítica

As relações entre a temperatura de austenitização e propriedades mecânicas de amostras austenitizadas na zona crítica podem ser observadas na Figura 3.32.





Figura 3.32: Influência da temperatura de austenitização no (a) limite de resistência, (b) limite de escoamento, (c) alongamento e (d) a dureza em função da fração volumétrica de ferrita. Amostras austenitizadas na zona crítica seguidas de austêmpera a 365°C (ERDOGAN e KILICLI, 2006), 360°C (LOPES, 2009), (SANTOS, 2010) e (HAYRYNEN e KEOUGH, 2007)

O limite de resistência e limite de escoamento elevam-se com o aumento da temperatura de austenitização, enquanto que o alongamento diminui. Esse comportamento é observado devido ao aumento da quantidade de austenita (ausferrita após austêmpera, item 3.3.5.1), do teor de carbono na austenita (item 3.3.5.2), e no aumento da fração volumétrica de austenita da ausferrita (item 3.3.5.3). Observa-se também na Figura 3.32 que os resultados de resistência de (LOPES, 2009) e (SANTOS, 2010) apresentam valores superiores aos estabelecidos pela Norma relativa a ADI dual. Estes autores trabalharam com longos tempos de austenitização na zona crítica

3.3.6.2 Efeito do tempo de austenitização na zona crítica

A influência do tempo de austenitização na zona crítica nas propriedades mecânicas de ADI dual pode ser observada na Figura 3.33.



Figura 3.33: Influência da fração volumétrica de ausferrita e tempo de austenitização na zona crítica nas propriedades mecânicas de ADI dual.

Observa-se na Figura 3.33 que mesmo para quantidades de ausferrita semelhantes, amostras austenitizadas por mais tempo possuem melhores resultados de resistência que amostras austenitizadas em menos

tempo. Isso pode ser devido a maior fração volumétrica de austenita na ausferrita de amostras austenitizadas por mais tempo (maior teor de carbono na austenita da zona crítica), conforme item 3.3.5.2.

Portanto, o tempo de austenitização na zona crítica é importante para as propriedades mecânicas de ADI dual.

3.3.6.3 Efeito da microestrutura inicial

Na Figura 3.34 se observa a influência da microestrutura inicial nas propriedades mecânicas para ADI dual

Observa-se que amostras inicialmente martensítica apresentam maiores resistências e durezas que amostras inicialmente ferríticas. Este comportamento pode estar relacionado com a presença de finos carbonetos que podem estar presentes na microestrutura após o tratamento isotérmico (proveniente da matriz martensítica, uma vez que o tempo de austenitização utilizado não é suficiente), ou até mesmo pela maior fração volumétrica de ausferrita (Figura 3.28).



Figura 3.34: Influência da microestrutura inicial nas propriedades mecânicas de ADI dual, com matriz inicialmente ferrítico e martensítico austenitizado por 20mim e austemperados a 365°C por 120min. Adap. (ERDOGAN e KILICLI, 2008)

3.3.6.4 Outros dados da literatura

A Figura 3.35 ilustra valores de alongamento versus limite de resistência para todos os ADIs dual encontrado na literatura, além de valores de normas para ADI dual e ferro fundido nodular perlítico, com intuído de comparação.



Figura 3.35: Alongamento versus limite de resistência para diferentes classes de ferro nodular.

3.3.7 Síntese das Influências

O quadro abaixo sintetiza os aspectos expostos no presente item, relativo a austenitização na zona crítica.

ZONA CRÍTICA ESTÁVEL E METAESTÁVEL	Há duas zonas críticas, uma do sistema estável ($\alpha + \gamma$ + grafita) e outra do sistema metaestável ($\alpha + \gamma$ + cementita). Elas não são sobrepostas.		
INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO NOS LIMITES DE TEMPERATURA	O Si é o elemento que mais influência nos limites de temperatura da zona crítica. O Si eleva as temperaturas T_{sup} e T_{inf} , bem como a distância entre elas.		
	Solubilidade carbono na austenita	Não foi encontrado na literatura equações e/ou dados que prevê o teor de C na austenita proveniente da zona crítica	
INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA	Tempo para atingir o equilíbrio na zona crítica	Existe na literatura tempos de 20mim à 7h de tratamento, portanto, há conflitos de informações quanto ao tempo necessário para o sistema atingir o equilíbrio.	
	Fração volumétrica de austenita	Aumenta com o aumento da temperatura	
INFLUÊNCIA NA	Matriz inicialmente martensítica apresenta transformação na zona crítica de modo mais rápido que matriz perlítica e esta, por sua vez, mais rápido que matriz ferrítica		
MICKOESTRUTUKA INICIAL	A reação austenita para ferrita apresentou maior tempo de transformações que a reação ferrítica, perlítica e martensítica.		
INFLUÊNCIA NA MICROESTRUTURA AUSTEMPERADA	Fração volumétrica das fases	Após austêmpera encontra-se 3 fases: Ausferrita (que aumenta com a temperatura de austenitização), Ferrita pró eutetóide e Ferrita nova (que diminuem com a temperatura de austenitização) Diferente da austenitização no campo austenítico	
	austenita da ausferrita	ele aumenta com a temperatura de austenitização.	

	Fração volumétrica de ferrita e austenita da ausferrita	A fração volumétrica de austenita na ausferrita eleva-se com a temperatura	
INFLUÊNCIA NAS	Efeito da temperatura de austenitização na zona crítica	Aumentar a temperatura de austenitização na zona crítica aumenta LR, LE, dureza e diminui o alongamento.	
PROPRIEDADES MECÂNCICAS APÓS AUSTÊMPERA	Efeito do tempo de austenitização na zona crítica	Maiores tempos de austenitização na zona crítica melhoram o LR e LE	
	Efeito da microestrutura inicial	Matriz inicialmente martensítica apresenta maior LR, LE, e dureza.	
OUTROS DADOS DA LITERATURA	ADI dual apresenta resistência igual ou superior a Norma de ADI, porém com maiores alongamentos.		

3.4 ETAPA DE AUSTÊMPERA

3.4.1 Velocidade de Resfriamento e Austemperabilidade

Austemperabilidade é a capacidade de um material ser resfriado da temperatura de austenitização até a temperatura de austêmpera, sem que ocorra a transformação para perlita. As principais variáveis para a austemperabilidade são a composição química e as temperaturas de austenitização e austêmpera.

A equação 3.11 mostra o tamanho crítico da peça (maior diâmetro de barra que pode ser austemperada sem que haja formação de perlita) em função da composição química, da temperatura de austêmpera (T_A) e do teor de carbono na austenita.

$$\begin{split} & D_{c(nm)} {=} 124 \mathcal{C}_{\gamma}^{\circ} + 27(\%\,\text{Si}) + 22(\%\,\text{Mn}) + 16(\%\,\text{Ni}) + 25(\%\,\text{Mo}) {-} 1,68.10^4 \mathcal{T}_A^2 \\ & + 12(\%\,\text{Cu})(\%\,\text{Ni}) + 62(\%\,\text{Cu})(\%\,\text{Mn}) + 88(\%\,\text{Ni})(\%\,\text{Mo}) + 11(\%\,\text{Mn})(\%\,\text{Cu}) \\ & + 127(\%\,\text{Mn})(\%\,\text{Mo}) - 20(\%\,\text{Mn})(\%\,\text{Ni}) - 137 \qquad \text{Equação } 3.11 \end{split}$$

O aumento da temperatura de austenitização aumenta o teor de carbono dissolvido na austenita (eq. 3.3) que por sua vez aumenta a austemperabilidade (diâmetro médio possível), conforme eq. 3.11 e Figura 3.36a.

Na Figura 3.36 apresenta-se a influência da composição química e temperatura de austêmpera no diâmetro crítico para não formar perlita. A temperatura de austêmpera diminui a austemperabilidade, por sua vez, materiais que apresentam maiores teores de elemento de liga (Cu, Ni), apresentam maiores austemperabilidade.



Figura 3.36: Influência da temperatura de austêmpera, temperatura de austenitização e composição no diâmetro crítico para a não formação de perlita adp. de (DARWISH e ELLIOT, 1993)

Observe como o diâmetro crítico aumenta com adições de Cu e Ni e com a elevação da temperatura de austenitização (maior teor de carbono na austenita).

A Figura 3.37 mostra a relação do diâmetro máximo para não formar perlita em função da quantidade de elemento de liga (Cu, Ni Mo). Com adições de apenas 1% de Ni e mais nenhum outro elemento já seria possível alcançar um diâmetro crítico de 25 mm, segundo dados do BCIRA, o que seria suficiente para austemperar amostras de tração com rosca M12. No entanto, o teor de carbono na austenita também influência na austemperabilidade, logo, a austemperabilidade para fabricação de ADI dual deve ser menor que para ADI, uma vez que ele é austenitizado em temperaturas inferiores (menor solubilidade de carbono na austenita). Não foram encontrados dados, ou cálculos de austemperabilidade para ADI dual.



Figura 3.37: Influência da quantidade de Cu, Ni e Mo no diâmetro máximo para a não formação de perlita, (DORAZIL, 1986)

O Mn e Mo possuem o efeito de prolongar o estágio I da reação (aumentar a austemperabilidade). No entanto, esse elemento segrega para os contornos de células eutéticas, podendo formar carbonetos estáveis (os quais são fortes nucleadores de trinca) e possibilitando o aparecimento de martensita nestes locais após o resfriamento da austêmpera (Figura 3.38a), por isso, a quantidade destes elementos não devem exceder 0,2%.



Figura 3.38: (a) Influência do manganês na formação da austenita intercelular (b) Efeito do manganês no tempo de austêmpera para evitar a formação de martensita [TRUDEL e GAGNÉ, 1997].

Observa-se na Figura 3.38 que apenas 0,2% de manganês já é suficiente para obter mais de 10% de martensita nos contornos de células eutéticas sendo que seria necessário 2h de austêmpera para eliminá-la.

O Cu e Ni também possuem grande efeito retardador na decomposição da austenita e prolongam a janela de processo para maiores tempos. Estes elementos são principalmente adicionados ao ferro fundido para diminuir a quantidade necessária de Mn e Mo, evitando assim, que estes elementos segreguem para contornos de células eutéticas. Pois o efeito prolongador do Cu e Ni no estágio I não é tão eficaz quanto ao do Mn e Mo, Figura 3.37. O Cu forma uma barreira em torno do nódulo de grafita que dificulta a difusão de C na austêmpera. Devido a isto, recomenda-se usar no máximo 0,8% deste elemento (HAYRYNEN, 2002); (YESCAS, M.A; BHADESHIA, H.K.D.H; MACKAY, D.J, 2001).

3.4.2 Influência da Temperatura

Os ADIs devem ter a austêmpera interrompida no tempo dentro da janela de processo e tal tempo depende da temperatura de austenitização e da composição química do material, conforme visto a seguir.

3.4.2.1 No tempo para ocorrer os estágios de austêmpera e a janela de processo

Na Figura 3.5.b apresentou-se dois estágios de austêmpera separados por uma janela de processo (item 3.1.5). O primeiro estágio se encerra no tempo t1 e o segundo estágio se inicia no tempo t2, conforme Figura 3.39. O tratamento de austêmpera para ferros fundidos utiliza tempos dentro da janela de processo (isto é, entre t1 e t2), pois se o tempo for menor que t1, haverá formação de martensita no resfriamento posterior ao patamar de austêmpera, e se o tempo for maior que t2 haverá precipitação de carbonetos proveniente da decomposição da austenita. Em ambos os casos o alongamento e tenacidade são prejudicados.

A Figura 3.39 ilustra que o aumento da temperatura de austêmpera resulta em aumento do tempo para final do estágio 1 (t1) e redução do tempo da janela de processo (t2-t1), inclusive seu fechamento.

Os tempos t1 e t2 dependem (além da temperatura de austêmpera) da temperatura de austenitização e da composição química, conforme discutido a seguir.



Figura 3.39: Janela de processo para distintas temperaturas de austêmpera em ferro nodular de baixo Mn e 0,33% Cu, adp. (DARWISH e ELLIOT, 1993)

Efeito da temperatura de austenitização na janela de processo

Na Figura 3.40 observa-se a influência da temperatura de austenitização e de austêmpera no tempo que ocorre a janela de processo.



Figura 3.40: Janela de Processo para materiais austenitizados a 870,900 e 950°C. (BAHMANI, ELLIOTT, VARAHRAM, 1997)

Como já escrito no item anterior, com o aumento da temperatura de austêmpera ocorre aumento do tempo t1 e diminuição do tempo t2, porém de modo menos intenso que t1, além disso, a janela de processo de fecha.

Com o aumento da temperatura de austenitização ocorre aumento do tempo t1 e t2 deslocando a janela de processo para tempos mais longos. Esse comportamento pode ser justificado pela dificuldade (menor força motriz) do carbono da ferrita supersaturada difundir para a austenita adjacente (que apresenta maior quantidade de carbono para maiores temperaturas de austenitização). O aumento da temperatura de austenitização também reduz a temperatura de austêmpera na qual há o fechamento da janela de processo.

Efeito da composição química na janela de processo

Muitos elementos de liga são adicionados intencionalmente aos ferros fundidos que seguirão para tratamento térmico justamente para alterar a posição da janela de processo (aumentar a austemperabilidade), como Cu, Ni e Mn.

Como pode ser observado na Figura 3.41, o Mn também move a janela de processo para tempos de austêmpera maiores, fechando-a em menores temperaturas de austêmpera.



Figura 3.41: Influência do teor de Mn na Janela de Processo de um ferro nodular com 3,6% C, 2,5% Si, 0,25% Mo, 0,25% Cu [BAYATI e ELLIOT, 1999].

A Figura 3.42 mostra a influência de Cu e Ni na janela de processo para ferro fundido nodular. Pode-se observar o tempo no qual termina a janela de processo para cada amostra (não ligada, com Cu e com Cu e Ni) austemperadas a 370°C.



Figura 3.42: Comportamento da posição da janela de processo em função do teor de Cu e Ni de um ferro fundido. (DARWISH e ELLIOT, 1993)

Na Figura 3.42 adição de 1,02% Ni e 0,90% Cu reduziu a temperatura de fechamento da janela de processo e deslocou-a para tempos maiores em relação ao ferro fundido ligado com apenas 0,07% Ni e 0,33% Cu.

3.4.2.2 Na fração volumétrica e no teor de carbono da austenita da ausferrita

Caso se mantenha a temperatura de austenitização constante e se eleve a temperatura de austêmpera, o ponto "c" da Figura 3.5a permanece inalterado, mas as composições (ponto "b" e "d") se deslocam para a esquerda, resultando em menor teor de carbono na austenita e maior fração volumétrica de austenita na ausferrita (Figura 3.43b).



Figura 3.43: Influência da temperatura de austêmpera no e teor de carbono e na fração volumétrica da austenita retida na ausferrita (respectivamente), adap. (DARWISH, ELLIOT, HAMID, UZLOV, 1994), (RUNDMAN, PAROLINI, MOORE, 2003).

