

#### INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

Influência da composição química e do tratamento térmico de austêmpera na microestrutura e nas propriedades mecânicas do ferro fundido nodular

## MARCELO LOPES DA SILVA

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Mestre em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais

Orientador: Prof. Dr. Antonio Augusto Couto

São Paulo 2022

# INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

Influência da composição química e do tratamento térmico de austêmpera na microestrutura e nas propriedades mecânicas do ferro fundido nodular

Versão Corrigida Versão Original disponível no IPEN

# MARCELO LOPES DA SILVA

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Mestre em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais

Orientador: Prof. Dr. Antonio Augusto Couto

São Paulo 2022 Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, Para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Como citar:

LOPES SILVA, M. *Influência da composição química e do tratamento térmico de austêmpera na microestrutura e nas propriedades mecânicas do ferro fundido nodular.* 2022. 68 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CENEN/SP, São Paulo. Disponível em: <a href="https://repositório.ipen.br/">https://repositório.ipen.br/</a> (data da consulta no formato: dd/mm/aaaa)

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de geração automática da Biblioteca IPEN/USP, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Lopes da Silva, Marcelo Influência da composição química e do tratamento térmico de austêmpera na microestrutura e nas propriedades mecânicas do ferro fundido nodular / Marcelo Lopes da Silva; orientador Antonio Augusto Couto. -- São Paulo, 2022. 68 f. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Nuclear (Materiais) -- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2022. 1. Ferro fundido nodular. 2. Austenitização. 3. Austêmpera. 4. Propriedades Mecânicas. 5. ADI. I. Augusto Couto, Antonio, orient. II. Título.

#### AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por permitir, nesse momento da minha vida, a oportunidade de realizar esse trabalho, a minha família, especialmente minha companheira, pela paciência e incentivo, ao meu filho querido, aos parentes e amigos pela força e ânimo para a finalização do presente trabalho.

Agradeço o meu orientador Prof. Dr. Antonio Augusto Couto pela atenção, ânimo, dedicação e ensinamentos recebidos para a realização do presente estudo. Da mesma forma agradeço ao Prof. Dr. Rafael Henrique Lazzari Garcia e a todos os professores que compartilharam seus valorosos conhecimentos.

Aos professores Dr. Marcos Domingos Xavier e Dr. Givanildo Alves dos Santos pelas ricas considerações realizadas pela banca.

Ao senhor Sergio Rita, proprietário da fundição FUSIMAR, responsável pela sugestão do estudo no segmento dos ferros fundidos nodulares austemperados. A fundição MIC, nas pessoas do Sr Nelson Alves Ferreira Júnior e Marcos Husek Coelho pelo auxílio junto a fundição dos corpos de prova.

Agradecimentos também são externados a Escola e Faculdade SENAI "Nadir Dias de Figueiredo" pela utilização dos laboratórios, aos colegas docentes, coordenadores e direção pelo incentivo ao longo desses anos.

"Não sabendo que era impossível, ele foi lá e fez"

Jean Cocteau

# LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ADI	Austempered Ductile Iron
ASTM	American Society for Testing and Materials
CCC	Cúbico de corpo centrado
CE	Carbono equivalente
CFC	Cúbico de face centrada
FE	Ferro Esferoidal
G	Gradiente de temperatura na interface
HB	Hardness Brinell
HRC	Hardness Rockwell C
HV	Hardness Vickers
ISO	International Organization for Standardization
LRT	Limite de resistência à tração
NBR	Norma Brasileira Regulamentadora
V	Velocidade de crescimento da interface

# LISTA DE SÍMBOLOS E UNIDADES

MPa	Megapascal
%	Porcentagem
J	Joule
Cr	Cromo
g/cm <sup>3</sup>	Gramas por centímetro cúbico (unidade de densidade)
FeSiMg	Ferro Silício Magnésio (nodularizante)
MgO	Óxido de Magnésio
MgS	Sulfeto de Magnésio
Fe	Ferro
С	Carbono
Si	Silício
Mn	Manganês
S	Enxofre
Р	Fósforo
α	Alfa (ferro alfa – ferrita)
Fe <sub>3</sub> C	Carboneto de Ferro (cementita)
Sn	Estanho
Cu	Cobre
V	Vanádio
0	Oxigênio
Mg	Magnésio
Ni	Níquel
Мо	Molibdênio
°C	Grau Celsius
h	Hora
Ce	Cério
kg	Quilograma
mm <sup>2</sup>	Milimetro quadrado
ppm	Partes por milhão
AI	Alumínio

## RESUMO

M. Lopes da Silva. Influência da composição química e do tratamento térmico de austêmpera na microestrutura e nas propriedades mecânicas do ferro fundido nodular 2022. 135 p. Dissertações de Mestrado – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN – CNEN/SP. São Paulo.

Neste trabalho foi analisado o comportamento do ferro fundido nodular austemperado (Austempered Ductile Iron - ADI) quando submetido a esforços mecânicos, considerando variações de composição química e três diferentes temperaturas de tratamento térmico de austêmpera. O objetivo do trabalho foi analisar o comportamento mecânico do ferro fundido nodular nas condições de processo estudadas e obter correlações entre a microestrutura e as propriedades mecânicas. Para esse desenvolvimento foram realizadas três corridas de ferro fundido nodular com variações de composição química, considerando como base a Liga FE 70002. O teor de cromo no ferro fundido será mantido em 0,5% nas três composições e variações de níquel de 0 % a 2,0 %. As temperaturas de tratamento térmico utilizadas foram 900 °C para austenitização e 310 °C, 290 °C e 260°C para austêmpera, de acordo com os procedimentos industriais aplicados na produção em larga escala. A análise das amostras obtidas nas três corridas apresentou composição química compatível com a matriz metálica desejada, com microestrutura composta basicamente por nódulos de grafita, perlita e carbonetos. As análises apontam um aumento gradual significativo dos valores de dureza com o aumento do teor de níquel, associados as variações de temperatura dos ciclos térmicos de austêmpera. Esse aumento gradual foi decorrente da formação de carbonetos em áreas de segregação intercelular dispersos na matriz metálica das amostras com 2% Ni antes e após a austêmpera, não apresentados nas amostras sem níquel e com 1% Ni no estado bruto de fusão. Os valores correspondentes a tenacidade e a resistência à tração permaneceram ligeiramente superiores nas amostras com 1% Ni se comparado aos corpos de prova sem adição de níquel e com 2% Ni. Contudo, os corpos de prova com 2% Ni apresentaram resistência mecânica ao impacto superior às demais quando analisadas individualmente, em função dos ciclos térmicos

aplicados. Outro aspecto relevante é a sanidade dos nódulos de grafita quanto ao seu tamanho, formato e quantidade. O ferro fundido com 2% Ni apresentou maior degeneração dos nódulos de grafita e menor nodularidade, desta maneira contribuindo para perda de propriedades mecânicas.