No entanto, as informações da Figura 3.43a contradizem os dados da Figura 3.5a que o teor de carbono na austenita diminui com a elevação da temperatura de austêmpera. Autores como (DARWISH, N; ELLIOT, R; HAMID ALI, A. S.; UZLOV, K. I., 1994), (RUNDMAN, K. B e ROUNS, T. N, 1987) apresentam evidências da possível formação de carbonetos no estágio I para temperaturas de austêmpera baixa. Sendo assim, com a diminuição da temperatura de austêmpera mais carbonetos são formados e isto diminui o teor de carbono na austenita. Observe que para temperaturas de austêmpera maiores (superiores a 360°C, Figura 3.43a) e que segundo os autores não há a formação de carbonetos no estágio I, há uma tendência da redução do teor de carbono da austenita.

Observa-se na Figura 3.43b que a fração volumétrica de austenita cresce até aproximadamente 35% (para os resultados de Darwish, 1994) e depois diminui com o aumento da temperatura. Isto está relacionado com o fechamento da janela de processo (aproximadamente 400°C).

3.4.2.3 Na formação de ausferrita superior e ausferrita inferior

Do mesmo modo que em aços existem a bainita superior e inferior em ferros fundidos a ausferrita também possui essa denominação. Sendo a ausferrita superior mais grosseira e formada em elevadas temperaturas de austêmpera, possuindo somente ferrita e austenita de alto C (Figura 3.44a) e a ausferrita inferior formada em temperaturas de austêmpera mais baixas é mais refinada e possui, segundo alguns autores, pequenas quantidades de carbonetos, além da ferrita e austenita de alto C (Figura 3.44b).



Figura 3.44: Ausferrita superior (350°C) e ausferrita inferior (300°C). Austenitizadas a 860°C/1h e austemperadas por 1,5h (SIKORA, BASSO, MARTÍNEZ, 2007)

3.4.3 Influência do Tempo

A Figura 3.45 mostra a influência do tempo no teor de carbono e fração volumétrica de austenita. Observa-se que com o aumento do tempo a fração volumétrica de austenita e o teor de carbono elevam-se até um máximo (aproximadamente em 100 mim da Figura 3.45). Quando a fração volumétrica de austenita alcança seu máximo juntamente com o teor máximo de carbono, significa que o sistema encontra-se no final do estágio I, ou janela de processo. Enquanto que, a primeira evidência que o material encontra-se no início do estágio II é quando a fração volumétrica de austenita começa a decair, isso acontece após 100 mim e é devido a decomposição da austenita em ferrita mais carbonetos.



Figura 3.45: Influência do tempo (a) na fração volumétrica da austenita e (b) no teor de carbono da austenita da ausferrita, adap. (DARWISH e ELLIOT, 1993)

3.4.4 Influência nas Propriedades

3.4.4.1 Influência da temperatura

Com o aumento da temperatura de austêmpera há um menor superesfriamento (da temperatura de austenitização), produzindo ausferrita mais grosseira (grãos de ferrita maiores, Figura 3.46), e com mais austenita, conforme regra da quantidade de fases, Figura 3.5a. O resultado disso é a redução da resistência e a dureza, Figura 3.48.



Figura 3.46: Influência da temperatura de austêmpera no tamanho do grão de ferrita, adap. (PUTATUNDA e YANG, 2004)

Observa-se também que a influência da temperatura de austêmpera no tamanho de grão da ferrita é muito maior que a influência da temperatura de austenitização, Figura 3.47.



Figura 3.47: Influência da temperatura de austenitização no tamanho do grão de ferrita da ausferrita para ADI ligado com Cu e Cu-Ni, austêmpera por 4h, adap. (DARWISH, ELLIOT, HAMID, UZLOV, 1994)

A Figura 3.48 mostra a relação das propriedades mecânicas com a temperatura de austêmpera



Figura 3.48: Influência da temperatura de austêmpera nas propriedades mecânicas de ADI ligado com Cu e Ni, austenitizado a 900°C/120 min e austemperado por 4h (DARWISH e ELLIOT, 1993).

Observa-se na Figura 3.48, que a resistência cai com o aumento da temperatura de austêmpera. Maiores resistências em menores temperaturas estão associadas à presença de ausferrita inferior. Vários fatores podem contribuir para este comportamento, os quais impedem o

deslocamento das discordâncias tais como: presença de carbonetos, distorção do reticulado da ferrita (ferrita supersaturada), conforme item 3.1.6 e grãos de ferrita mais refinados, conforme Figura 3.46 (este de grande influência). Baixas temperaturas de austêmpera também causam baixa ductilidade, devido haver pouca austenita retida e a presença de alguma martensita proveniente de austenita não estabilizada.

Quando a temperatura de austêmpera aumenta, há a formação de ausferrita superior (livre de carbonetos), a quantidade de austenita retida aumenta, a martensita desaparece e a ductilidade aumenta, conforme Figura 3.48. Em maiores temperaturas de austêmpera, onde a janela de processo se fecha, a resistência torna-se constante e a ductilidade diminui, devido a decomposição da austenita retida em ferrita mais carbonetos (DARWISH e ELLIOT, 1993).

3.4.4.2 Influência do tempo

A Figura 3.49 mostra a influência do tempo de austêmpera nas propriedades do ADI.



Figura 3.49: Influência do tempo de austêmpera nas propriedades mecânicas de ADI, adap. (BAHMANI, ELLIOTT, VARAHRAM, 1997)

Os limites de resistência e escoamento não apresentam significantes mudanças, enquanto que o impacto e o alongamento apresentam um máximo nos tempos que se encontra a janela de processo. A resistência não muda significativamente, pois em curtos e longos tempos há a presença de martensita e carbonetos respectivamente. O alongamento e impacto aumentam até o tempo onde se encontra a janela de processo (a austenita retida aumenta com o tempo no estágio I) e caem depois da janela de processo (pois a austenita retida cai para zero no estágio II).

3.4.4.3 Influência da fração volumétrica de austenita retida

A Figura 3.50 ilustra o comportamento do material em relação à energia absorvida no impacto com o aumento da fração volumétrica de austenita retida.



Figura 3.50: Influência da fração volumetria de austenita retida no impacto de amostras austemperadas a 300 e 370°C por vários tempos, adap. (DARWISH, ELLIOT, HAMID, UZLOV, 1994)

Quanto maior a fração volumétrica de austenita maior a energia absorvida no impacto. É possível notar (Figura 3.50) que esta propriedade pode ser facilmente melhorada com a elevação da temperatura de austêmpera, a qual produz maiores quantidades de austenita retida.

3.4.5 Síntese das Influências

O quadro abaixo sintetiza os aspectos expostos no presente item, relativo a etapa de austêmpera.

	Cu, Ni, Mn e Mo são adicionados para aumentar a austemperabilidade, possibilitando a utilização de maiores seções de peça. Mn e Mo devem ser adicionados com cautela, uma vez		
AUSTEMPERABILIDADE			
	que são elementos segregantes.		
		Existem 3 períodos: estágio I, estágio II e janela de processo	
	No tempo para ocorrer	O início do estágio I é retardado coma temperatura de austêmpera,	
	os estágios	não sendo muito evidenciado.	
		O início do estágio II é adiantado coma temperatura de austêmpera	
	Janala da Processo	É movida para tempos mais longos como aumento da temperatura	
	Janeia de Flocesso	de austenitização e adições de Mn, Cu, e Ni.	
TEMPERATURA	Teor de carbono na	Aumenta em temperatura de austêmpera baixa (formação de	
	austenita da ausferrita	ausferrita inferior) e diminui em temperaturas mais elevadas	
		(formação da ausferrita superior).	
	Fração volumétrica de	Aumenta com o aumento da temperatura de austêmpera.	
	austenita.		
	Na formação da	Ausferrita superior é grosseira e contém austenita e ferrita;	
	ausferrita	ausferrita inferior é refinada e pode conter poucos carbonetos.	
<u>^</u>	A fração volumétrica de austenita aumenta como tempo até um máximo e depois cai devido		
INFLUENCIA DO TEMPO	a decomposição da mesma em ferrita e carbonetos. O teor de carbono tambémaumenta com		
	o tempo e estabiliza em um patamar (podendo chegar até 1,8 a 2%C)		
	Influência da	Aumentar a temperatura de austêmpera diminui LR, LE, para	
INELLÊNCIA NAS	Influência da temperatura	Aumentar a temperatura de austêmpera diminui LR, LE, para alongamento e impacto observa-se um máximo.	
INFLUÊNCIA NAS	Influência da temperatura Influência do tempo	Aumentar a temperatura de austêmpera diminui LR, LE, para alongamento e impacto observa-se um máximo. Comportamento semelhante ao da influência da temperatura	
INFLUÊNCIA NAS PROPRIEDADES	Influência da temperatura Influência do tempo Fração volumétrica de	Aumentar a temperatura de austêmpera diminui LR, LE, para alongamento e impacto observa-se um máximo. Comportamento semelhante ao da influência da temperatura Com o aumento da fração volumétrica de austenita háuma melhora	

4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para alcançar os resultados foram realizados os seguintes experimentos: 1) fusão da liga; 2) elaboração das matrizes iniciais 3) produção das amostras seguidas de resfriamento em água para estudo da cinética 4) produção de amostras austemperadas para estudo das propriedades mecânicas.

4.1 FUSÃO DA LIGA

A matéria prima foi fundida em forno comercial de indução a cadinho com capacidade para 350 kg de metal líquido na fundição UNISOCIESC. No processo de nodularização foi utilizada a liga FeSiMg com 6-7% Mg em aproximadamente 1450°C em panela com tampa intermediária e com capacidade aproximada para 60 Kg de metal. A inoculação foi efetuada com liga FeSiCaAl (75%Si) no jato de transferência para cada panela de vazamento. A temperatura do metal líquido no vazamento da panela para o molde variou de 1360 a 1405°C, para a produção de 60 blocos Y com dimensões conforme Figura 4.1 e norma ASTM A897M.



Figura 4.1: Dimensões do bloco Y, segundo norma ASTM A897M

Para a caracterização do material bruto de fundição foram retiradas (por amostragem) amostras para metalografia e dureza das áreas úteis de 3 blocos Y. A caracterização das amostras fundidas foi realizada nos laboratórios da UNISOCIESC.

A caracterização microestrutural e dureza Brinell se deu conforme Tabela 4.1, foi utilizado microscópio Olympus BX51 com software Image Pro Plus Versão 6.2, e durômetro Wolpert.

Tabela 4.1: Parâmetros e técnicas de caracterização para amostras fundidas

PARAMETRO	TÉCNICA
Tamanho da grafita (µm)	Microscopia óptica (*) (**) e
	software de análise de imagem
Grau de nodularização (%)	Microscopia óptica (*) (**) e
	software de análise de imagem
Quantidade das grafitas	Microscopia óptica (*) (**) e
(nódulo/mm ²)	software de análise de imagem
Fração volumétrica de cada	Microscopia óptica (*) e
fase (%)	software de análise de imagem
Dureza (HB)	Dureza Brinell (***).

(*) As amostras foram preparadas com procedimento convencional de metalografia (lixadas com lixas de carbeto de silício (d'água) 80, 120, 400, 800 e 1200 mesh, polidas com pasta de diamante 3 e 1 μ m, seguindo para ataque químico com Nital 2%).

(**) NBR6593/1981 – Morfologia da grafita em ferro fundido.

(***)Esfera de aço de 5mm de diámetro e carga de 750Kgf, tempo de indentação 12s. Para compor a média dos valores foram realizadas 3 medições.

As amostras foram usinadas em empresa terceirizada e ocorreu em duas etapas conforme Tabela 4.2.

ETAPA austenitiza	1: Cinética de ção na zona crítica	ETAPA 2: Propriedades Mecânicas		
Amostras	Dimensões	Amostras	Dimensões	
Metalografia	20mm x 15mm x	Impacto não	10mm x 10mm x	
	15mm	entalhado	55mm	
Raios-x	20mm x 20mm x	Tração	Figura 4.2	
	2mm	Metalografia	20mm x 15mm x	
			15mm	

Tabela 4.2: Usinagem das amostras.

Para os ensaios de tração foram utilizadas amostras do tipo rosca M12, conforme Figura 4.2.



D (mm)	d (mm)	L (mm)	$L_0 = 5 x d$ (mm)	$ \begin{array}{c} \mathbf{L_{c}} = \mathbf{L_{o}} + \mathbf{d} \\ (\mathbf{mm}) \end{array} $	R (mm)	L _t (mm)
M 12	8	± 25	40	48	10	Min. 95

Figura 4.2: Dimensões dos corpos de prova do ensaio de tração [NBR6916]

4.2 OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS INICIAIS

Mediante o objetivo de estudar a influência do estado inicial de um ferro nodular na cinética de austenitização dentro da zona crítica e nas propriedades mecânicas após austêmpera, neste capítulo, descreve-se como foram obtidas as amostras/matrizes iniciais.

4.2.1 Tratamentos Térmicos.

Os ciclos de tratamentos térmicos para a obtenção das amostras iniciais estão apresentados na Figura 4.3. Tem-se como objetivo a produção de amostras inicialmente bruta de fundição, perlítica, austenítica, ausferrítica, martensítica e ferrítica.



Figura 4.3: Ciclos de tratamentos térmicos para obtenção de distintas microestruturas em ferro nodular

Os tratamentos de normalização (matriz perlítica), recozimento (matriz ferrítica) e austenitização (matriz austenítica) foram realizados em fornos mufla sem controle de atmosfera. Enquanto que os tratamentos de têmpera (matriz martensítica) e austêmpera (matriz ausferrítica) foram realizados em banhos de sais específicos para cada temperatura utilizada.

A amostra inicialmente austenítica foi produzida conforme Figura 4.3 (b) e já em seguida, sem ser resfriada a temperatura ambiente, foi encaminhada para o tratamento isotérmicos na zona crítica.

Todos os tratamentos foram realizados na UNISOCIESC com exceção do tratamento de austenitização (matriz austenítica) que foi realizado na UFSC, devido à necessidade, de em seguida ser encaminhado ao tratamento isotérmico na zona crítica.

4.2.2 Caracterização das Amostras Iniciais.

As amostras inicialmente ferrítica, perlítica, martensítica, ausferrítica obtidas conformes tratamentos térmicos descritos no item 4.2.1 foram caracterizadas conforme Tabela 4.3.

Ta	abela 4.3: Parâmetros	e técnicas de	e caracterização	para amostras	iniciais

PARAMETRO	TECNICA		
Tamanho da grafita (µm)	Microscopia óptica (*) (**) e software de análise de imagem		
Grau de nodularização (%)	Microscopia óptica (*) (**) e software de análise de imagem		
Quantidade das grafitas (nódulo/mm ²)	Microscopia óptica (*) (**) e software de análise de imagem		
Distância Interlamelares da perlita	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)		
Teor de carbono na martensita	Difração de Raios-X		
Teor de carbono na austenita da ausferrita	Difração de Raios-X		
Fração volumétrica de cada	Microscopia óptica (*) e		
fase (%)	software de análise de imagem		
Dureza (HB) e microdureza	Dureza Brinell (***) Microdureza (HV) (****)		

(*) As amostras foram preparadas com procedimento convencional de metalografia (lixadas com lixas de carbeto de silício (d'água) 80, 120, 400, 800 e 1200 mesh, polidas com pasta de diamante 3 e 1 μ m, seguindo para ataque químico com Nital 2%). (**) NBR6593/1981 – Morfologia da grafita em ferro fundido.

(***) Esfera de aço de 5mm de diámetro e carga de 750Kgf, tempo de indentação 12s. Para compor a média dos valores foram realizadas 3 medições.

(****) Carga de 50g tempo de endentação de 10s.

As amostras (inicialmente martensítica e ausferríticas) foram analisadas por difração de raios-x (DRX), visando posteriores cálculos do teor de carbono na martensita e na austenita da ausferrita. Para as análises de difração de raios-x utilizou-se um equipamentoPhilips X'pert, com radiação CuK α .

Para amostra inicialmente ausferrítica foi realizado uma varredura de 2 θ de 40 a 117° com passos de 0,02° e velocidade de 2s. Já para a
amostra inicialmente martensítica foram realizadas duas varreduras uma de 40 a 110° com passos de $0,05^{\circ}$ e velocidade de 30s e outra, para identificar melhor os picos (202) e (220), de 90 a 110° com passo de $0,05^{\circ}$ e velocidade de 100s. As equações utilizadas para se determinar o teor de carbono na martensita e na austenita estão apresentadas no Anexo A.

4.3 CINÉTICA DE AUSTENITIZAÇÃO NA ZONA CRÍTICA

Para o estudo da cinética de austenitização, os tratamentos isotérmicos na zona crítica seguidos de resfriamento em água foram realizados na UFSC em forno mufla Jung modelo 3012.

As amostras foram catalogadas da seguinte forma: a primeira letra indica a matriz inicial (F - ferrítica, M - martensítica, P – perlítica, BF -Bruta de Fundição, A – austenítica, B – ausferrítica), seguida das letras T (Temperada) ou A (austemperada), logo após aparece o número que indica a temperatura de austenitização, e por último, o tempo de austenitização, por exemplo: FT795_2h (amostra inicialmente ferrítica, austenitizada a 795° por 2h seguido de têmpera em água). Se alguma condição ser reproduzida por algum motivo, será adicionado o número de repetição em frente ao código. Por exemplo: 2FT795_2.

A seguir têm-se detalhes de cada tratamento.

4.3.1 Determinação da Temperatura na Zona Crítica que Favorece a Produção de Aproximadamente 30% de Ferrita

Entre os objetivos específicos está determinar a melhor condição, na qual se obtém propriedades superiores as da norma técnica ASTM A897. Desta forma, após análise de dados expostos por (HAYRYNEN e KEOUGH, 2007), conclui-se que uma amostra com aproximadamente 30% de ferrita atinge valores requisitados pela norma.

Para obter amostras provenientes da zona crítica com aproximadamente 30% de ferrita, foram primeiramente, calculadas as temperaturas teóricas limites da zona crítica ($T_{sup} e T_{inf}$), referentes a composição química do material utilizado neste trabalho. Para determinar estas temperaturas teóricas foram utilizadas as equações 3.5 e 3.6.

A partir das temperaturas teóricas superior e inferior e de análises da literatura, (LOPES, 2009), (FRANCO, 2008) e (SANTOS, 2010) foi determinado: 1) a amostra utilizada nesta etapa do procedimento seria inicialmente ferrítica 2) a primeira condição do tratamento seria a temperatura de 795°C e tempo de 6h, conforme Figura 4.4. Neste tratamento isotérmico foi utilizado um forno mufla Junge modelo 3012.



Figura 4.4: (a) Esquema da parte do diagrama Fe-C-Si, identificando fases presentes; (b) ciclos de tratamento isotérmico utilizado para determinar a temperatura que proporciona aproximadamente 30% de ferrita

Na amostra resultante deste tratamento isotérmico (795°C/6h seguida de resfriamento em água) foi feita a caracterização microestrutural, conforme mostra a Tabela 4.4. Foram obtidas 10 imagens com ampliação de 100x e calculada a média das frações volumétricas de ferrita. Para este procedimento foi utilizado um microscópio óptico Olympus modelo BX60M com uma câmera digital acoplada Olympus P1, software de análise de imagem (IMAGO 2.4.02) e contagem manual por grade com 4941 pontos.

Já nesta primeira tentativa (795°C/6h) foram obtidos aproximadamente 30% de ferrita, sendo assim, não foram necessárias outras tentativas e/ou condições de tratamento isotérmico na zona crítica com objetivo de produzir aproximadamente 30% de ferrita. Após este procedimento, ficou decidido que a temperatura utilizada no trabalho seria de 795°C.

4.3.2 Tratamentos Isotérmicos de Austenitização Dentro da Zona Crítica Seguido de Têmpera.

Na primeira etapa as amostras foram amarradas em pares, sendo: ferríticas (F) com martensíticas (M) e perlíticas (P) com ausferríticas (B), posteriormente estas amostras foram posicionadas dentro de uma caixa de metal cobertas com grafite em pó para evitar descarbonetação, conforme Figura 4.5.



Figura 4.5: Esquema da disposição das amostras na caixa de metal dentro do forno

As duas caixas foram inseridas juntas em forno mufla Junge modelo 3012 em temperatura de 795°C. Para cada tempo do tratamento isotérmico foram tirados dois pares das amostras e resfriados em água a temperatura ambiente, conforme representado esquematicamente na Figura 4.6.



Figura 4.6: Esquema dos ciclos isotérmicos de austenitização dentro da zona crítica

O tempo foi cronometrado somente após a estabilização da temperatura, aproximadamente 10 mim depois das amostras serem inseridas no interior do forno. A temperatura foi monitorada todo o tempo por um termopar Salcas 1200K.

Na segunda etapa as amostras brutas de fundição foram tradadas nas mesmas condições citadas acima, porém sozinhas.

Numa terceira etapa foi realizado o tratamento isotérmico na zona crítica para amostras inicialmente austeníticas. O posicionamento das amostras (na caixa) e controle dos parâmetros do tratamento ocorreram conforme o procedimento da primeira etapa.

No entanto, estas amostras foram primeiramente austenitizadas em forno mufla (forno 1 - Junge modelo 7013) a 900°C por 2h. Após a austenitização, a caixa foi transferida imediatamente para o forno ao lado (forno 2) a 795°C e, assim seguiram os mesmos procedimentos das amostras com matrizes ferrítica, martensítica, perlítica e ausferrítica, conforme Figura 4.7



Figura 4.7: Esquema dos ciclos de tratamento para amostras inicialmente austenítica

As amostras obtidas foram caracterizadas de acordo com os parâmetros e técnicas apresentados na Tabela 4.4.

PARÂMEIRO	TÉCNICA		
	Microscopia ótica (*)		
Eração volumátrico do forrito	+		
Tração volumetrica de territa	Software de análise de		
	imagem		
Dureza e microdureza	Dureza (HB) (**) e		
(martensita)	Microdureza (HV) (***)		
Localização da martensita na			
matriz (contorno de célula	Microscopia ótica		
eutética, contorno de grafita)			
Distribuição da martensita			
(ilhas isoladas ou formando	Microscopia ótica		
redes)			

Tabela 4.4: Parâmetros e técnicas de caracterização utilizados em amostras tratadas isotermicamente na zona crítica seguida de resfriamento em água.

(*) As amostras foram preparadas com procedimento convencional de metalografia (lixadas com lixas d'água 120, 320, 600 e 800 mesh, polidas com pasta de diamante, seguindo para ataque químico de Nital 2%).

(**) Esfera de aço de 5mm de diámetro e carga de 750Kgf, tempo de indentação 12s. Para compor a média dos valores foram realizadas 3 medições.

(***) Carga de 10, 25 ou 50g tempo de endentação de 10s.

Na análise por microscopia óptica as amostras foram consideradas como se houvesse apenas duas fases (clara e escura), sendo a cor clara a ferrita e a cor escura a grafita, martensita e possíveis carbonetos.

Para esta técnica foram utilizadas, para cada amostra, 20 imagens com ampliação de 200x, com exceção das amostras inicialmente ferrítica e perlítica que foram utilizadas 10 imagens com ampliação de 100x.

Para obter a média da fração volumétrica somente de martensita se fez necessário o uso da técnica de quantificação manual (por grade). Nesta técnica utilizou-se para cada amostra 3 imagens com ampliação de 500x e grade com 4941 pontos.

Na medida de dureza Brinell foi utilizado um durômetro Wolpert nas condições mencionadas nas Tabela 4.3 e Tabela 4.4. Em cada amostra foi realizada 3 indentações, na qual os diâmetros das calotas obtidas foram medidos com o auxílio do microscópio óptico, sendo então, calculada a dureza utilizando-se da equação apresentada no Anexo B Foi utilizado um microdurometro Shimadzo HMV-2 para se determinar a microdureza da martensita. A carga utilizada variou de 10 a 50g dependendo do tamanho da colônia de martensita. Foi realizado 5 indentações por amostras e então calculada a média das mesmas.

Em algumas amostras foram necessárias análises por microscopia eletrônica de varredura - MEV. Para esta técnica as amostras foram preparadas através de metalografia convencional conforme Tabela 4.4.

4.4 CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

Para determinar as propriedades mecânicas foi necessário a produção de amostras austemperadas, uma vez que os dados de propriedades mecânicas encontrados na literatura e de interesses comerciais são de amostras austemperadas. Os tratamentos de austenitização isotérmica na zona crítica seguidos de austêmpera foram realizados em fornos de banho de sais no tratamento térmico da UNISOCIESC.

A seguir detalham-se todas as etapas do processo de austenitização seguida de austêmpera.

4.4.1 Reprodução dos Tratamentos Isotérmicos Dentro da Zona Crítica em Banho de Sal, Seguidos de Austêmpera Para Amostras de Ensaios Mecânicos.

Novos blocos Y foram tratados termicamente para a produção de matriz inicialmente ferrítica, perlítica, ausferrítica, e martensítica, conforme item 4.2.1. Os blocos Y (após tratados) foram encaminhados para a usinagem conforme Tabela 4.2. Para amostras inicialmente brutas de fundição os blocos Y foram diretamente usinados, uma vez que estes já possuem a matriz desejada.

Cada grupo de corpo de prova (por tipo de matriz inicial) foi embalado em telas de arame e penduradas em barras de ferro. Cada barra de ferro representou um tempo de tratamento isotérmico na zona crítica, conforme Figura 4.8. Todas as amostras foram imersas juntas no banho de sal a 795°C.



Figura 4.8: Esquema da posição das amostras no forno de banho de sal

As amostras austemperadas foram caracterizadas conforme Tabela 4.4.

4.4.1.1 Caracterização mecânica

Os ensaios mecânicos (tração e impacto) foram realizados no laboratório metalúrgico da Fundição Tupy. Os parâmetros obtidos em cada ensaio estão representados na Tabela 4.5.

Tabela 4.5: Parâmetros e técnicas de caracterização mecânica para amostras austemperada.

PARÂMEIRO	TÉCNICA		
Limite de resistência (MPa)			
Limite de Escoamento (MPa)	Encoire de tração (*)		
Alongamento (%)	Ensaio de tração (*)		
Deformação (%)			
Resistência ao impacto (J)	Ensaio de impacto (**)		

(*) Norma NBR 6892

(**) Norma NBR 6157 - amostra não entalhada

Foram reproduzidos 3 corpos de prova para cada condição de tratamento térmico e microestrutura inicial.

As amostras para ensaios de tração foram ensaiadas a temperatura ambiente, com velocidade de 10mm/min em máquina universal EMIC modelo DL60000, com software acoplado Tesc versão 3.04.

As amostras para ensaio de impacto também foram ensaiadas a temperatura ambiente utilizando de uma máquina Wolpert, tipo PW30 com martelo de 15kg.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir serão apresentados os resultados e discussões da presente tese, relacionando-os com dados da literatura.

5.1 CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL BRUTO DE FUNDIÇÃO

A composição química da liga do ferro nodular da referência foi desenvolvida de acordo com dados da literatura, conforme mostra a Tabela 5.1. Nesta tabela também é mostrada a T_{sup} e T_{inf} da zona crítica para esta composição química, segundo equações de HUMMER e WESTRHOLT, 1979 aput (GUESSER, 1992).

Tabela 5.1: Composição química do material fundido e temperaturas limites da zona crítica (Tsup e Tinf)

Elemento	С	Si	Mn	Ni	Mo	Cu	Mg	T _{sup} *	$\mathbf{T_{inf}}^*$
(%)	3,58	2,71	0,2	0,92	0,14	0,56	0,04	841°C	775°C

* Equações de HUMMER e WESTRHOLT, 1979 aput (GUESSER, 1992)

Observe que o teor de C e Si são suficientes para a produção de um ferro fundido ligeiramente hipereutético, ou seja, com carbono equivalente de 4,49%.

As microestruturas da amostra retirada do bloco Y representando o material bruto de fundição, são apresentadas na Figura 5.1.



Figura 5.1: Microestruturas da amostra brutas de fundição, a) amostra sem ataque químico – evidenciando as grafitas; b) amostra com ataque químico – evidenciando a matriz.

Como se pode observar na Figura 5.1a as amostras apresentaram distribuição de grafita homogênea e com alguns alinhamentos, o que é comum em ferro fundido nodular. A matriz, (Figura 5.1b) apresentou ferrítica/perlítica, tipicamente chamada "olho de boi".

A média dos resultados quantitativos de três amostras brutas de fundição (retiradas dos blocos Y) estão na Tabela 5.2.

- Curacterização da amostra si da de ranarção.				
Caracterização		Média		
Dureza (HB)		229		
Perlita (%)		42		
Ferrita (%)		48		
GRAFITA	Tamanho *	(6) - 7 - 8		
	Nodularização	96		
	Nódulos/ mm ²	223		
	Porcentagem	10		

Tabela 5.2: Caracterização da amostra bruta de fundição.

* Tamanho 6 corresponde a diâmetro de 30 a 60 μ m, tamanho 7 de 15 a 30 μ m e 8 menor que 1,5 μ m

O material apresenta dureza típica de um fundido nodular da classe 5007 (segundo norma, NBR 6916 - ASTM A 536). A maioria das grafitas apresentaram tamanho 7 e 8 e algumas, porém poucas, de tamanho 6.

5.2 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS INICIAIS

Na Figura 5.2 estão apresentadas as microestruturas iniciais das amostras utilizadas.



Figura 5.2: Microestruturas iniciais das amostras; (a) Ferrítica, (b) perlítica, (c) ausferrítica, (d) martensítica.

De acordo com os respectivos tratamentos térmicos, apresentados no item 4.2.1 para obter as matrizes: ferrítica, perlítica, ausferrítica e martensítica, teve-se sucesso, conforme mostra a Figura 5.2. Porém, em algumas amostras com as matrizes ausferrítica e martensítica foi possível observar, nas áreas de contorno de célula eutética, o efeito da segregação de elementos de liga. Elementos como Mn e Mo tendem a segregarem para contorno de célula eutética e aumentam demais a austemperabilidade nestes locais, sendo estas áreas, as últimas a serem transformadas de austenita para ausferrita e/ou martensita.

Na Tabela 5.3 estão expostas as médias dos valores da caracterização quantitativa para amostras iniciais (perlítica, ferrítica, ausferrítica e martensítica).