Palavras chave: Ferro fundido nodular, Austenitização, Austêmpera, Propriedades Mecânicas, ADI.

## ABSTRACT

In this work, the behavior of austempered ductile iron (ADI) when subjected to mechanical stress was analyzed, considering variations in chemical composition and three different temperatures of austempering heat treatment. The objective of this work was to analyze the mechanical behavior of ductile cast iron under the studied process conditions and to obtain correlations between the microstructure and the mechanical properties. For this development, three runs of nodular cast iron were carried out with variations in chemical composition, considering the alloy FE 70002 as a base. The chromium content in the cast iron will be maintained at 0.5 wt % in the three compositions and nickel variations from 0 % to 2.0 wt%. The heat treatment temperatures used were 900 °C for austenitization and 310 °C, 290 °C and 260 °C for austempering, according to industrial procedures applied in large-scale production. The analysis of the samples obtained in the three runs showed a chemical composition compatible with the desired metallic matrix, with a microstructure basically composed of graphite, perlite and carbide nodules. The analyzes point to a significant gradual increase in the hardness values with the increase in the nickel content, associated with the temperature variations of the austempering thermal cycles. This gradual increase was due to the formation of carbides in areas of intercellular segregation dispersed in the metallic matrix of the samples with 2 % Ni before and after austempering, not present in the samples without nickel and with 1 % Ni in the crude melting state. The values corresponding to toughness and tensile strength remained slightly higher in samples with 1 % Ni compared to specimens without addition of nickel and with 2 % Ni. However, the specimens with 2 % Ni showed higher mechanical resistance to impact than the others when analyzed individually, depending on the thermal cycles applied. Another relevant aspect is the health of graphite nodules in terms of size, shape and quantity. Cast iron with 2 % Ni showed greater degeneration of graphite nodules and less nodularity, thus contributing to the loss of mechanical properties.

Keywords: Ductile Iron, Austenitization, Austempering, Mechanical Properties, ADI.

# LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 Esquemático dos ferros fundidos29
Figura 2 (a) Grafita lamelar em ferro fundido cinzento, Nital 10%, 2h. (b) Reconstrução
tridimensional de grafita lamelar em ferro fundido cinzento
Figura 3 Morfologia da grafita dos ferros fundidos cinzentos
Figura 4 (a) Grafita compacta em ferro fundido vermicular, Nital 10%, 2h. (b)
Reconstrução tridimensional de grafita compacta em ferro fundido vermicular33
Figura 5 (a) Ferro fundido cinzento, (b) Ferro fundido nodular
Figura 6 Ferro Nodular com matriz ferrítica (a), matriz composta de ferrita e perlita (b)
Figura 7 Diagrama ferro carbono37
Figura 8 Estrutura hexagonal da grafita39
Figura 9 Esquema de crescimento da grafita em veios e em nódulos40
Figura 10 Nódulo de grafita envolvido por halo de austenita durante processo de
solidificação40
Figura 11 - Crescimento de nódulos de grafita por deslocamentos em parafuso42
Figura 12 Crescimento de nódulos de grafita por quebra de interface
Figura 13 - Crescimento do nódulo de grafita a partir de estruturas cônicas de hélice
Figura 14 Limites de inclinação/torção entre segmentos de cristais individuais na
superfície de um nódulo de grafita43
Figura 15 Crescimento circunferencial de nódulos de grafita: (a) superfície mostrando
efeito foliar: (b) seção diametral mostrando crescimento na direção "a"44
Figura 16 Esquemático do modo de solidificação em ferros fundido nodular45
Figura 17 Influência das relações G / V e porcentagem de cério nas transições
estruturais em ferro fundido46
Figura 18 Microrechupes em ferro fundido nodular47
Figura 19 Formas típicas da grafita: I – grafita lamelar; II – grafita esboroada; III –
grafita vermicular; IV – grafita maleável; V – grafita explodida e VI – grafita nodular49
Figura 20 Representação da degeneração do nódulo de grafita50
Figura 21 Zonas de segregação da microestrutura no ferro fundido nodular51
Figura 22 Regiões de segregação entre nódulos de grafita51

Figura 23 Efeito da forma da grafita sobre as propriedades do ferro nodular	
austemperado	52
Figura 24 Efeito da grafita vermicular nas propriedades mecânicas do ferro fundido	
nodular perlítico	53
Figura 25 (a) Grafita em grumos, (b) Efeito da quantidade da grafita sobre o ferro	
fundido nodular ferrítico	54
Figura 26 Diagrama de Henderson	58
Figura 27 Efeito do Si no limite de resistência a tração e no alongamento	59
Figura 28 (a) - Tempo de austêmpera; (b) Limite de resistência a tração em função d	0
Mn6	51
Figura 29 Concentração dos elementos nos contornos das células eutéticas6	32
Figura 30 Resistência ao impacto do ADI versus o teor de níquel	35
Figura 31 Efeito do níquel nas propriedades mecânicas	36
Figura 32 Diagrama de incrementos de Ni e Mo na temperabilidade	38
Figura 33 Efeito do cobre nas propriedades mecânicas do ferro nodular austemperad	lo
	70
Figura 34 (a) Nódulos de grafita envolvidos por ferrita em matriz perlítica; (b) Nódulo	
em superfície de fratura; (c) Nódulo com grafita degenerada e cementita na parte	
superior esquerda	71
Figura 35 Comparação de propriedades mecânicas de nodulares austemperados co	m
outras classes de ferros fundidos nodulares	74
Figura 36 Microestrutura de ferro fundido nodular austemperado: (a) nódulos de	
grafita (1) matriz metálica de austenita e ferrita (2). (b) matriz metálica - ferrita (3) e	
austenita (4)	76
Figura 37 Micrografia do ferro fundido nodular austemperado com carbonetos, (1)	
ausferrita, (2) grafita, (3) Fe3C - cementita	77
Figura 38 Aspectos de fraturas. (a) transgranular, (b) intergranular	78
Figura 39 Aspecto de fratura frágil em ferro fundido nodular austemperado	79
Figura 40 Superfície de fratura de ADI austenitizado a 900°C e austemperado a	
300°C. (a) regiões dúcteis de fratura e (b) regiões de quase clivagem e fratura	
intergranular	30
Figura 41 Ciclo térmico para obtenção do ferro fundido nodular austemperado8	31
Figura 42 Crescimento das placas de ferrita acicular em grão austenítico	33