Caracter	rização	Ferrítica	Bruta de Fundição	Perlítica	Ausferrítica	Martensítica
Carbono austenita/	(%) /martensita	-	-	-	2,00	0,7
Distância	Distâncias Interlamelares (µm)		-	0,3	-	-
Fase (%)		90	42% perlita 48% Ferrita	89	90	90
Dureza (l	HB)	223	229	264	280	592
Microdur	eza (HV)	-	-	-	482	707
Grafita	Tamanho	(6) - 7- 8	(6) - 7 - 8	(6) - 7- 8	(6) - 7- 8	(6) - 7- 8
	Nodularização (GN)	91	96	94	88	87
	Nódulos/mm ² (n° N)	213	223	159	161	158
	Porcentagem (%)	10	10	11	10	10

Tabela 5.3: Caracterização das amostras iniciais para estudo da cinética

A porcentagem de grafita permaneceu inalterada. Para as amostras ausferrítica e martensítica a nodularização (88 e 87 respectivamente) apresentou-se inferior às amostras brutas de fundição, no entanto, permanecem dentro das especificações da norma ISO 1083.

O teor médio de carbono na martensita foi de 0,7% (dos valores calculados dos picos (110), (200) e (220) da martensita com sen 2θ - 44,62; 64,92 e 98,77 respectivamente), conforme dados extraídos do difratograma da Figura 5.3. A austenita da ausferrita apresentou teor de carbono de 1,87%, este dado foi calculado através de parâmetros obtidos do pico (200) da austenita com sen 2θ 50,13, Figura 5.4.



Figura 5.3: Difratograma da amostra inicialmente martensítica. A figura menor representa os picos (202) e (220) com maior tempo de varredura.



Figura 5.4: Difratograma da amostra inicialmente ausferrítica representando o pico (200) da austenita retida.

A Figura 5.5 mostra a microestrutura perlítica da amostra tratada termicamente para obter a matriz perlítica.



Figura 5.5: Matriz inicialmente perlítica com medidas interlamelares de perlita.

Foi medido o espaçamento interlamelar das cementitas, sendo que os valores ficam na faixa de 200nm a 400 nm.

5.3 ESTUDO DA CINÉTICA DE AUSTENITIZAÇÃO NA ZONA CRÍTICA PARA AMOSTRAS SEGUIDAS DE RESFRIAMENTO EM ÁGUA

A seguir serão apresentados os resultados e discussões para amostras inicialmente: bruta de fundição, austenítica, martensítica, perlítica, ausferrítica e ferrítica, austenitizadas na zona crítica, em forno mufla seguidas de resfriamento em água a temperatura ambiente.

5.3.1 Temperatura Na Zona Crítica Que Produziu 30% De Ferrita

Na amostra inicialmente ferrítica a temperatura na qual se obteve em média 30% de ferrita foi 795°C para austenitização na zona crítica em forno mufla. A Figura 5.6 ilustra a microestrutura obtida deste experimento.



Figura 5.6: Amostra inicialmente ferrítica austenitizada na zona crítica à 795°C por 6h e resfriada em água. G – grafita, F – ferrita, M – martensita. Ataque: Nital 2%.

Houve homogeneidade da matriz em toda a área observada da amostra (entre superfície e centro). A austenita (martensita a temperatura ambiente) apresentou-se em maiores concentrações nos contornos de célula eutética, conforme indicado por curvas na Figura 5.6. As transformações iniciam por estes locais devido a segregação de elementos de liga como Mn e Mo. Estes elementos aumentam a austemperabilidade do material dificultando a transformação de austenita em ferrita, portanto, quando resfriada em água a antiga austenita se transforma em martensita.

5.3.2 Caracterização das Amostras Austenitizadas a 795°C com Variação de Tempo Seguidas de Resfriamento em Água

Nas Figura 5.7, Figura 5.9, Figura 5.11, Figura 5.14, Figura 5.18 e Figura 5.20 são apresentadas as microestruturas resultantes do tratamento isotérmico dentro da zona crítica a 795°C para diferentes tempos e matrizes iniciais. A apresentação dos resultados foi subdividida por tipo de matriz inicial.

5.3.2.1 Matriz inicialmente bruta de fundição

Na Figura 5.7 estão apresentes as microestruturas obtidas do tratamento isotérmico dentro da zona crítica seguido de resfriamento em água para amostras inicialmente brutas de fundição.



Figura 5.7: Amostra inicialmente bruta de fundição austenitizada na zona crítica a 795°C por 0,5, 2,4,6,8 e 12h e resfriadas em água. G – grafita, P – perlita, F – ferrita e M - martensita, ataque: Nital 2%.

Na Figura 5.8 apresenta-se a influência do tempo na fração volumétrica de ferrita e a variação das durezas para as amostras BFT795 – inicialmente bruta de fundição austenitizada na zona crítica 795°C, seguida de resfriamento em água (têmpera).



Figura 5.8: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita, dureza e microdureza da matriz para amostras BFT795.

Observa-se na Figura 5.7 e Figura 5.8 que ocorre um aumento de ferrita entre os tempos de 0 e 4h, isso ocorreu devido a dissolução de cementita da antiga perlita. Somente após 4h apresentou-se maiores formações de austenita (martensita a temperatura ambiente), fazendo com que a fração volumétrica de ferrita diminua até 12h.

Devido a transformação de austenita (martensita a temperatura ambiente) a dureza tem um comportamento crescente até 12h. A microdureza da martensita é crescente até 6h, permanecendo constante para tempos maiores que estes.

Uma vez que a microdureza (indicador de carbono na austenita) permanece constante após 6h, pôde-se afirmar que a partir deste tempo atinge-se o equilíbrio de carbono na austenita (DARWISH e ELLIOT, 1993), (HERFURT, 2003) e (OGI, JIN, LOPER Jr., 1988). Enquanto que, em 12h ou mais deve-se atingir o equilíbrio da fração volumétrica de ferrita.

Até 4h o sistema utiliza de sua energia para dissolver as cementitas da perlita e apresenta-se com poucas transformações para martensita. A partir de 4h, há poucos carbonetos esferoidizados e maior transformação para martensita.

5.3.2.2 Matriz inicialmente austenítica

Na Figura 5.9 mostram-se as microestruturas de amostras austenitizadas em temperaturas acima da zona crítica para se obter matriz 100% austenítica, seguida de resfriamento à 795°C, onde permaneceram nos respectivos tempos dentro da zona crítica em seguida resfriadas em água.



Figura 5.9: Amostra inicialmente austenítica austenitizada na zona crítica a 795°C por 2, 4, 6, 8 e 12h e resfriadas em água. M– martensita, G– grafita, F - ferrita, ataque: Nital 2%.

Nas amostras inicialmente austenítica, Figura 5.9, a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ praticamente não ocorreu nos tempos utilizados neste trabalho. A pequena quantidade de ferrita observada foi transformada em locais próximos dos nódulos de grafita.

O tempo necessário para a transformação depende do coeficiente de difusão do carbono na austenita, que por sua vez depende da temperatura, conforme equação 5.1.

 $x = \sqrt{Dt}$

Equação 5.1

Onde: x = distância de difusão

D =coeficiente de difusão (em função da temperatura)

t = tempo

Os elementos substitucionais como Si, Cu, Mn, Mo, modificam o potencial químico do carbono, causando mudanças no tempo e estabilização das transformações para uma dada temperatura (SIKORA, MARTÍNZ, BASSO, 2011).

A variação de temperatura imposta do campo austenítico para o campo da zona crítica pode ter gerado pouca variação de energia (ΔG) e com isto a cinética de transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ foi mais lenta.

Os elementos Si e Cu que são grafitizante e, em geral, encontramse próximos da grafita. Já o Mn e Mo segregam em contorno de célula e são gamageneo (favorece a formação de austenita – γ). Isso pode justificar o aparecimento de ferrita principalmente em torno dos nódulos de grafita. Logo, nas regiões em torno dos nódulos de grafita a variação de temperatura imposta no tratamento teria sido suficiente (favorecendo a formação de ferrita), enquanto que regiões afastadas da grafita, a variação de energia (ΔG) pode não ter tido efeito marcante na cinética de transformação $\gamma \rightarrow \alpha$.

A Figura 5.10, ilustra a influência do tempo na fração volumétrica de ferrita e durezas para amostras AT795 – inicialmente austenítica austenitizada na zona crítica à 795°C seguida de resfriamento em água (têmpera).



Figura 5.10: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita, dureza e microdureza da matriz para amostras AT795.

Observa-se na Figura 5.10 que as amostras AT795 apresentam aumento pouco significativo na fração volumétrica de ferrita. Portanto, os valores de dureza permanecem constantes para todos os tempos utilizados no trabalho. Uma vez que a austenita (matriz inicial) já apresenta-se enriquecida de carbono, os valores de microdureza também permanecem inalterados desde 2h de tratamento isotérmico).

5.3.2.3 Matriz inicialmente martensítica

Na Figura 5.11 mostram-se as microestruturas de amostras inicialmente martensíticas que foram austenitizadas à 795°C onde permaneceram nos respectivos tempos dentro da zona crítica e resfriadas em água.



Figura 5.11: Microestruturas obtidas em austenitização na zona crítica a 795°C por 0,5,2,4,6,8 e 12h temperadas em água. G₂ – grafita secundária, M – martensita, M_i – martensita inicial e F – ferrita. Amostra inicialmente martensíticas, ataque: Nital 2%.

A Figura 5.12, ilustra a influência do tempo na fração volumétrica de ferrita e durezas para amostras MT795 - inicialmente martensítica austenitizada na zona crítica à 795°C seguida de resfriamento em água (têmpera).



Figura 5.12: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita, dureza e microdureza para amostras MI795.

Para as amostras inicialmente martensíticas é possível observar na Figura 5.12 que a fração volumétrica de ferrita é sempre decrescente até 12h. Tanto a dureza quanto a microdureza apresentam curvas sempre crescentes, logo, para estas amostras possivelmente o ponto de equilíbrio da fração volumétrica de ferrita e dureza esteja em tempos maiores que dos aqui estudados.

As amostras apresentam transformações para austenita (martensita a temperatura ambiente) nos contornos de célula eutética, ocasionada pela segregação de elementos de liga, em particular Mn e Mo; e nos contornos de grão da ferrita que pode ser atribuída a facilidade da difusão de carbono, fator relevante em tratamentos térmicos a baixas temperaturas.

Para estas amostras com matriz inicialmente martensítica esperavase uma cinética de transformação elevada, devido a distribuição uniforme de carbono na matriz, no entanto, não foi o que ocorreu. Nas amostras inicialmente martensíticas, a martensita (TCC com $\approx 0.7\%$ C, em temperaturas na zona crítica), deve se transformar em ferrita (CCC com \approx 0.02%C) mais austenita (CFC com $\approx 0.48\%$ C). Porém, especialmente nas amostras inicialmente martensíticas ocorreu o fenômeno de grafitização secundária (Figura 5.13) nunca antes identificado na literatura de materiais austenitizados na zona crítica. A presença de grafita secundária em toda a matriz da amostra com matriz inicialmente martensítica está relacionada com ao excesso de carbono que migrou da martensita para possibilitar a formação de ferrita e austenita.

Durante a austenitização na zona crítica a martensita (que perde carbono) forma finos carbonetos de transição, que rejeitam o Si para se transformar em cementita. Devido a difícil difusão de Si (átomo substitucional) na ferrita, na interface ferrita/cementita haverá excesso de Si. Uma vez que o Si é grafitizante, nas interfaces ferrita/cementita ocorre aglomerados de carbonos, que coalescem formando partículas de grafita secundárias. (ASKELAND e FARINEZ, 1979), (CHAKRABARTI e DAS, 1975).



Figura 5.13: Microestruturas mostrando grafitização secundária obtidas em amostra inicialmente martensítica austenitizada na zona crítica a 795°C por 12h seguida de resfriamento em água, ataque: Nital 2%.

5.3.2.4 Matriz inicialmente perlítica

Na Figura 5.14 mostram-se as microestruturas de amostras inicialmente perlíticas que foram austenitizadas à 795°C onde permaneceram nos respectivos tempos dentro da zona crítica e resfriadas em água.



Figura 5.14: Amostra inicialmente perlítica austenitizada na zona crítica a 795°C por 2,4,6,8 e 12h seguida de resfriamento em água, ataque: Nital 2%.

Na Figura 5.15, apresenta-se a influência do tempo na fração volumétrica de ferrita e durezas para amostras PT795 – inicialmente perlítica austenitizada na zona crítica à 795° seguida de resfriada em água.



Figura 5.15: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita, dureza e microdureza para amostras PT795.

Segundo a Figura 5.15 os pontos e patamares de equilíbrio apresentam-se nítidos. O equilíbrio em relação a fração volumétrica de ferrita é atingido em 6h de tratamento isotérmico na zona crítica, porém o equilíbrio do teor de carbono na martensita é alcançado após 8h. Estas amostras (inicialmente perlíticas) já provêm inicialmente de lamelas de ferrita e de cementitas, possibilitando maior distribuição de carbono na matriz.

Tanto amostras inicialmente martensíticas quanto inicialmente perlíticas apresentam transformações nos contornos de célula eutética e de grão da ferrita. Diferente das amostras inicialmente martensíticas, amostras inicialmente perlíticas, com tempo de 2h, as transformações para austenita (martensita a temperatura ambiente) iniciam-se nos contornos de grão de ferrita, enquanto que nos contornos de célula eutética encontram-se carbonetos esferoidizados (Figura 5.16). Após 4h de tratamento isotérmico ocorrem transformações de austenita (martensita a temperatura ambiente) também nos contornos de célula eutética, enquanto que os carbonetos não dissolvidos permanecem no interior da martensita (antiga austenita), Figura 5.17.



Figura 5.16: Aglomerados de carbonetos da perlita esferoidizados e martensita nos contornos de grão da ferrita. C – carboneto, M – martensita. Amostra PT795_2h, ataque: Nital 2%.

Nas amostras inicialmente perlíticas austenitizadas na zona crítica por 4, 6, 8 e 12h (Figura 5.14) não foi possível observar carbonetos esferoidizados nos contornos de célula eutética e de grão de ferrita, mas sim, no interior da atual martensita. Estes carbonetos permaneceram na amostra mesmo após 12h de tratamento, Figura 5.17. Este comportamento se difere dos encontrados por (FRANCO, 2008), citando que, em amostras previamente perlíticas, austenitizadas a 770°C, houve total dissolução dos carbonetos após 7h de tratamento.



Figura 5.17: Carbonetos não dissolvidos no interior da martensita. F – ferrita, M – martensita, G – grafita e C – carboneto. Amostra PT795_12h, ataque: Nital 2%.

Pelo fato das amostras inicialmente perlíticas apresentarem e iniciarem suas transformações nos contornos de grãos de ferrita e posteriormente nos contornos de célula eutética, estas amostras apresentam melhor distribuição de martensita quando comparadas com amostras inicialmente ferrítica, bruta de fundição, austenítica e martensíticas, com exceção das amostras inicialmente ausferrítica (mencionada a seguir).

5.3.2.5 Matriz inicialmente ausferrítica

Na Figura 5.18 mostram-se as microestruturas de amostras inicialmente ausferríticas que foram austenitizadas à 795°C onde permaneceram nos respectivos tempos dentro da zona crítica e resfriadas em água.



Figura 5.18: Microestruturas obtidas em austenitização na zona crítica a 795°C por 2, 4, 6, 8 e 12h resfriadas em água. Amostra inicialmente ausferrítica, ataque: Nital 2%.

A Figura 5.19, ilustra a influência do tempo dentro da zona crítica na fração volumétrica de ferrita e durezas para amostras BT795 – inicialmente ausferrítica austenitizadas na zona crítica à 795°C seguido de resfriamento em água (têmpera).



Figura 5.19: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita, dureza e microdureza para amostras BT795.

As amostras BT795 foram as que apresentaram cinética da transformação mais rápida para o equilíbrio de teor de carbono na martensita, Figura 5.19 (4h foram suficientes). Já o equilíbrio em função da fração volumétrica de ferrita deve estabilizar por volta de 6h.

As microestruturas das amostras BT795 foram as que apresentaram matriz mais refinada, com maior distribuição de ferrita e austenita (martensita a temperatura ambiente). Isto ocorreu devido à disposição das fases na microestrutura inicial. A microestrutura inicial (ausferrítica) já procede com 30-40% de austenita saturada em carbono e ferrita, Figura 3.43. No momento em que o material é mantido na temperatura da zona crítica, toda esta austenita saturada deverá perder carbono, que por sua vez, deverá difundir até os nódulos de grafita. Apesar da matriz já apresentar ferrita e austenita bem distribuída, a maior concentração de austenita (martensita a temperatura ambiente) ainda fica nos contornos de célula eutética, devido a maior facilidade de difusão do carbono nestes locais e a diferença de superesfriamento devido a presença de Mn e Mo.

5.3.2.6 Matriz inicialmente ferrítica

Na Figura 5.20 mostram-se as microestruturas de amostras inicialmente ferríticas que foram austenitizadas à 795°C onde permaneceram nos respectivos tempos dentro da zona crítica e resfriadas em água.



Figura 5.20: Amostra inicialmente ferrítica austenitizada na zona crítica a 795°C por 2, 4, 6, 8 e 12h e resfriadas em água. M – martensita, F – ferrita, ataque: Nital 2%.

Na Figura 5.21 apresente-se a influência do tempo na fração volumétrica de ferrita e durezas para amostras FT795.



Figura 5.21: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita, dureza e microdureza para amostras FI795.

Para amostras inicialmente ferrítica não foi possível identificar os pontos e patamares de equilíbrio para nenhum tempo estudado, Figura 5.21.

As amostras inicialmente ferrítica iniciaram suas transformações nas áreas de contornos de célula eutética e de grão de ferrita. Isto se deve ao fato que a ferrita (0,02%C), na temperatura do tratamento isotérmico (795°C), precisa se transformar em austenita (0,48%C), o que leva a necessidade de movimentação de carbono. O carbono (dos nódulos de grafita) difunde através dos locais de maior energia e desordem atômica, transformando a ferrita em austenita próximo destes locais.

Outro fator que pode ser levado à discussão é a concentração de elementos de ligas como Mn e Mo nos contornos de célula eutética e de grão. Estes elementos "alteram" as posições linhas de equilíbrio das transformações para temperaturas mais baixas (este efeito causaria uma diferença de condições de superesfriamento (Δ T) ao longo da microestrutura). No entanto, no item 3.2.1.1 verifica-se que Mn e Mo possuem pouco efeito na temperatura de austenitização.

A amostra FT_2h não apresentou transformações aparentes ao microscópio óptico. Isto significa que a manutenção em forno mufla de 2h na temperatura (795°C) dentro da zona crítica não foi suficiente para iniciar as transformações. Estes dados são adversos dos encontrados na

literatura em geral, a qual menciona que para estes mesmos tempos as transformações já encontram-se em equilíbrio. No entanto, alguns autores como (ERDOGAN, CERAH, KOCATEPE, 2005.) utilizaram materiais sem adição de Cu e Ni, elementos que aumentam a austemperabilidade do material.

5.3.2.7 Fração volumétrica de ferrita proeutetóide.

Na Figura 5.22 estão apresentadas as frações volumétricas de ferrita obtidas das amostras das Figura 5.7 Figura 5.9, Figura 5.11, Figura 5.14, Figura 5.18 e Figura 5.20.



Figura 5.22: Frações volumétricas de ferrita em função do tempo de austenitização na zona crítica para diferentes matrizes iniciais. Amostras seguidas de resfriamento em água.

Observa-se na Figura 5.22, que a fração volumétrica de ferrita aumenta ou diminui com o tempo dependendo da microestrutura inicial da amostra quantificada. Foram realizados ensaio adicionais para confirmar as tendências da Figura 5.22, estres resultados estão presentes no anexo C.

Na Figura 5.22 mostra-se que as amostras inicialmente ferríticas apresentaram uma redução na fração volumétrica de ferrita com o tempo

de austenitização na zona crítica. Enquanto as amostras inicialmente brutas de fundição e perlíticas apresentaram um pico de ferrita em 4h e a matriz martensítica apresenta um pico em 2h.

Amostras inicialmente martensíticas não apresentam nenhuma quantidade de ferrita antes do tratamento isotérmico na zona crítica. No entanto, logo nos primeiros minutos na zona crítica, a martensita inicia uma reorganização na sua rede cristalina, expulsando carbono, precipitando pequenas grafitas secundárias e finos carbonetos. Nas amostras com matriz inicialmente martensítica em 2h de tratamento isotérmico na zona crítica, apresentou-se uma matriz com aproximadamente 65% de ferrita, muitas grafitas secundária e nos contornos de célula eutética teve-se início as transformações para austenita, Figura 5.11. A partir do tempo de 2h, a fração volumétrica de ferrita diminui até 12h, a quantidade de austenita (martensita a temperatura ambiente) aumenta e as grafitas secundárias ficam maiores e arredondas, Figura 5.11.

Nas amostras inicialmente perlítica e bruta de fundição ocorreram comportamentos semelhantes, um pico da fração volumétrica de ferrita entre 2 e 4h. Isso ocorreu por que em 2h tinha-se significativas quantidades de carbonetos esferoidizados, o que reduz a fração volumétrica de ferrita. Em 4h de tratamento isotérmico na zona crítica muitos dos carbonetos foram dissolvidos, enquanto a fração volumétrica de austenita continua aumentando com o tempo, Figura 5.14. Para estas amostras a fração volumétrica de ferrita mantem-se constante em após 6h de tratamento isotérmico na zona crítica.

A amostra PT_2h apresenta menor transformação para austenita quando comparada com a amostra MT_2h (Figura 5.11 e Figura 5.14). No entanto, este resultado não fica evidente na Figura 5.22, pois a elevada quantidade de carboneto (na amostra PT_2h) contribui significativamente para reduzir a quantidade de ferrita. Portanto, a amostra inicialmente martensítica apresenta maior <u>cinética inicial de transformação</u> quando comparada com amostra inicialmente perlítica.

As amostras inicialmente ausferríticas foram as quem apresentaram melhores resultados, seguindo para as amostras inicialmente perlíticas. A cinética mais lenta se deu para as amostras inicialmente ferríticas, fatores explicados anteriormente.

5.3.2.8 Dureza e Microdureza

A Figura 5.23 mostra os valores de dureza Brinell (HB) para as amostras com matrizes inicialmente ferrítica, perlítica, bruta de fundição e ausferrítica e austeníticas resfriadas em água.



Figura 5.23: Dureza em função do tempo para as amostras resfriadas em água a partir da zona crítica com diferentes matrizes iniciais.

Os valores de dureza para as amostras austenitizadas na zona crítica e resfriadas em água não apresentaram significativas variações em relação ao tempo de austenitização. Em relação ao tipo de microestrutura inicial, as amostras com carbonetos não dissolvidos (inicialmente perlítica – PT795 e bruta de fundição – BFT795) e com matriz inicialmente ausferrítica apresentaram maiores durezas.

Na Figura 5.24 e Figura 5.24Figura 5.25 apresentam-se os valores de microdureza da martensita austenitizadas na zona crítica seguidas de resfriamento em água e a tendência destes resultados em relação ao tempo de austenitização na zona crítica, respectivamente.



Figura 5.24: Microdureza da martensita em função do tempo para as amostras temperadas da zona crítica com diferentes matrizes iniciais. Amostras seguidas de têmpera.

Devido a amostra FT_2h não apresentar martensita, a Figura 5.24 não apresenta valor de microdureza para esta condição. A amostra PT_2h apresentou áreas de martensita muito pequenas que dificultaram as medições da microdureza. Portanto, o valor apresentado na Figura 5.24 deve ser considerado como orientativo, uma vez que, a medida pode conter interferência da fase ferrítica.

Conforme visto no item 3.2.1.2, fazer uso da microdureza da martensita é mais adequado do que fazer a quantificação das fases para determinar o tempo que o sistema atinge o equilíbrio. A partir dos dados da Figura 5.24 e análises adicionais, conforme Anexo D, foi extraído as linhas de tendências das microestruturas, as quais, estão mostradas na Figura 5.25. Estas tendências correspondem a dureza da martensita das amostras com as diferentes matrizes iniciais após variação do tempo de austenitização dentro da zona crítica (795°) e resfriamento em água.



Figura 5.25: Tendências da microdureza da martensita em função do tempo de austenitização zona crítica com diferentes matrizes iniciais. Amostras seguidas de têmpera.

Segundo Figura 5.25, as amostras inicialmente brutas de fundição apresentaram maiores valores de microdureza. Para estas amostras os valores de microdureza estabilizaram a partir de 6h de tratamento isotérmico na zona crítica.

As amostras inicialmente brutas de fundição, austenítica, e perlítica foram as que apresentaram maiores valores de microdureza, respectivamente. As amostras inicialmente perlíticas possuem carbonetos esferoidizados no interior do grão de martensita, Figura 5.17.

As amostras inicialmente perlíticas apresentam cinética de transformação mais rápida que as amostras inicialmente martensíticas até aproximadamente 8h, no entanto a cinética de saturação de carbono na austenita (martensita a temperatura ambiente) é mais rápida para as amostras inicialmente martensíticas. Isso ocorre provavelmente por que o carbono da martensita encontra-se livre na microestrutura desde o início do tratamento isotérmico, enquanto que nas amostras inicialmente perlítica, a cementita (fonte de carbono distribuída) precisa ser dissolvida antes mesmo do início da saturação da austenita (martensita a temperatura ambiente).
Na sequência estão as amostras inicialmente ausferrítica que possui a cinética (tanto de transformação quanto de saturação de carbono) mais rápida. A partir de 6h de tratamento isotérmico na zona crítica estas amostras também permaneceram com valores de microdureza inalterados.

5.4 ESTUDO DA CINÉTICA DE AUSTENITIZAÇÃO NA ZONA CRÍTICA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS AMOSTRAS AUSTEMPERADAS

5.4.1 Caracterização das Amostras Iniciais

A Figura 5.26 mostra as microestruturas com as matrizes iniciais ferrítica, perlítica, ausferrítica, martensítica e bruta de fundição utilizadas no estudo da cinética de austenitização e propriedades mecânicas de amostras austemperadas



Figura 5.26: Microestruturas iniciais das amostras para propriedade mecânica; a) Ferrítica, b) perlítica, c) ausferrítica, d) martensítica, e) bruta de fundição. F – ferrita, P – perlita, A – austenita, M – martensita, ataque: Nital 2%.

Todas as matrizes apresentaram as microestruturas desejadas e homogêneas adequadas para a continuidade do experimento.

A caracterização quantitativa das amostras iniciais apresentadas na Figura 5.26 estão apresentados na Tabela 5.4.

Caracterização		Ferrítica	Perlítica	Bruta de Fusão	Ausferrítica	Martensítica
Carbono (%) austenita/martensita		-	-	-	1,49	0,5
Fase (%)		100	100	42 (perlita)	100	100
Dureza (HB)		157	286	184	292	433
Microdureza (HV)		-	-	-	-	780
Grafita	Tamanho	(6) - 7- 8	(6) - 7- 8	(6) - 7- 8	(6) - 7- 8	(6) - 7- 8
	Nodularização	93	97	96	92	94
	Nódulos/mm ²	212	206	223	193	235
	Porcentagem	10	10	10	10	10

Tabela 5.4: Caracterização das amostras iniciais para o estudo de austêmpera.

Na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** Figura 5.27 estão presentes os difratogramas das amostras martensíticas e ausferríticas.



(B)

Figura 5.27: Difratograma da amostra para propriedade mecânica inicialmente martensítica (A) e inicialmente ausferrítica, representando o pico [200] da austenita retida (B).

As análises de difração de raios-x foram realizadas com o objetivo de quantificar o teor de carbono na martensita e austenita da ausferrita.

5.4.2 Caracterização das Amostras Austemperadas

A seguir serão apresentados os resultados das amostras austenitizadas na zona crítica seguidas de austêmpera para diferentes matrizes iniciais.

5.4.2.1 Matriz inicialmente bruta de fundição

Na Figura 5.28 estão presentes as microestruturas inicialmente bruta de fundição após serem austenitizadas na zona crítica à 790°C e austemperadas à 350°C por 2h.



Figura 5.28: Mostra a matriz inicialmente bruta de fundição após austenitização à 795°C por 2, 6 e 12h e austêmpera a 350°C por 2h. Ataque: Nital 2%.

As amostras BFA795 – inicialmente bruta de fundição austenitizada à 795°C seguida de austêmpera, apresentaram elevada cinética de transformação. Em 2h de tratamento isotérmico a amostra apresentou predominantemente ausferrítica nas áreas da antiga perlita e ferrita próximo das grafitas, conforme mostrado na Figura 5.28. No entanto, foi possível identificar (amostras BFA795_2) em meio a ausferrita placas de cementita da antiga perlita, conforme indicado na

Figura 5.29. Este comportamento não foi observado nas amostras com maiores tempos de tratamento.



Figura 5.29: Microestruturas obtidas em austenitização na zona crítica a 795°C por 2 e austêmpera a 350°C por 2h. Amostra inicialmente bruta de fusão, ataque: Nital 2%.

Outro fator observado foi a presença de grafitas secundárias em torno de grafitas primárias, indicadas na Figura 5.30.



Figura 5.30: Presença de grafita secundária na interface grafita/ferrita para amostras BFA_2h, ataque: Nital 2%.

Conforme visto na revisão bibliográfica, amostras martensítica, perlíticas e bruta de fundição podem apresentar grafitas secundárias. Diferente de amostras inicialmente martensítica, as amostras inicialmente brutas de fundição apresentaram grafitas secundárias na interface grafita/ferrita Figura 5.30.

Como mencionado na discussão do item 5.3.2.3, a grafita secundária precipita em locais ricos em Si. Amostras perlíticas e brutas de fundição apresentam cementita distribuída em toda a matriz. A cementita por sua vez, não dissolve Si, logo, a maior concentração de Si nestas microestruturas está em torno da grafita, portanto, locais de precipitação de grafita secundária.

A cinética de transformação inicial de austenitização na zona crítica foi mais rápida para as amostras austenitizadas em banho de sal do que para as mesmas realizadas em forno mufla. Um exemplo é comparando a Figura 5.7 (BFT795) e Figura 5.28 (BFA795). Em duas horas de tratamento isotérmico em forno mufla, a amostra BFT795_2 apresentou pouquíssima transformação nos contornos de célula eutética, enquanto que para o mesmo tempo em banho de sal (amostra BFA795_2) a transformação é muito mais evidente. Este fato está diretamente relacionado com o meio com que as amostras receberam energia, ou seja, da transferência de calor do meio.