Figura 43 Microestrutra de ausferrita (a) austemperada a 240 °C, (b) austemperada a	
300 °C84	1
Figura 44 Estágios do processo de austêmpera em ferros fundidos nodulares8	5
Figura 45 Influência da temperatura de austenitização nas propriedades mecânicas do	)
ferro fundido nodular austemperado86	3
Figura 46 Influência da temperatura de austenitização na microestrutura do ADI. (a)	
austenitizado a 871°C por 2 h e (b) austenitizado a 982 °C por 2h. Ambos	
austemperados a 302°C por 2h88	3
Figura 47 Efeitos das temperaturas de austêmpera e austenitização sobre a	
tenacidade89	9
Figura 48 Fluxograma do processo de fundição dos corpos de prova97	1
Figura 49 Resultados de simulação numérica de fundição93	3
Figura 50 Dimensões do corpo de prova Bloco "Y1"94	1
Figura 51 (a) Molde em areia para vazamento dos cp's, (b) Modelo em madeira dos	
cp's95	5
Figura 52 Simulação numérica de preenchimento do molde do corpo de prova9	5
Figura 53 Esquemático da panela para tratamento de nodularização97	7
Figura 54 Corpos de prova após o vazamento do metal98	3
Figura 55 Diagrama do processo de produção dos corpos de prova de tração99	9
Figura 56 Diagrama do processo de produção dos corpos de prova de impacto100	)
Figura 57 Fornos para tratamento térmico. (a) Austenitização, (b) Austêmpera 107	1
Figura 58 Ciclos de tratamento térmico de austêmpera102	2
Figura 59 - Posicionamento da região a ser analisada em ensaio metalográfico 103	3
Figura 60 Corrida "0" (a) Nódulos de grafita; (b) Nódulos de grafita em matriz perlítica;	
(c) captura via software OLYMPUS Stream Motions - Nital 2% - 100x108	3
Figura 61 Corrida "1" (a) Nódulos de grafita; (b) Nódulos de grafita em matriz perlítica;	
(c) captura via software OLYMPUS Stream Motions - Nital 2% - 100x109	9
Figura 62 Corrida "2" (a) Nódulos de grafita; (b) Nódulos de grafita em matriz perlítica;	
(c) captura via software OLYMPUS Stream Motions - Nital 2 % - 100x110	)
Figura 63 (a) Contagem de nódulos e (b) morfologia da grafita	1
Figura 64 Matriz de ausferrita com nódulos de grafita- corrida "0" (a) Ampliação 100 x	
(b) Ampliação 500x. Nital 2% - Ciclo Térmico 1 (310°C)112	2
oFigura 65 Microdureza em amostra da Corrida "1" (a) Ampliação 100 x (b) Ampliação	)
500x. Nital 2% - Ciclo Térmico 1 (310°C)11	3

Figura 66 Análise de microdureza em amostra da Corrida "2". Ampliação 500x. Nit	tal
2% Ciclo Térmico 1	.114
Figura 67 Análise de microdureza em amostra da Corrida "0" Ampliação 500x. Nita	al
2% Ciclo Térmico 2 (290°C)	.115
Figura 68 Análise de microdureza em amostra da Corrida "1" Ampliação 500x. Nita	al
2% Ciclo Térmico 2 (290°C)	.115
Figura 69 Análise de microdureza em amostra da Corrida "2"; Ampliação 500x. Nit	tal
2% Ciclo Térmico 2 (290°C)	.116
Figura 70 Análise de microdureza em amostra da Corrida "0" – (a) Ampliação 100	x;
(b) Ampliação de 500 x – Nital 2% Ciclo Térmico 3	.117
Figura 71 Análise de microdureza em amostra da Corrida "1" – (a) Ampliação 100	х;
Ampliação 500 x – Nital 2% Ciclo Térmico 3	.117
Figura 72 Análise de microdureza em amostra da Corrida "2" - Ampliação 100 x –	
Nital 2% Ciclo Térmico 3	.118
Figura 73 Análise química via EDS em amostra da corrida 2 austemperada a 260°	°C
	.119
Figura 74 Difratogramas das corridas "0" - "1" e "2" austemperadas a 310°C – 290	)°C
e 260°C	.121
Figura 75 Análise de dureza X Ciclos Térmicos de Austêmpera	.124
Figura 76 Ensaio de Tração Corrida "0"	.125
Figura 77 Resultados do Ensaio de Tração Corrida "1"	.126
Figura 78 Resultados do Ensaio de Tração Corrida "2"	.126
Figura 79 Limite de resistência a tração X temperatura de austêmpera	.127
Figura 80 Comportamento de resistência ao impacto	.128
Figura 81 Resultados de impacto X temperatura de austêmpera	.129
Figura 82 Análise de fratura em cp's austemperados a 260°C. (a) Corrida "0", (b)	
Corrida "1" e (c) Corrida "2"	.130
Figura 83 Aspecto da fratura junto ao nódulo de grafita em amostra com 1% Ni,	
austemperado a 290°C	.131
Figura 84 Aspecto da fratura junto ao nódulo de grafita em amostra com 2% Ni,	
austemperado a 290°C	.132

# LISTA DE TABELAS

5
'2
'5
)0
)0
)2
)2
)5
22

# SUMÁRIO

IN	TRC	DDL	IÇÃO	25
1	OE	3JE	TIVOS DO TRABALHO	27
	1.1	OB	JETIVO GERAL	27
	1.2	OB	JETIVOS ESPECÍFICOS	27
2	FE	RR	OS FUNDIDOS	28
	2.1	TIP	OS DE FERROS FUNDIDOS	28
	2.1	.1	Ferro Fundido Cinzento	30
	2.1	.2	Ferro Fundido Vermicular	32
	2.1	.3	Ferro Fundido Nodular	33
	2.2	ME	TALURGIA DOS FERROS FUNDIDOS	
	2.3	PR	INCÍPIO DE NUCLEAÇÃO E CRESCIMENTO DA GRAFITA	
	2.4	PR	OCESSO DE SOLIDIFICAÇÃO	44
	2.5	IRF	REGULARIDADES DA GRAFITA NODULAR	48
	2.6	EL	EMENTOS DE LIGA	54
	2.6	.1	Carbono e Silício	56
	2.6	.2	Enxofre	59
	2.6	.3	Manganês	60
	2.6	.4	Cromo	62
	2.6	.5	Magnésio	62
	2.6	.6	Níquel	64
	2.6	.7	Molibdênio	67
	2.6	.8	Cobre	69
	2.6	.9	Influência de elementos deletérios	71
3	FE	RR	O FUNDIDO NODULAR AUSTEMPERADO	74
4	3.1	TR	ATAMENTO TÉRMICO DE AUSTÊMPERA	80
	3.1	.1	Reações no processo de austêmpera	83
	3.1	.2	Efeito da temperatura e tempo de austenitização	86
4	MA	٩ΤΕ	RIAIS E MÉTODOS	