A Figura 5.31, mostra a influência do tempo na fração volumétrica de ferrita para as amostras BFA795 e BFT795 e da dureza para a amostra BFA795.



Figura 5.31: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita para amostras BFA795 e BFI795 e dureza para amostra BFA795.

Observa-se que para ambas amostras (BFT795 e BFA795) a estabilidade da fração volumétrica de ferrita é alcançada em 6h de tratamento isotérmico. Para tempos menores que este as amostras BFT795 apresentam um aumento na fração volumétrica de ferrita, devido a dissolução de cementita, enquanto que nas amostras BFA795 as transformações são mais rápidas e a fração volumétrica de ferrita apresenta uma leve queda.

Há um aumento na fração volumétrica de ferrita entre 2 e 6h para amostras BFA795 (Figura 5.31), porém, para este mesmo intervalo de tempo a dureza permaneceu constante. Este comportamento provavelmente é devido a presença de carbonetos em baixos tempos de austenitização na zona crítica (Figura 5.29).

Em seguida é apresentado os resultados do comportamento mecânico proveniente de ensaio de tração (alongamento, limite de resistência e limite de escoamento) e impacto para as amostras BFA795. A literatura não apresenta dados de impacto para ADIs duais, com exceção de (LOPES, 2009), portanto, os primeiros dados de impacto de ADIs produzidos a partir de diversas matrizes iniciais são apresentados neste trabalho.



Figura 5.32: Influência do tempo e fração volumétrica de ferrita nas propriedades mecânicas para amostras BFA795.

Em todas as condições de tratamento isotérmico para amostras BFA795 não se atingiu valores requisitados pela norma ASTM A897, por falta de resistência, porém, apresenta-se excesso de alongamento Figura 5.32. Observa-se que para tempos de 12h houve redução significativa no desvio padrão para o alongamento, impacto e resistências, Figura 5.32, o que reflete menor segregação e maior estabilidade, uma vez que a fração volumétrica de ferrita é muito similar.

Na Figura 5.32 observa-se também, aparente contradição. Com aumento da fração volumétrica de ferrita há o aumento de resistências (limite de resistência e de escoamento). Uma vez que os valores de resistências apresentam-se muito próximos pode-se afirmar que isto ocorreu por falta de estabilidade da amostra BFA795_2h e possível presença de grafitas secundárias, Figura 5.30.

Uma vez que as amostras não atingiram valores solicitados pela norma apenas por falta de resistências (porém com maior valor de alongamento) uma alternativa seria diminuir a fração volumétrica de ferrita. Em termos práticos aumenta-se a temperatura de austenitização na zona crítica, porém enfatiza-se que mesmo em temperaturas superiores a 795°C espera-se longos tempos para oportunizar a homogeneização da composição química

5.4.2.2 Matriz inicialmente martensítica

Na Figura 5.33 estão presentes as microestruturas inicialmente martensítica após serem austenitizadas na zona crítica à 790°C e austemperadas à 350°C por 2h.



Figura 5.33: Mostra a matriz inicialmente martensítica após austenitização à 795°C por 2, 6 e 12h e austêmpera a 350°C por 2h. Ataque: Nital 2%.

As amostras MA795 apresentaram-se muito semelhantes em todos os tempos de austenitização na zona crítica. Todas as amostras apresentaram-se refinadas, com ausferrita tanto nos contornos de célula como em volta dos nódulos de grafita. Este aspecto é resultado de uma microestrutura inicial martensítica também refinada e com carbono homogeneizado em toda a matriz de forma indireta, o que possibilita maior cinética de transformação. Em todas as amostras MA795 se observou grafitas secundária, indicadas por setas na Figura 5.34.



Figura 5.34: Microestruturas obtidas em austenitização na zona crítica a 795°C seguidas de austêmpera a 350°C por 2h. Amostras (a) MA_2h e (b) MA_6h.

Visualmente é possível notar que a fração volumétrica de grafita secundária diminui com o tempo de austenitização na zona crítica. Acredita-se que o tamanho dessas grafitas devem aumentar com o tempo de tratamento isotérmico, no entanto, não foi possível quantificar se isso ocorreu.

Por outro lado, as amostras MA795 apresentaram (visualmente) menos grafita secundária que as amostras MT795. A grafitização secundária ocorre pelo fato que o carbono (em excesso na matriz) não chega até a grafita primária, por vários motivos: 1. Longas distâncias entre nódulos de grafita; 2. Impossibilidade de difusão (redução do potencial químico do carbono influenciado por elementos de liga, Si, por exemplo); 3. Energia insuficiente para difusão; 4. Elevadas quantidades de discordâncias (BURKE, 1960). Portanto, o fato das amostras MA795 apresentarem menos grafita secundária comparadas com as amostras MT795 está relacionado com a diferença de aporte energético/térmico entre os tratamentos em forno mufla e banho de sal.

Na Figura 5.35 apresenta-se a fração volumétrica de ferrita para amostras MA795, MT795 e 2MT795 e a dureza para amostras MA795 em função do tempo de austenitização na zona crítica.



Figura 5.35: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita para as amostras MA795, MI795, 2MI795 e dureza para amostra MA795.

Diferente das amostras MT795, que a fração volumétrica de ferrita diminui até 12h, as amostras MA795, a fração volumétrica de ferrita e dureza estabilizam em 6h de tratamento.

Na Figura 5.35 observa-se que em tempos inferiores a 6h os comportamentos em relação a fração volumétrica de ferrita das amostras MT795 e MA795 são adversos. As amostras MA795 apresentaram cinética mais rápida, (com transformação para ausferrita nas primeiras 2h), enquanto que nas amostras MT795 em 2h de tratamento isotérmico a amostra apresentou-se com aproximadamente 70% de ferrita.

Na Figura 5.36 é apresentado os resultados do comportamento mecânico proveniente de ensaio de tração (alongamento, limite de resistência e limite de escoamento) e impacto para as amostras MA795.



Figura 5.36: Influência do tempo e fração volumétrica de ferrita nas propriedades mecânicas para amostras MA795.

Para todos os tempos de austenitização na zona crítica as amostras MA795 atingiram os valores requisitados por norma, Figura 5.36. Houve queda nos valores de alongamento e impacto após 6h de tratamento isotérmico na zona crítica, porém, estes valores são melhores

compreendidos quando analisados em função da fração volumétrica de ferrita.

Os valores de resistência e escoamento apresentam-se coerentes com as microestruturas, as resistências diminuem com o aumento da fração volumétrica de ferrita. Após 6h de tratamento os valores de limite de resistência e escoamento permanecem inalterados, uma vez que as frações volumétricas de ferrita para 6 e 12h são muito próximas (iguais se considerar os desvios padrão). Os valores de alongamento para amostras austenitizadas por 12h (\approx 21% de ferrita) mostra-se inferior ao de 2h (\approx 10% de ferrita). Este comportamento pode estar relacionado com a presença e crescimento de grafitas secundárias, porém não quantificadas nesse trabalho.

5.4.2.3 Matriz inicialmente perlítica

Na Figura 5.37 estão presentes as microestruturas inicialmente perlítica após serem austenitizadas na zona crítica à 790° C e austemperadas à 350° C por 2h.



Figura 5.37: Mostra a matriz inicialmente perlítica após austenitização à 795°C por 2, 6 e 12h e austêmpera a 350°C por 2h. Ataque: Nital 2%.

As amostras austenitizadas na zona crítica proveniente de matriz inicialmente perlítica apresentaram-se, de forma geral, com colônias de ausferrita refinadas e placas de carbonetos, Figura 5.37. Nestas amostras também foi possível observar maiores transformações nos contornos de célula eutética, devido a segregação de elementos químicos.

A Figura 5.38 mostra placas de carbonetos ainda encontrados nas amostras PA795_2 – amostras inicialmente perlítica austenitizada a 795°C por 2h seguida de austêmpera



Figura 5.38: Microestruturas obtidas da austenitização na zona crítica a 795°C por 2 e austêmpera a 350°C por 2h. Amostra inicialmente perlítica com a presença de placas de carbonetos, ataque: Nital 2%.

Diferente da amostra PT795_2h que apresentou carbonetos esferoidizados nos contornos das células e alguma austenita (martensita a temperatura ambiente) nos contornos de grãos de ferrita, Figura 5.14, a amostra PA795_2h apresentou pequenas e distribuídas placas de carbonetos em meio a alguma transformação austenítica (ausferrita a temperatura ambiente), Figura 5.38. Em tempos de 6 e 12h os carbonetos começam a ser dissolvidos dando lugar a ausferrita, preferencialmente nos contornos de célula eutética e de grão de ferrita, Figura 5.39.



Figura 5.39: Microestruturas obtidas em austenitização na zona crítica a 795°C por 12 e austêmpera a 350°C por 2h. Amostra inicialmente perlítica, mostrando poucos carbonetos esferoidizados, ataque: Nital 2%.

Na Figura 5.40 analisa-se a influência do tempo na fração volumétrica de ferrita e dureza das amostras PA795.



Figura 5.40: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita para as amostras PA795, PT795, 2PT795 e dureza para amostra PA795.

Observa-se na Figura 5.40 que as amostras PA795 apresentam equilíbrio de fase em função da fração volumétrica de ferrita após 6h de tratamento isotérmico na zona crítica. Nota-se que para tempos inferiores a 6h as tendências entre PA795 e PT795/2PT795 são opostas. Este comportamento, também ocorreu com outras amostras como BFA795 e MA795. Isto ocorreu devido a cinética de transformação inicial para amostras austenitizadas em forno mufla ser mais lentas que amostras austenitizadas em banho de sal.

A Figura 5.41 apresenta os resultados do comportamento mecânico (alongamento, limite de resistência e limite de escoamento) e impacto para as amostras PA795.



Figura 5.41: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita e dureza para amostras PA795.

Conforme observado na Figura 5.41, os valores de limites de resistência e escoamento mostram-se superiores aos requisitados pela norma ASTM A897. Nota-se também que para tempos de 6 e 12h estes valores permanecem inalterado.

O alongamento apresenta-se inferior ao especificado pela norma ASTM A897, devido a presença de carbonetos não dissolvidos mesmo em 12h de tratamento isotérmico na zona crítica, Figura 5.42.



Figura 5.42: Identificação de carbonetos em placas na amostra PA795_12h, ataque: Nital 2%.

5.4.2.4 Matriz inicialmente Ausferrítica

Na Figura 5.43 estão presentes as microestruturas inicialmente ausferrítica após serem austenitizadas na zona crítica à 790° C e austemperadas à 350° C por 2h.



Figura 5.43: Mostra a matriz inicialmente ausferrítica após austenitização à 795°C por 2, 6 e 12h e austêmpera a 350°C por 2h. Ataque: Nital 2%.

As amostras BA795 (Figura 5.43) apresentaram tanto a cinética quanto os aspectos microestruturais muito semelhante às amostras MA795 (Figura 5.33). Observa-se nessas microestruturas ausferrita bem refinada e homogênea (tanto nos contornos de célula eutética como em torno da grafita. No entanto, para a amostra BA795_6h, foi possível notar maior fração volumétrica de ausferrita nos contornos de célula eutética. As amostras BA795 foram as que apresentaram maior cinética de transformação comparada com todas as amostras estudadas neste trabalho, uma vez que, elas já provem de ferrita e austenita retida.

A Figura 5.44 apresenta a influência do tempo de manutenção na zona crítica, na fração volumétrica de ferrita e dureza das amostras BA795.



Figura 5.44: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita para as amostras BA795, BT795, 2BT795 e dureza para amostra BA795.

Para as amostras BA795 tanto a dureza quanto a fração volumétrica de ferrita permaneceram constantes após 6h de tratamento isotérmico na zona crítica. Este comportamento indica que há o equilíbrio em relação a fração volumétrica de ferrita.



Figura 5.45: Influência do tempo e fração volumétrica de ferrita nas propriedades mecânicas para amostras BA795.

Observa-se na Figura 5.45 que para todas as condições, os valores resultantes de limites de resistência e escoamento mostram-se superiores aos indicados pela norma ASTM A897. Em tempos superiores a 6h a fração volumétrica de ferrita permanece constante (Figura 5.45), o que resulta em limites de resistências e escoamento também constante.

Apenas o alongamento para BA795_2h encontra-se inferior ao solicitado pela norma ASTM A897, devido a não estabilização das transformações.

5.4.2.5 Matriz inicialmente ferrítica

Na Figura 5.46 estão presentes as microestruturas inicialmente ferrítica após serem austenitizadas na zona crítica à 790°C e austemperadas à 350°C por 2h.



Figura 5.46: Mostra a matriz inicialmente ferrítica após ser austenitizada à 795°C por 2, 6 e 12h e austêmpera a 350°C por 2h. Ataque: Nital 2%.

As amostras apresentadas na Figura 5.46 mostram-se com áreas de ferrita grandes e bem nítidas, as transformações ocorreram nos contornos de célula eutética e de grãos de ferrita, em forma de teias.

As amostras FA795 apresentaram cinética de transformação mais elevada que amostras FT795. A austenitização na zona crítica por 2h para as amostras FA795 correspondem aproximadamente 6h das amostras FT795, compara-se Figura 5.20 e Figura 5.46.

A Figura 5.47 apresenta a influência do tempo de austenitização na zona crítica na fração volumétrica de ferrita e dureza das amostras FA795, além dos dados obtidos por (LOPES, 2009).



Figura 5.47: Influência do tempo na fração volumétrica de ferrita para as amostras FA795, FT795, 2FT795, (LOPES, 2009) e dureza para amostra FA795 e de (LOPES, 2009).

A fração volumétrica de ferrita provavelmente estabiliza entre 6 e 12h, uma vez que a dureza estabilizou já nas primeiras horas 2h.

Observa-se na Figura 5.47 que os dados de (LOPES, 2009), os quais foram obtidos de amostras austenitizadas na mesma temperatura (795°C) por 5h, apresentaram menor fração volumétrica de ferrita comparada com amostras FA795 e consequentemente maior dureza. O fato das amostras de (LOPES, 2009) apresentarem menos ferrita pode estar relacionado com a menor quantidade de Si na composição do material, diminuindo o intervalo da zona crítica.

A Figura 5.48 apresenta valores de propriedades mecânicas para amostras FA795 e de (LOPES, 2009).



Figura 5.48: Influência do tempo e fração volumétrica de ferrita nas propriedades mecânicas para amostras FA795 e dados de (LOPES, 2009).

As amostras FA795 apresentam valores de resistências (limite de resistência e escoamento) inferiores aos valores especificados pela norma

ASTM A897. Estes valores diminuem com o aumento da fração volumétrica de ferrita e após 6h de tratamento mostram-se estáveis. O alongamento para as amostras FA795 diminuem com aumento da fração volumétrica de ferrita, o que não é coerente. Isto pode ter ocorrido devido a não estabilização das transformações (curtos tempos de austenitização) e zoneamento/segregação de elementos de liga.

5.4.2.6 Fração Volumétrica

Na Figura 5.49 apresenta-se a fração volumétrica de ferrita em função do tempo para amostras austenitizadas na zona crítica seguida de austêmpera em banho de sal.



Figura 5.49: Fração volumétrica de ferrita proeutetóide em função do tempo de austenitização na zona crítica para diferentes matrizes iniciais. Amostras seguidas de austêmpera.

Todas as amostras estudadas neste trabalho apresentaram entre 20 e 30% de ferrita. A fração volumétrica de ferrita tende a permaneceu constante após 6h de tratamento isotérmico na zona crítica. Observa-se também que dependendo da microestrutura inicial, em tempos inferiores a 6h tem-se maiores ou menores frações volumétricas de ferrita. Perante a Figura 5.49, nota-se que as amostras MA795, PA795 e BFA795 não apresentaram picos de ferrita entre 2 e 6h como aconteceu em amostras MT795, PT795 e BFT795, Figura 5.22, o que indica que não houve significativas transformações para ferrita. Devido a este comportamento as amostras MT795, FT795, BFT795 apresentaram cinética mais lenta, mesmo em 8h de tratamento o sistema não alcançou o equilíbrio, Figura 5.22.

5.4.3 Propriedades Mecânicas das Amostras Austemperadas

Apresentam-se na Figura 5.50 a relação de dureza em função do tempo de austenitização na zona crítica.



Figura 5.50: Dureza em função do tempo de austenitização na zona crítica com diferentes matrizes iniciais. Amostras seguidas austêmpera.

As amostras apresentaram dureza entre 175 e 225HB, sendo que estas não variaram significativamente com o tempo, apenas em função da matriz inicial. As amostras PA795 foram que apresentaram maiores valores de dureza, devido a presença de carbonetos não dissolvido, consequentemente estas amostras apresentaram valores de alongamento inferior as demais amostras, Figura 5.51.



Figura 5.51: Alongamento em função do tempo de austenitização na zona crítica para diferentes microestruturas iniciais. Amostras seguidas de austêmpera.

Os maiores valores de alongamento em relação as amostras estudadas foram para as amostras FA795, BFA795 e BA795 para 6 e 12h de tratamento isotérmico na zona crítica. No entanto, as amostras FA795 e BFA795 apresentaram valores de limite de resistência e escoamento inferiores aos especificados pela norma ASTM A897, Figura 5.52.



Figura 5.52: Limite de resistência em função do tempo de austenitização na zona crítica para diferentes microestruturas iniciais. Amostras seguidas de austêmpera.

As amostras FA795 e BFA795 presentaram elevadas frações volumétricas de ferrita (Figura 5.49) em regiões próxima aos nódulos de grafita, o que é um agravante em questões de resistência mecânica. Quando o material é tracionado as áreas de fase mole (ferrita), em torno

da grafita, tende a deformar e "descolar" do nódulo de grafita, formando um alvéolo. Enquanto esta fase é deformada, devido a tração do material, ocorre a nucleação de trincas que favorece a fratura do material.

Nas amostras, MA795, PA795 e BA795 (Figura 5.37, Figura 5.33, Figura 5.43) é possível observar uma matriz mais refinada, o que contribui para o aumento das resistências.

Observa-se na Figura 5.52, que para todas as amostras tanto o limite de resistência como o limite de escoamento se mantiveram constantes após 6h de tratamento isotérmico na zona crítica.

A Figura 5.53 apresenta o limite de resistência versos o alongamento para todas as condições de tratamento isotérmico seguido de austêmpera para as matrizes iniciais propostas neste trabalho, incluindo os valores exigidos por normas e dados de (LOPES, 2009) e (GUESSER et al, 2009).



Figura 5.53: Limite de resistência em função do alongamento para microestruturas iniciais. Amostras seguidas de austêmpera.

Em relação a valores publicados pela norma ASTM A897 somente as amostras MA795 (2 a 12h), BA795_6 e BA795_12 apresentam valores superiores a este. Estas amostras não apresentam ilhas ou grandes áreas contínuas de ferrita, mas sim ferrita bem refinada e distribuída. As amostras MA795 e BA795 apresentaram menos ferrita que as amostras FA795 e BF795 (Figura 5.49), porém, com os mesmos valores de alongamentos (Figura 5.51).

6 CONCLUSÃO

Diante do objetivo de estudar a influência do estado inicial (microestrutura) de um ferro fundido nodular na cinética de austenitização dentro da zona crítica, conclui-se:

Quanto a cinética de transformação:

- A cinética de transformação inicial de austenitização na zona crítica foi mais rápida para as amostras austenitizadas em banho de sal do que para as mesmas realizadas em forno mufla;
- Tempos inferiores a 6h não foram suficientes para estabilizar a fração volumétrica de ferrita em todas as amostras tratadas isotermicamente em banho de sal;
- Quanto ao tratamento isotérmico em forno mufla (cinética mais lenda) é possível afirmar que, a estabilidade em relação a fração volumétrica de ferrita para as amostras inicialmente perlítica ocorreu em 6h, para as amostras inicialmente ausferrítica em 8h e para as amostras inicialmente ferrítica, martensítica a e bruta de fundição não foram identificados pontos de estabilidade mesmo em 12h;
- Em relação a estabilidade da microdureza da martensita (teor de carbono nela presente): amostras inicialmente ferrítica e martensítica não atingiram o equilíbrio mesmo em 12h, amostras inicialmente perlíticas atingiram após 8h e amostras inicialmente bruta de fundição e ausferrítica em 6h de tratamento isotérmico;
- A cinética de transformação, para amostras seguidas de têmpera (forno mufla), ocorreu na seguinte ordem crescente: amostras inicialmente ferrítica, martensítica, bruta de fundição, perlítica e ausferrítica;
- A cinética de transformação, para amostras seguidas de austêmpera (banho de sal), ocorreu na seguinte ordem crescente: para amostras inicialmente ferrítica, bruta de fundição, perlítica, martensítica e ausferrítica;

Quanto as microestruturas resultantes:

- Em amostras seguidas de austêmpera (banho de sal), as amostras inicialmente ausferrítica e martensítica apresentaram matriz mais homogênea e refinada quanto a distribuição da ferrita e ausferrita. Enquanto que para as amostras seguidas de resfriamento em água (forno mufla) as amostras mais refinadas e homogêneas foram as inicialmente ausferrítica e perlítica;
- Nas amostras inicialmente ferrítica, perlítica e bruta de fundição seguidas tanto de resfriamento em água como de austêmpera, ficou evidente que as transformações iniciam nos contornos de célula eutética e de grão;
- Em amostras inicialmente martensítica e bruta de fundição, seguidas de resfriamento em água, foram identificadas grafitas secundárias. Também pôde-se observar grafitas secundárias em amostras inicialmente martensítica e bruta de fundição seguidas de austêmpera, porém, em menores quantidades quando comparadas com as amostras seguidas de resfriamento em água;
- Em amostras inicialmente perlíticas seguidas de austêmpera houve a presença de placas de carbonetos, até mesmo, em 12h de tratamento isotérmico;

Quanto as propriedades mecânicas obtidas:

- Amostras inicialmente martensítica, perlíticas e ausferríticas apresentaram maiores valores de durezas e resistências;
- As amostras inicialmente perlíticas (para todos os tempos) foram as que apresentaram maiores valores de resistência, porém não atingiram valores de alongamento requisitados pela norma ASTM A897;
- Em termo de alongamento, as amostras inicialmente martensítica (6h), inicialmente ausferrítica (6 e 12h) e inicialmente bruta de fundição (6 e 12h) foram as que apresentam valores mais elevados;
- As melhores relações de resistência e alongamento comparadas com valores requisitados por norma ASTM A897 foram obtidas a partir das amostras inicialmente martensíticas para todos os tempos e ausferríticas 6 e 12h;
7 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Após o levantamento bibliográfico, ensaios experimentais e conclusões seguem algumas sugestões para trabalhos futuros.

- Estudar as transformações microestruturais utilizando técnicas de caracterização mais avançadas como difração de raios-x (DRX) e microscopia eletrônica de transmissão (MET);
- Reproduzir as amostras e tratamentos isotérmicos a partir de material não ligado (sem adições de Cu e Ni), para comparar com dados das literaturas que não utilizaram estes elementos;
- Investigar a não dissolução de carbonetos em amostras inicialmente perlíticas e a influência destes carbonetos nas propriedades mecânicas;
- Realizar tratamento isotérmico em diferentes temperaturas na zona crítica para amostras inicialmente brutas de fundição e analisar a influência da fração volumétrica de ferrita nas propriedades mecânicas
- Estudar as transformações de grafita secundária em amostras inicialmente martensítica e bruta de fundição e o quanto isto pode influenciar nas propriedades mecânicas;

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Specification for Ductile Iron Castings, ASTMA536, West Conshohocken,1993

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Specification for Ductile Iron Castings, ASTMA897, West Conshohocken, 2006

AMRAN, KATSMAN, SCHAAF, BAMBERGER. 2010. Influence of Copper Addition and Temperature on the Kinetics of Austempering in Ductile Iron. *Metallurgical and Materials Transactions*. 2010, Vol. 41B, pp. 1052 - 1058.

ARANZABAL, SERRAMOGLIA, ROUSIÈRE. 2003. Development of a New Mixed (Ferritic - Ausferritic) Ductile Iron For Automotive Suspension Parts. *International Journal of Cast Metals Reseacher.* 1-3, 2003, Vol. 16, pp. 185 - 190.

ARISTIZABAL, DRUSCHITZ, BRAGG. 2011. Intercritically Austempered Ductile Iron. *ASF Transactions*. 2011, Vol. 43, pp. 1-6.

ASKELAND e FARINEZ. 1979. Factors Affecting the Formation of Secondary Graphite in Quenched and Tempered Ductile Iron. *AFS transaction.* 1979, Vol. 87, pp. 99-106.

BAHMANI, ELLIOTT, VARAHRAM. 1997. The Austempering Kinetics and Mechanical Properties of an Cu-Ni-Mo-Mn Alloyed Ductile Iron. *Journal of Materials Science*. 1997, Vol. 32, pp. 4783-4791.

BAUMER, GUEDES. 1989. Fero Fundidos Nodulares Bainíticos – Efeitos da Temperatura e do Tempo de Austêmpera nas Propriedades Mecânicas. *Metalurgia, ABM*. Outubro de 1989, Vol. 45.

BAYATI e ELLIOTT. 1999. The Concept of an Austempered Heat Treatment Processing Window. *International Journal of Cast Metals Research.* 1999, Vol. 11, pp. 413 - 417.

BAYDOGN e CIMENOGLU. 2001. The Effect of Austempering time in mechanical Properties of a Ductile Iron.

Scandinavian Journal of Metallurgy. 2001, Vol. 30, pp. 391-395.

BERNARDINI, Pedro A. N. 2012. Possivel causa termodinâmica para ocorrência da "janela de processo" em ADI. *Comunicação pessoal.* PGMAT - UFSC, 2012.

BURKE. 1960. Second-Stage Graphitization in a Nodular Cast Iron. *Journal of The Iron and Steel Institute*. September de 1960, pp. 42-45.

CHAKRABARTI e DAS. 1975. Tempering Characteristics of Quenchd Alloy Spheroidal Graphite Cast Iron. *The British Foundryman*. 1975, pp. 1 - 8.

CHATTOPADHYAY e SELLARS. 1977. Quantitative Measurements of Pearlite Spheroidization. *Metallographiy.* 1977, Vol. 10, pp. 89 - 105.

CUNHA, SANTOS, SANTOS. 1994. Influence of Previous Microstructure on the Spheroidization Rate of Medium Carbon Low Alloy Chromium Steel Wire Rods. 49 International Congress on the Tecnology of Metals and Materials, Physical Metallurgy. 1994, Vol. 2.

DARWISH e ELLIOT. 1993. Austempering of Low Manganese Ductile Iron Part 2 Influence of Austenitising Temperature. *Material Science and Technology.* 1993, Vol. 9, pp. 586 - 602.

—. **1993.** Austempering of Low Manganese Ductile Irons part 1 Processing Window. *Materials Science and Technology*. July de 1993, Vol. 9, p. 572 a 585.

UZLOV. DARWISH. ELLIOT. HAMID. 1994. of Low Manganese Ductile Part 4: Austempering Irons Mechanica1 Relationship Between Properties and Microstructure. Materials Science and Technology. January de 1994, Vol. 10, pp. 35 - 40.

DIJK, et al. 2005. Thermal Stability of Retained Austenite in TRIP Steels Studied by Synchrotron X-Ray Diffraction During Cooling. *Acta Materialia.* 2005, Vol. 53, pp. 5439 - 5447.

DORAZIL. 1986. Mechanical Properties of Austempered Ductile Iron. *Foundry Management & Technology*. 1986, pp. 36-45.

DRUSCHITZ e FITZGERALD. 2003. MADI: Introducing a New, Machinable, Austempered Ductile Iron. *SAE International World Congress Detroit, Michigan, March.* 2003.

ELDIJK. 2008. Advanced High Strength Thin Ductile Iron. A Breakthrough. *Keith Millis Symposium on Ductile Cast Iron - AFS.* 2008, pp. 86 - 93.

ELLIOTT. 1997. Corrent Status of Austempered Cast Irons. Advanced Materials Research. 1997, Vols. 4-5, pp. 1-16.

ERDOGAN e KILICLI. 2007. Effect of Ausferrita Volume Fraction and Morphology on Tensile Properties of Partially Austenitised and Austempered Ductile Iron With Dual Matrix Structures. *International Journal of Cast Metals Research.* October de 2007, Vol. 20, pp. 202 - 214.

2006. Tensile Properties of Partially Austenitised and Austempered Ductile Iron with Dual Matrix Structures. *Materials Science and Technology*. 2006, Vol. 22, pp. 919-928.
2008. The Strain-Hardening Behavior of Partially Austenitized and the Austempered Ductile Iron With Dual Matrix Structures. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2008, Vol. 17, pp. 240-249.

ERDOGAN, CERAH, KOCATEPE. 2005.. Influence of Martensite Volume fraction and Tempering Time on Tensile Properties of Partially Austenitized in the $(\alpha + \gamma)$ Temperature Range and Quenched + Tempered Ferritic Ductile iron. *Journal of Materials Science.* 2005., Vol. 40, pp. 3453-3459.

ERDOGAN, KILICLI, DEMIR. 2006. Trasformation characteristics of ductile iron austempered from intercritical austenitizing temperature ranges. *Journal of Materials Science, Springer.* 2006.

FAGUNDES. 2006. Análise da Influência do Ciclo de Recozimento de Esferoidização nas Propriedades Mecânicas do Aço SAE 1050. 2006.

FRANCO. 2008. Estudo da Influência dos Parâmetros de Austenitização Sobre a Microestrutura do Ferro Fundido Nodular Austemperado A Partir da Zona Crítica. *Dissertação, UDESC.* 2008.

FRANCO, COSTA, GUESSER. 2007.. Estudo dos Parâmetros de Austenitização Para Fabricação do Ferro Nodular Austemperado Usinável. 8° *Congresso Íberoamericano de Engenharia Mecânica, Cusco*. Outubro de 2007., p. 23 a 25.

FRANCO, E. 2008. Estudo da Influência dos Parâmetros de Austenitização Sobre a Microestrutura do Ferro Fundido Nodular Austemperado A Partir da Zona Crítica. *Dissertação de Mestrado, UDESC.* 2008.

GANG, LEE, NAM. 2009. Effect of Prior Microstrutures on The Behavior of Cementite Particles During Subcritical Annealing of Medium Carbon Steel. *Metallurgy Materials Int.* 2009, Vol. 15, 5, pp. 719 - 725.