4.1	FU	NDIÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	90
4.	1.1	Características do modelo dos corpos de prova	93
4.	1.2	Moldagem em areia	94
4.	1.3	Fusão e vazamento dos corpos de prova	96
4.2	US	INAGEM DOS CORPOS DE PROVA	99
4.3	TR	ATAMENTO TÉRMICO DOS CORPOS DE PROVA	100
4.4	EN	SAIOS METALÚRGICOS	102
4.	4.1	Análises químicas	102
4.	4.2	Metalografia	102
4.	4.3	Ensaios de dureza	103
4.	4.4	Ensaio de tração	104
4.	4.5	Ensaio de impacto	104
4.	4.6	Análise via microscopia eletrônica de varredura MEV	104
4.	4.7	Análise via difração de raios x	104
5 R	ESU	LTADOS E DISCUSSÃO1	105
5.1	AN	ÁLISES QUÍMICAS	105
5.2	AN	ÁLISES MICROGRÁFICAS	107
5.	2.1	Avaliação da morfologia da grafita	107
5. Te	2.2 érmic	Microestruturas no ciclo térmico de austêmpera a 310°C (Ciclo o 1)	112
5. Te	2.3 érmic	Microestruturas no ciclo térmico de austêmpera a 290°C (Ciclo co 2)	114
5. Te	2.4 érmic	Microestruturas no ciclo térmico de austêmpera a 260°C (Ciclo co 3).	116
5.3	EN	SAIOS DE DUREZA	122
5.	3.1	Resultados de dureza	122
5.4	EN	SAIO DE TRAÇÃO	125
5.5	EN	SAIO DE IMPACTO	128
CON	CLU	SÃO1	133
SUG	EST	ÕES PARA TRABALHOS FUTUROS1	134
REFI	ERÊI	NCIAS1	135

# INTRODUÇÃO

O ferro fundido nodular é amplamente utilizado devido ao seu custo relativamente baixo, se comparado aos aços fundidos com características semelhantes e por apresentar maior ductilidade do que outros ferros fundidos, este fator está associado à disposição e morfologia da grafita presente na matriz metálica.

Durante muitos anos as aplicações de ferros fundidos foram limitadas por sua baixa ductilidade e tenacidade. A busca de um material que combinasse a tenacidade do aço com a facilidade de fabricação, por fundição, do ferro fundido levou ao desenvolvimento dos ferros fundidos maleáveis ou maleabilizados, em que um longo tratamento térmico leva à formação de grafita em uma estrutura relativamente tenaz. O custo do processo é, entretanto uma limitação importante. O desenvolvimento do ferro fundido, ampliando dramaticamente a faixa de aplicações bem sucedidas desse metal. (COLPAERT, 2008)

Existe interesse crescente nos últimos anos em melhorar a resistência mecânica desse material por meio de tratamento térmico, como por exemplo, a aplicação da austêmpera. Quando o ferro fundido nodular é submetido ao tratamento térmico de austêmpera ele adquire novas características quanto a sua microestrutura e propriedades mecânicas, sendo a partir de então classificado como Ferro Fundido Nodular Austemperado, comumente chamado de ADI (*Austempered Ductile Iron*), sendo essa nomenclatura adotada na dissertação no campo da revisão bibliográfica, bem como em artigos e teses mesmo publicadas em língua portuguesa.

Os ferros fundidos nodulares apresentam a grafita na forma de nódulos, de modo que a ductilidade é uma propriedade importante desse material. Ferros fundidos nodulares com matriz ferrítica possuem valores de limite de resistência à tração de 380 a 450 MPa, associados a valores de alongamento de 10 a 22 %, enquanto em nodulares de matriz perlítica o limite de resistência à tração pode atingir até 900 MPa, com valores de alongamento de 2 %.

Os ferros fundidos nodulares austemperados são obtidos por tratamento térmico de austêmpera, processo este que envolve a austenitização, seguida de resfriamento rápido até a temperatura de austêmpera e manutenção da temperatura para transformação da microestrutura. A microestrutura resultante é uma mistura fina de ferrita e de austenita estabilizada, denominada de ausferrita. Este tipo de matriz (ausferrita) proporciona altos valores de resistência mecânica (LR de 850 a 1300 MPa), associados a bons valores de ductilidade (alongamento de 10 a 2 %). (GUESSER, 2009)

Este comportamento referente à suas propriedades mecânicas, contribui para a necessidade do direcionamento da pesquisa no sentido de buscar ao mesmo tempo que altos limites de resistência mecânica quanto a tração sejam alcançados, considerando alongamento mínimo de 1 %, não previsto em norma, para os ferros fundidos nodulares austemperado Grau 5 de acordo com ASTM A897 (*American Society for Testing and Materials*).

São inúmeras as aplicações de componentes em ADI, podendo ser citadas 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.

Particularmente quando se pretende aplicar os ferros fundidos nodulares austemperados em peças destinadas a exploração de solo, propriedades mecânicas como as de alta resistência ao desgaste por abrasão, limite de resistência a tração, impacto e alongamento mínimo de 1 % para o ADI de Grau 5 se fazem necessárias.

Vale destacar que os ferros fundidos nodulares austemperados são classificados de acordo com a norma ASTM A 879 em cinco grupos, que vão dos denominados graus 1 a 5. O presente estudo está pautado no desenvolvimento de ações que busquem atribuir valores mínimos ao alongamento (%) e tenacidade (J) no ADI de Grau 5, não previstos pela norma ASTM A 879.

# **1 OBJETIVOS DO TRABALHO**

## **1.1 OBJETIVO GERAL**

 Analisar a influência da composição química e de tratamentos térmicos de austêmpera em diferentes temperaturas, na microestrutura e nas propriedades mecânicas do ferro fundido nodular, visando obter melhoria no alongamento não previsto pela Norma ASTM A897 Grau 5.

## **1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Analisar a viabilidade de aplicação da Liga FE 70002 com adição de cromo e teores de crescentes de níquel, como base para obtenção do ferro fundido nodular austemperado grau 5 com alongamento mínimo de 1%.
- Analisar a influência dos teores de níquel (0 %, 1 % e 2 %) nas propriedades mecânicas do ferro fundido nodular austemperado, tendo como base a Liga FE 70002 com adição de 0,5% Cr.
- Reportar os parâmetros de desenvolvimento e produção da liga, tendo em vista obter o ferro fundido nodular austemperado grau 5 para aplicação na movimentação e exploração de solo em escala industrial;

# 2 FERROS FUNDIDOS

A seguir será apresentada uma revisão dos aspectos relevantes relacionados ao trabalho, tendo como foco abordar características metalúrgicas dos ferros fundidos, com destaque para o nodular considerando suas propriedades quando submetidos aos tratamentos térmicos de austenitização e austêmpera.

De acordo com Colpaert (2008) a classificação mais comum dos ferros fundidos diz respeito ao aspecto de sua fratura: quando o carbono está combinado em cementita, a fratura é cristalina, com aspecto claro e estas ligas são chamadas de ferros fundidos brancos. As fraturas das ligas que contém grafita na estrutura, em contraste, são escuras e acinzentadas. Estas ligas são chamadas de ferros fundidos cinzentos.

Cabe destacar que esta classificação primária atribuída aos dois grandes grupos dos ferros fundidos citados no parágrafo anterior, sofreram evoluções em função dos métodos de análises, bem como ao desenvolvimento tecnológico quanto aos métodos de produção e influência de elementos químicos proporcionando aprimoramento de propriedades mecânicas e químicas resultando em melhoria de performance.

Guesser (2009), considera em que o nome de cada família, para alguns casos pode refletir na forma da grafita (nodular e vermicular), outras vezes tem relação com o aspecto da fratura (cinzento ou branco), ou com alguma propriedade mecânica relevante (maleável). No caso dos ferros fundidos brancos o teor de carbono presente divide-se em compor a matriz e apresentar-se na forma de carboneto de ferro, a cementita.

## 2.1 TIPOS DE FERROS FUNDIDOS

Os ferros fundidos que contêm grafita, são classificados primeiramente pela forma da grafita. Assim existem ferros fundidos com grafita lamelar, nodular e vermicular. Dentro de cada forma da grafita, a maneira como a grafita se distribui e suas dimensões são, também, medidas e caracterizadas metalograficamente. Além disso, os ferros fundidos podem ser classificados pela microestrutura da matriz, que apresenta os mesmos constituintes que os aços (COLPAERT, 2008).

A Figura 1 apresenta uma sequência de fatores que resultam em diferentes tipos de ferros fundidos, permitindo compreender as diferenças de comportamento que existem quanto aos tipos de ferros fundidos.

Figura 1 Esquemático dos ferros fundidos



Fonte: CALLISTER, 2007 (Adaptado).

As microestruturas resultantes que constituem a matriz metálica dos ferros fundidos, estão diretamente ligadas a dois principais aspectos, sendo eles a composição química e a velocidade de resfriamento durante o processo de solidificação.

Serão apresentados a seguir os ferros fundidos, que de acordo com as considerações feitas anteriormente, apresentam parte do carbono na forma livre, considerando basicamente a forma da grafita, com o intuito de estabelecer uma breve comparação entre eles, tendo em vista o aprofundamento que se dará ao longo desse trabalho sobre o ferro fundido nodular austemperado, objeto de estudo dessa dissertação.

#### 2.1.1 Ferro Fundido Cinzento

Apresenta a grafita na forma de veios ou lamelas, dispersas em matriz que podem ser ferrítica ou perlítica. A formação da grafita lamelar, considerando a obtenção do ferro fundido cinzento, se dá por dois aspectos fundamentais sendo eles advindos da composição química da liga, bem como a velocidade de resfriamento, propiciando a solidificação do eutético em equilíbrio.

Associados a grafita, os ferros fundidos cinzentos, apresentam aspectos de densidade e condutividade térmica bastante particulares, impactando diretamente em suas propriedades e aplicações.

Enquanto a densidade das fases sólidas do ferro, da cementita e mesmo de grande parte dos carbonetos de elementos de liga comuns é bastante semelhante, na faixa de 7 a 8 g/cm<sup>3</sup> a densidade da grafita é de aproximadamente 2,27 g/cm<sup>3</sup>. Algumas das principais aplicações dos ferros fundidos cinzentos estão diretamente ligadas a alta capacidade de condutividade térmica, justificando sua empregabilidade em blocos e cabeçotes de motores, peças de sistemas de freio e carcaças em geral para o setor automotivo. (COLPAERT, 2008)

Outro aspecto relevante em sua aplicação se dá pelo motivo da grafita presente na matriz funcionar como um elemento de amortização de vibrações, justificando seu emprego em item que atuam como base ou corpos de máquinas. A grafita na forma de veios também contribui para os processos de usinagem favorecendo a quebra dos cavacos e atuando como um lubrificante sólido, permitindo a superfície um acabamento superficial compatível com sua aplicação. Na Figura 2 a relação de ocupação do espaço, imposta pelas lamelas de grafita na matriz metálica, reforça a tendência ao baixo comportamento mecânico do ferro fundido cinzento quando submetido aos esforços dessa natureza.



Figura 2 (a) Grafita lamelar em ferro fundido cinzento, Nital 10%, 2h. (b) Reconstrução tridimensional de grafita lamelar em ferro fundido cinzento

Fonte: VELICHKO e MUCKLICH Apud COLPAERT, 2008.

Para os ferros fundidos cinzentos a grafita lamelar é classificada em cinco tipos, conforme ASTM A247 e norma ISO 945, sendo para cada uma delas atribuída uma letra que vai de "A" até "E", desta forma é possível associar suas características ao tipo pelo qual foi concebido, contextualiza Colpaert (2008). Estão relacionadas características responsáveis por atribuir a cada tipo de morfologia da grafita respectivos desenhos, conforme ilustrados pela Figura 3.

**Grafita tipo "A":** caracteriza-se por distribuição aleatória de lamelas de tamanho uniforme, sendo em geral associada às melhores propriedades mecânicas. É formada normalmente em ferros fundidos inoculados e resfriados a taxas moderadas.

**Grafita tipo "B":** está associada à baixa taxa de nucleação, por isso das células eutéticas serem maiores. As lamelas se formam inicialmente finas e aumentam de dimensão à medida que o crescimento progride.

**Grafita tipo "C":** ocorre principalmente em ferros fundidos cinzentos hipereutéticos, quando a nucleação primária de grafita, podendo comprometer a resistência mecânica e originar defeitos nas superfícies usinadas.