GERVAL e LACAZE. 2000. Critical Temperature Range in Spheroidal Graphite Cast Irons. *ISIJ Internationa*. 2000, Vol. 40, pp. 386-392.

GOL e AMIRI. 2010. Spheroidizing Kinetics and Optimization of Heat Treatment Parameters in CK60 Steel Using Taguchi Robust Design. *Journal of Iron and Steel Research, International.* 17, 2010, Vol. 4, pp. 45 - 52.

GUEDES, L. C. 1996. Fragilização por Fósforo de Ferro Fundido Nodular Austemperado. *Tese de Doutorado, Escola Politécnica.* 1996.

GUESSER et al. 2009. Ferro Fundido Nodular a Partir da Zona Crítica. *ABIFA – CONAF.* 22 a 25 de Setembro de 2009.

GUESSER. 1992. Normalização de Ferros Fundidos Nodulares a Partir da Zona Crítica. *Seminário para a Cadeira de Decomposição de Austenita, Escola Politécnica da USP.* 1992. —. 2009. Propriedades Mecânicas de Ferros Fundidos. Joinville : Blucher, 2009.

GUNDLACH e WHELAN. 1992. Critical Temperatures in Ferritic Ductile Iron. *AFS Transactions.* 1992, pp. 713-718.

HANDBOOK, METALS. 1994. *Metals Handbook, Heating Treating: Annealing of Steel.* 8. s.l. : ASM international, 1994. pp. 42 - 55. Vol. 2.

HAYRYNEN e KEOUGH. 2007. ADI's Machinable solution. Applied Process Technologies Division, Livonia, MI, USA. For Design Engineers & Purchasers. 2007.

HAYRYNEN e KEOUGH. 2003. Austempered Ductile Iron -The State of the Industry in 2003. Apllied Processo Technologies Division. *Keith Millis Symposiunm on Ductile Cast Iron 2003. Livonia, MI, USA.* 2003.

---. **2007.** The History and Properties of Grade 750 Austempered Ductile Iron (ADI). *AFS Transsactions*. 2007, Vol. 138, pp. 665 - 674.

HAYRYNEN. 2002. The production of Austempered Ductile Iron (ADI). Applied Process Technologies Division, Livonia, MI, USA. World Conference. 2002.

HAYRYNEN, BRANDENBERG, KEOUGH. 2002. Application of Austempered Cast Iron. *Applied Process Technologies Division, Livonia, MI, USA. American Foundry Society.* 2002.

HERFURT. 2003. Austenitisch-Ferritisches Guβeisen Mit Kugelgraphit. *Giesserei - Praxis.* 2003, Vol. 3, pp. 99 - 106.

KEOUGH. 1998. Section IV. Austempered Ductile Iron. *Ductil Iron Data for Desing Engineers - www.ductile.org/didata.* 1998.

-. 2008. The Roots of ADI Revisid 2008. *Keith Millis Symposium of Ductile Cast Iron - AFS Transations*. 2008, pp. 24 - 33.

KOBAYASHI e YAMADA. 1996. Effect of Holding Time in the $(\alpha + \gamma)$ Temperature Range on Toughness of Specially Austempered Ductile Iron. July de 1996, Vol. 27A, pp. 1961 - 1971.

LEE e LEE. 1988. The Effects of Heat Treatment and Alloying Elements on Fracture Toughness of Bainitic Ductile Cast Iron. *AFS Transactions.* 1988, Vol. 145, pp. 827-838.

LIN, CHEN, LEI. 1995. The Effect of Alloy Elements on the Microstructure and Properties of Austempered Ductile Iron. *Pergamon.* 1995, Vol. 32, pp. 1363-1367.

LOPES. 2009. Estudo da Influência das Temperaturas de Austenitização nas Propriedades Mecânicas do Ferro Nodular Austemperado a Partir da Zona Crítica. *Dissertação, UDESC.* 2009.

LUSSOLI. 2003. Efeito da Adição de Cobre e da Seção da Peça Sobre as Características Microestruturais e Mecânicas de Ferro Fundido Nodular Austemperados. *Dissertação - UFSC*. 2003.

MEI e COSTA E SILVA. 2006. *Aços e Ligas Especiais.* São Paulo : Edgard Blucher, 2006.

MOSTAFA. 2005. Characterization, Thermal Stability and Sintering of Hidroxyapatite Powders Prepared by Different Routes. *Materials Chemistry Physics.* 2005, Vol. 94, pp. 333 - 341.

OGI, JIN, LOPER Jr. 1988. A Study of Some Aspects of the Austenitization Process of Spheroidal Graphite Cast Iron. *AFS Transaction.* 1988, Vol. 96, pp. 75 - 82.

OKUMOTO, HASEGAWA, TANIKAWA. 1978. Improving The Mechanical Properties of Pearlitic Ductile Iron By Two-Step Normalizing. *AFS Transactions*. 1978, Vol. 79, pp. 473-478.

OLIVEIRA, JOVANIVIÉ, SIDANIN, RAJNOVIÉ, ZEC. 2006. The Austempering Study of Alloyed Ductile Iron. *Materials and Design.* 2006, Vol. 27, pp. 617-622.

PUTATUNDA e RAO. 2003. Investigations on the Fracture Toughness of Austempered Ductile Irons Austenitized at Different Temperatures. *Materials Science and Engineering*. A349, 2003, pp. 136-149.

PUTATUNDA e YANG. 2004. Improvement in Strength and Toughness of Austempered Ductile Cast Iron by a Novel Two-

Step Austempering Process. *Materials and Design*. 2004, Vol. 25, pp. 219 - 230.

PUTATUNDA. 2003. Influence of Austempering Temperature on Microstructure and Fracture Toughness of A High-Carbon, High-Silicon and High-Manganese Cast Steel. *Material and Design.* 2003, Vol. 24, pp. 435 - 443.

PUTATUNDA, GADICHERLA. 1999. Influence of Austenitizing Temperature on Fracture Toughness of a Low Manganese Austempered Ductile Iron (ADI) with Ferritic as Cast Struture. *Materials Science Engineering.* A268, 1999, pp. 15-31.

PUTATUNDA, SINGAR, TACKETT, LAWES. 2009. Development of a High Strength High Toughness Ausferritic Steel. *Materials Science and Engineering.* 2009, pp. 329 - 339.

RAMADAN et al. 2006. Influence of Graphite Nodularity on Microstructure and Pocessing Window of 1.5% Ni – 0.3% Mo austempered cast iron. *Material Science & Engineering.* 2006, Vol. 435, pp. 564- 572.

RAMÍREZ, FIGUEROA, LÓPEZ, VALDÉS. 2009. Austempered ductile iron with dual matrix structures. *Revista Mexicana dE Física.* 2009, Vol. 55, pp. 48-51.

RAMIREZ, VALDÉS, LÓPEZ, FIGUEROA. 2009. Austempered Ductile Iron with dual matrix structure. *Revista Mexicana de Física*. MAIO de 2009, pp. 48 - 51.

RASHIDI e MOSHREFI-TORBATI. 2001. Dual Matrix Structure (DMS) Ductile Cast Iron: The effect of heat treating variables on the mechanical properties. *Internacional Journal of Cast Metals Research.* 2001, Vol. 13, pp. 293-297.

ROCHA, MARCIO ROBERTO. 2001. AÇO ABNT 1045 ESFEROIDIZADO: ESTUDO DA CINÉTICA DE COALESCIMENTO E CORRELAÇÕES ENTRE MICROESTRUTURAS E PROPRIEDADES MECÂNICAS. Florianópolis : Dissertação UFSC, 2001. **ROSSI e COUTINHO. 1983.** Influencia das Variáveis de Processamento do Aço ABNT 52100. *Metaturlia ABM.* 1983, Vol. 39, 310, pp. 479 - 485.

ROUSIÈRE, SERRAMOGLIA, ARANZABAL. 2003. Development of a New Mixed (ferritic-ausferritic) Ductile Iron for Automotive Suspension Parts. *International Journal of Cast Metals Research.* 2003, Vol. 16, pp. 185-190.

RUDMAN e KLUG. 1982. An X-Ray and Metallographic Study of an Austempered Ductile Cast Iron. *AFS transaction*. 1982, Vol. 115, pp. 499 - 508.

RUDMAN e MICHIGAN. "It's About Austenite and Carbon, Mate" - A Story of the Physical Metallurgy of ADI - Part II.

RUNDMAN e ROUNS. 1987. Constitution of Austempered Ductile Iron and Kinetics of Austempering. *AFS Transations.* 1987, Vol. 116, pp. 851 - 874.

RUNDMAN, PAROLINI, MOORE. 2003. On the Kinetics of Austempered Gray Cast Iron. *AFS Transaction.* 2003.

SAHIN, ERDOGAN, KILICLI. 2007. Wear Behavior of Austempered Ductile Iron with Dual Matrix Structures. *Material Science & Engineering*. 2007, Vol. 444, pp. 31- 38.

SANTOS. 2010. Mecanismo de Fratura de Ferro Fundido Nodular Austemperado A Partir da Zona Crítica. *Dissertação Mestrado - UDESC*. 2010.

SHEA e RYNTZ. 1986. Austempering Nodular Iron for Optimum Toughness. *AFS Transactions*. 1986, Vol. 125, pp. 683-688.

SIKORA, BASSO, MARTÍNEZ. 2007. Influence of Austenitising and Austempering Temperatures on Microstructure and Properties of Dual Phase ADI. *Materials Science and Technology.* 2007, Vol. 23, pp. 1321 - 1326.

SIKORA, BOERI, GALARRETA. 1997. Free Ferrite in Perlitic Ductile Iron - Morphology and Its Influence on Mechanical Properties. *Journal Cast Metals Research.* 1997, Vol. 9, pp. 353 - 358.

SIKORA, MARTÍNZ, BASSO. 2011. Influence of Chemical Composition and Holding Time on Austenite $\gamma \rightarrow$ Ferrite α Transformation in Ductile Iron Occurring Within the Intercritical Interval. *Journal of Alloys and Compounds.* 2011, Vol. 509, pp. 9884 - 9889.

TADAYON, BAGHERSAEE, VARAHAM, NRAO, RAO. 2007. Effect of Heat Treatment Cycle on The Mechanical Properties of Machinable Austempered Ductile Iron. *Metal.* 2007, pp. 1 - 7.

TRUDEL e GAGNÉ. 1997. Effects of Composition and Heat Treatment Parameters on the Characteristics of Austempered Ductile Irons. *Canadian Metallurgical Quarterly.* 1997, Vol. 36, pp. 289 - 298.

VERDU, ADRIEN, REYNAUD. 2005. Contribution of Dual Phase (α , G, B) Heat Tratament to the Fatigue Properties of SG Cast Irons. *Giessereiforschung.* 2005, Vol. 57, pp. 34 – 41.

YESCAS, BHADESHIA, MACKAY. 2001. Estimation of the Amount of Retained Austenite in Austempered Ductile Irons Using Neural Networks. *Materials Science and Engineering.* 2001, Vol. 311, pp. 162–173.

YU e LOPER Jr. 1988. The Effect of Molybdenum, Coppr, and Nickel on the Perlitic and Martensitic Hardnability of Ductile Cast Irons. *AFS Transactions.* 1988, Vol. 48, pp. 811-822.

ZHANG e KELLY. 1998. Determination of Carbon Content in Bainitic Ferrite and Carbon Distribution in Austenite by Using CBKLDP. *Materials Characterization.* 1998, Vol. 40, pp. 159-168.

9 ANEXOS

<u>Anexo A</u>

Abaixo estão as equações utilizadas para determinar o teor de carbono na martensita e na austenita da ausferrita.

- 1. Lei de Bragg: $\lambda = 2d \sin \theta$
- Onde : λ é o comprimento de onda da radiação (CuK α = 1,54 Å) d é a distância dos planos atômicos θ é a orientação dos planos em ralação ao feixe
- 2. Distância dos planos atômicos para martensita (Tetragonal)

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

3. Distância dos planos atômicos para austenita (cúbica)

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

Onde: *a* e *c* são os parâmetros de rede (Å) *h*, *k* e *l* são os índices de Muller *d* é a distância dos planos atômicos

- 4. Equação para determinar o teor de carbono na martensita, (RUDMAN e KLUG, 1982).
 - 4.1 c = 2,861 + 0,116C4.2 a = 2,861 + |0,013|C

Onde: $c \in a$ são os parâmetros de rede da martensita (Å) C o teor de carbono (%) 5. Equação para determinar o teor de carbono na austenita da ausferrita, Roberts, C. S 1953 apud (PUTATUNDA, 2003).

$$a = 3,548 + 0,044C$$

Onde: *a* é os parâmetros de rede da austenita (Å) *C* o teor de carbono (%)

Teor de carbono na martensita:

A partir dos ângulos (θ) dos picos (110), (200) e (220) da martensita (obtidos dos difratogramas) foi calculada, utilizando equação 1 - lei de Bragg, as distâncias entre os planos da martensita (d).

Em seguida, utilizando a equação 2, se determinou o parâmetro de rede ("a") da respectiva martensita

Por último, utilizando a equação 4.2 de (RUDMAN e KLUG, 1982) foi calculado o teor de carbono na martensita (C).

Teor de carbono na austenita da ausferrita:

Para determinar as distâncias entre os planos da austenita (*d*) também foi utilizada equação 1 - lei de Bragg, porém a partir do ângulo (θ) do pico (200) da austenita.

Em seguida foi utilizada a equação 3 para determinar o parâmetro de rede ("a").

Por fim, aplicando a equação 5 de Roberts, C. S 1953 apud (PUTATUNDA, 2003), determinou-se o teor de carbono na austenita da ausferrita (C).

<u>Anexo B</u>

Equação da dureza Brinell

$$HB = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

Onde: F é a carga em Kgf D é o diâmetro da esfera d é o diâmetro da calota

Anexo C

Na Figura 1 apresentam-se as frações volumétricas de ferrita obtidas da primeira e segunda batelada de tratamento isotérmico.



Figura 1: Frações volumétricas de ferrita em função do tempo de austenitização na zona crítica seguida de tempera para diferentes matrizes iniciais com réplica de pontos duvidosos. Amostras seguidas de têmpera.

Com a segunda batelada de tratamentos foi possível verificar que os pontos das curvas apresentaram verdadeiramente as tendências indicadas pela primeira batelada de tratamentos.

<u>Anexo D</u>

Na Figura 2: Dados da microdureza da martensita em função do tempo para as amostras temperadas da zona crítica com diferentes matrizes iniciais. Segunda batelada de experimentos. Amostras seguidas de têmpera.Figura 2 estão presentes os valores de microdureza em função do tempo de austenitização na zona crítica para amostras austenitizadas na segunda batelada.



Figura 2: Dados da microdureza da martensita em função do tempo para as amostras temperadas da zona crítica com diferentes matrizes iniciais. Segunda batelada de experimentos. Amostras seguidas de têmpera.

O ADI dual é muito sensível a temperatura, ou seja, pequenas variações de temperatura pode ocasionar significativas diferenças na fração volumétrica de ferrita e saturação de carbono na austenita. Portanto, acredita-se que na segunda batelada de experimentos as amostras encontraram-se em condições térmicas superiores às amostras da primeira batelada