**Grafitas tipo "D" e "E":** são grafitas finas, provenientes em geral de resfriamento rápido em condições de nucleação insuficiente.

Figura 3 Morfologia da grafita dos ferros fundidos cinzentos



Fonte: ASTM A247 (Adaptado).

#### 2.1.2 Ferro Fundido Vermicular

O ferro fundido vermicular apresenta uma formação intermediária de sua grafita, considerando as formas típicas compreendidas entre os ferros fundidos cinzentos e o ferro fundido nodular, dando origem a grafita do tipo compacta. Além da morfologia da grafita, as propriedades atribuídas ao ferro fundido vermicular encontram-se entre ambas as famílias citadas anteriormente.

A Figura 4 permite a compreensão de como a grafita compacta se apresenta, diferente do ferro fundido cinzento quanto a formação de lâminas ou placas, bem como os nódulos característicos nos ferros fundidos nodulares. A forma de bastonetes também é uma denominação bastante usual no meio acadêmico e industrial a respeito de sua morfologia dos ferros fundidos vermiculares.

A resistência mecânica dos ferros fundidos vermiculares, similarmente aos outros ferros fundidos, depende da matriz e da grafita, relatado por Guesser (2009). Isso se dá pelo fato da quantidade de nódulos presentes, resultante do processo incompleto de vermicularização, sendo por sinal aceitáveis em proporções que variam de 20% até 50%.

Uma das principais características atribuídas aos ferros fundidos vermiculares é a sua capacidade de proporcionar relativa resistência mecânica e tenacidade, mantendo a condutividade térmica elevada, sendo esta última muito presente nos ferros fundidos cinzentos.

Figura 4 (a) Grafita compacta em ferro fundido vermicular, Nital 10%, 2h. (b) Reconstrução tridimensional de grafita compacta em ferro fundido vermicular



Fonte: VELICHKO e MUCKLICH, Apud COLPAERT, 2008.

Tais características justificam a aplicação dos ferros fundidos vermiculares em peças que necessitam de propriedades mecânicas e térmicas associadas, como por exemplo, em blocos de motor de grande porte, para tratores e caminhões.

## 2.1.3 Ferro Fundido Nodular

O ferro fundido nodular permite unir propriedades dos ferros fundidos, como por exemplo os custos de produção relativamente menores que os aços, aliado a comportamentos que podem ser iguais ou superiores a algumas classes dos aços, traduzindo-se em vantagens quanto a sua seleção e aplicação.

A grafita se apresenta na forma de nódulos, predominantemente esféricos, proporcionando maior continuidade da matriz metálica, o que favorece as propriedades mecânicas, desta forma os ferros fundidos nodulares também podem ser classificados ferros fundidos dúcteis, pois diferentes do ferro fundido cinzento, apresenta relativa ductilidade. Segundo Charre (2004), o alongamento nos ferros fundidos nodulares

podem chegar a 17 %, ou seja, muito superior aos encontrados em ferros fundidos cinzentos.

A matriz metálica predominantemente perlítica resulta em ferros fundidos nodulares com alta resistência mecânica, boa resistência ao desgaste e moderada ductilidade, além de boa resistência ao impacto (GONZAGA, 2013). Características como essas apresentadas nesse parágrafo contribuíram para a escolha da liga FE 70002 nesse estudo.

Segundo Colpaert (2008), a característica fundamental destas ligas está no ajuste da composição química e na inoculação do metal líquido, de modo a favorecer a formação de grafita em nódulos, diferentemente do ferro fundido cinzento, conforme apresentado na Figura 5. A diferença entre a morfologia das grafitas, caracterizando portanto o ferro fundido cinzento e o nodular, dão conta das diferenças quando estes materiais são submetidos a esforços mecânicos.





Fonte: CALLISTER, 2007.

As micrografias apresentadas na Figura 6 abordam respectivamente as microestruturas do ferro fundido nodular com matriz ferrítica bem definida, seguida dos contornos de grãos e nódulos de grafita dispersos com ligeira variação de tamanho. Na Figura 6 (b) nota-se um ferro fundido nodular com matriz perlítica, coroa de ferrita ao redor da grafita esferoidal e contornos de grãos, sendo possível constatar ligeira variação na morfologia dos nódulos, inclusive com degeneração da grafita.



Figura 6 Ferro Nodular com matriz ferrítica (a), matriz composta de ferrita e perlita (b)

Fonte: GONZAGA, 2013.

Segundo Guesser (2009) a presença dos nódulos na matriz do ferro fundido favorece o comportamento dúctil, sendo essa uma de suas principais características. O tipo da matriz metálica influencia no comportamento dos ferros fundidos nodulares, sendo atribuídos valores de Limite de Resistência a Tração (LRT) de 380-450 MPa com alongamento de 10-22% para os de matriz ferrítica, enquanto os de matriz perlítica apresentam valores LRT de até 900 MPa com alongamento de 2%.

A grafita na forma esferoidal é obtida pela adição de elementos ao metal fundido como o magnésio de modo a produzir a forma desejada da grafita e contrabalancear o efeito de elementos prejudiciais, como o antimônio, chumbo, titânio, telúrio, bismuto e zircônio que interferem no processo de nodularização, devendo ser eliminados.

O elemento químico mais utilizado para formação da grafita esferoidal é o magnésio, que em escala de produção industrial é adicionado no interior da panela de nodularização, entrando em contato com o banho fundido, após a transferência do metal do forno de fusão. O contato do magnésio na forma de ferro liga (FeSiMg), acontece após o término das correções relativa a adição dos elementos de liga.

Os ferros fundidos nodulares são produzidos diretamente pela solidificação de uma liga fundida contendo silício suficiente para garantir a formação de grafita, após remoção de enxofre e oxigênio, modificando dessa forma a preferência de crescimento da grafita do plano prismático para o basal.

As adições de magnésio ao banho diminuem drasticamente os teores de enxofre e o oxigênio, alterando sensivelmente a morfologia do crescimento da grafita. O magnésio reage com o oxigênio para formar MgO altamente estável. O teor de oxigênio é reduzido dos níveis típicos de 90-135 ppm para cerca de 15 a 35 ppm. O magnésio também reage com o enxofre para produzir MgS, mas é menos estável que o óxido de magnésio (CHARRE, 2004)

Como o magnésio tem baixa solubilidade no metal e é bastante volátil, as reações podem se tornar reversíveis se as perdas forem muito grandes, conforme observações presentes no capítulo materiais e métodos dessa dissertação a respeito do tempo de vazamento do metal no molde, chamado de efeito *fading*. A mudança na morfologia da grafita é obtida por meio do tratamento realizado no metal líquido chamado de processo de nodularização.

### 2.2 Metalurgia dos ferros fundidos

Os ferros fundidos são classificados como sendo uma liga ternária, constituída basicamente por ferro (Fe), carbono (C) e silício (Si), contendo ainda manganês (Mn), enxofre (S) e fósforo (P). O comportamento dos ferros fundidos, quanto à formação da microestrutura, está ligado à sua composição química e modo de solidificação, bem como aos tratamentos térmicos e esforços mecânicos de natureza diversos associados à sua aplicação.

Ao considerar o comportamento de solidificação é possível compreender que na fase líquida, quando da diminuição gradativa da temperatura, as primeiras dendritas de austenita se formam com teor de carbono da ordem de 1,5%, mantendo o percentual resultante do carbono disponível para a fase líquida. Com o final da solidificação parte do carbono presente se precipita tendendo a incorporar-se à grafita, resultando em teor médio de 0,7% C na austenita. Em condição estável de solidificação a austenita se decompõe em ferrita ( $\alpha$ ) + grafita, por outro lado em condição metaestável a austenita se decompõe em ferrita ( $\alpha$ ) + cementita (Fe<sub>3</sub>C).

A reação eutetoide estável (austenita  $\rightarrow$  ferrita + grafita), ocorre em temperaturas um pouco superiores à reação eutetoide metaestável (austenita  $\rightarrow$  ferrita + cementita), porém envolvem distâncias de difusão maiores, já que a grafita deposita-se sobre as partículas existentes, e o invólucro de ferrita formada em torno da grafita aumenta a distância para que novos átomos de carbono se depositem sobre a grafita. A reação eutetoide metaestável é cooperativa, existindo difusão de carbono apenas na austenita em frente às lamelas de ferrita que estão crescendo, de modo que sua velocidade é alta, Guesser (2009). Por meio do diagrama ferro carbono, conforme Figura 7, identifica-se os campos correspondentes aos ferros fundidos hipoeutéticos (compreendidos entre 2,1% C a 4,3%C), eutético (4,3% C) e hipereutéticos (superiores a 4,3 %C até 6,7%C). As linhas tracejadas indicam o deslocamento proporcionado pela ação dos elementos químicos e condições favoráveis à reação do tipo metaestável, já as linhas cheias indicam condição estável quanto ao comportamento de solidificação e área de cada um dos campos.

Um dos fatores a se considerar na produção dos ferros fundidos é o teor de carbono equivalente (CE). Para a fabricação de ferros fundidos nodulares, geralmente se recomenda o emprego de ligas de composição eutética ou hipereutética, com CE situado entre 4,3 e 4,7%.



#### Figura 7 Diagrama ferro carbono

Fator determinante no comportamento da solidificação e estrutura resultante está associado a composição química. Teores de silício (Si) presente na composição tendem a favorecer a reação eutetoide estável, predominantemente constituindo matriz ferrítica, por outro lado estanho (Sn) e cobre (Cu) favorecem a formação de matriz perlítica por dificultarem a decomposição do carbono sobre a grafita. A presença de

manganês (Mn), cromo (Cr) e vanádio (V) também favorecem a formação de matriz perlítica, porém atuam na aproximação das temperaturas entre a reação eutetoide estável e metaestável.

Outras variáveis importantes são ainda a velocidade de resfriamento e o número de nódulos ou ramificações da grafita lamelar (condicionando as distâncias de difusão para a ocorrência da reação eutetoide estável). Grande número de nódulos (em ferro fundido nodular) e grafita do tipo D (em ferro fundido cinzento) reduzem as distâncias para difusão do carbono, favorecendo assim a ocorrência de reação eutetoide estável. Guesser (2009).

# 2.3 PRINCÍPIO DE NUCLEAÇÃO E CRESCIMENTO DA GRAFITA

A grafita tem estrutura hexagonal, e na solidificação, dependendo da velocidade de crescimento, composição química e direção, podem resultar em grafita do tipo esferoidal ou lamelar. Quando ocorre a formação da grafita preferencialmente pelo plano basal, se tem como resultado a grafita esferoidal (ferro fundido nodular). Por outro lado, quando o crescimento se dá favoravelmente pelo campo prismático a grafita resultante é do tipo lamelar (ferro fundido cinzento). Por meio da Figura 8 é possível compreender o arranjo hexagonal, típico da grafita, bem como os planos de que a constitui, sendo eles o prismático e basal.

A fase da grafita no ferro fundido é constituída de um cristal facetado limitado por planos de baixo índice. Para cristalização da grafita a partir de uma fusão de ferrocarbono, os planos delimitadores normalmente observados são [0001] e [1010].

Segundo Stefanescu (1993) a estrutura cristalográfica da grafita e as possíveis direções de crescimento, "A" e "C", conforme Figura 8, se apresentam com crescimento instável ocorrendo nos planos [1010], sendo estes os de maior energia (planos prismáticos), as bordas dos cristais de grafita semelhantes a placas não estão bem definidas, sendo resultado dessa formação uma estrutura típica formada a partir de camadas. A resistência e a dureza são maiores na direção C do cristal de grafita, plano basal.

A Figura 8 permite compreender as direções que resultam nas formas da grafita. Nas ligas Fe C, sem a presença de oxigênio e enxofre, a direção preferida para crescer é a do plano basal, porque esse plano tem baixa energia facial com o líquido, resultando em grafita nodular. Quando da presença se enxofre (S) e oxigênio (O), os mesmos tendem a ser adsorvidos no plano prismático, reduzindo sua energia interfacial, atingindo valores menores que o plano basal, formando grafita lamelar (LABRECQUE & GAGNÉ, 1998).

#### Figura 8 Estrutura hexagonal da grafita.



Fonte: GRUZLESKI Apud GUESSER, 2009.

Para se alterar a forma da grafita introduz-se um elemento nodularizante ao ferro fundido, o magnésio (Mg). Este elemento é um forte desoxidante e forte dessulfurante, logo removendo o oxigênio e o enxofre do banho líquido. Isto altera as energias interfaciais, favorecendo novamente o crescimento da grafita a partir do plano basal. Na Figura 9 é possível entender a influência dos elementos indesejáveis para a formação da grafita esferoidal, no caso o oxigênio e o enxofre, nota-se também a presença do elemento silício atuando como agente favorável à formação da grafita em sistema de reação eutetoide do tipo estável.

A explicação mais simples do efeito esferoidizante de inoculantes como o magnésio é que o oxigênio e o enxofre são adsorvidos preferencialmente nos planos hexagonais da grafita, inibindo o crescimento paralelo ao eixo "C", levando a uma morfologia lamelar. A remoção de enxofre e oxigênio pelo inoculante permite maior crescimento isotrópico, ou seja, permite um crescimento igual para todos os lados a partir do ganho de energia térmica. Uma escolha cuidadosa de adições de liga é usada para ajustar adequadamente os efeitos de desoxidação, grafitização e nucleação (CHARRE, 2004).



#### Figura 9 Esquema de crescimento da grafita em veios e em nódulos

Fonte: MCSWAIN & BATES Apud GUESSER, 2009.

No processo de solidificação a partir da formação e crescimento dos primeiros núcleos de grafita em contato com o líquido, sendo logo após envolvida por invólucro de austenita, conforme Figura 10, sendo o posterior crescimento acontecendo pela difusão do carbono, do líquido ainda presente para a grafita (GUESSER, 2009).

#### Figura 10 Nódulo de grafita envolvido por halo de austenita durante processo de solidificação



#### Fonte: LUX et al Apud GUESSER, 2019.

O crescimento adicional da grafita ocorre por difusão de carbono através da camada de austenita. Em algum momento, sugeriu-se que o encapsulamento de grafita por austenita é a principal razão para a forma esferoidal da grafita, uma vez que a grafita

crescerá principalmente através da difusão de carbono no estado sólido através da casca de austenita e, uma vez que o crescimento no estado sólido é isotrópico (STEFANESCU, 1993).

Durante o processo de solidificação existe o crescimento e expansão da grafita que por sua vez pressiona primeiramente as dendritas de austenita, este processo de solidificação resulta em regiões de aprisionamento de líquido no corpo interdendrítico, impedindo a alimentação de líquido nas regiões ainda por se solidificarem. Para compensar a ausência de metal líquido durante a solidificação, que ocasionaria a presença de micro e macrorechupes, torna-se necessário o cálculo e a disposição ao redor da peça de sistema de massalotagem.

Os massalotes são reservatórios de metal líquido que tem por finalidade alimentar regiões de maiores espessuras, que por consequência solidificarão por último em função do aporte térmico. Regiões de maiores espessuras além de apresentarem maior tendência a formação de rechupes e microrechupes (vazios), tendem a apresentar também maior heterogeneidade e zonas de segregação.

Serão apresentadas a seguir diferentes abordagens teóricas dos mecanismos de formação da grafita a partir do sistema líquido/grafita. O intuito com isso não é o de confrontar as diferentes abordagens, mas sim de apresentá-las com o objetivo de dar luz a esse fenômeno primordial na obtenção do ferro fundido nodular. Sabe-se que os ferros fundidos nodulares austemperados adquirem melhores propriedades mecânicas, quando em seu processamento advém de um ferro fundido nodular com grau de nodularização que atenda em quantidade e forma da grafita que resulte em propriedades mecânicas adequadas para suas aplicações.

Diferentes teorias apontam para os mecanismos de formação dos nódulos de grafita. Segundo apresentado por seus respectivos pesquisadores, não se tem um consenso da forma mais assertiva quanto sua formação, porém serão aqui apresentadas tendo como intuito contribuir para o entendimento quanto a obtenção do ferro fundido nodular a partir do processo de início de solidificação.

#### Crescimento por modelo de deslocamento tipo parafuso

Hillert e Lindblom Apud (STEFANESCU, 1993), sugeriram que os nódulos de grafita crescem por um mecanismo de deslocamento em forma de parafusos. Os átomos de cério ou magnésio, responsáveis pela nodularização, se ligam aos átomos de carbono na borda crescente do plano compactado, produzindo assim as reações

necessárias para o desenvolvimento de novos deslocamentos em parafuso. Como mostra a Figura 11, as espirais crescem uma junto a outra, depois se ramificam e o através de seu crescimento se tornam esféricos.



Figura 11 - Crescimento de nódulos de grafita por deslocamentos em parafuso

Fonte: HILLERT & LINDBLOM Apud STEFANESCU, 1993.

### • Crescimento por modelo de interface de distribuição

Oldfield, Geering e Tiller Apud (STEFANESCU, 1993), propuseram um modelo para o crescimento de grafita esferoidal com base na quebra da interface. O processo começa com um cristal poliédrico crescendo com uma interface facetada estável que se torna instável quando um tamanho crítico é excedido. Uma protuberância que se forma em qualquer uma das faces do cristal instável pode crescer na mesma velocidade dando sequência ao seu crescimento, vide Figura 12. A medida que o crescimento continua, a forma da partícula da grafita se aproxima cada vez mais de uma forma esférica.

Figura 12 Crescimento de nódulos de grafita por quebra de interface



Fonte: OLDFIELD, GEERING & TILLER Apud STEFANESCU, 1993.

### • Modelo de crescimento circunferencial

O modelo proposto por Double e Hellawell Apud (STEFANESCU, 1993), que observaram as fibras de grafita crescidas, sendo às vezes fechadas nas suas

extremidades por tampas cônicas que mostram ângulos apicais específicos. Essa observação levou à suposição de que a estrutura dessas fibras consiste em folhas basais de grafita enroladas sobre si mesmas na forma de hélices cônicas, (Figura 13 a). Perto do centro do nódulo, o crescimento inicial pode começar como uma combinação de hélices cônicas a partir de um centro comum (Figura 13 b).

Figura 13 - Crescimento do nódulo de grafita a partir de estruturas cônicas de hélice



#### Fonte: DOUBLE & HELLAWELL Apud STEFANESCU, 1993.

A leve desorientação entre os numerosos filamentos de cristal radial pode produzir uma superfície desigual de várias etapas com muitos limites de inclinação/torção, conforme Figura 14. Tais defeitos permitirão que um subgrão cresça sobre o outro, criando fontes de crescimento ativo na superfície do nódulo. (DOUBLE & HELLAWELL Apud STEFANESCU, 1993)

Figura 14 Limites de inclinação/torção entre segmentos de cristais individuais na superfície de um nódulo de grafita



Fonte: DOUBLE & HELLAWELL Apud STEFANESCU, 1993.

Sadocha e Gruzleski Apud (STEFANESCU, 1993) consideram um modelo mais simples, onde se supõe que o crescimento esferoidal ocorra de maneira circunferencial desde o início, como mostra a Figura 15, pelo movimento de etapas em torno da superfície do nódulo. Essas etapas crescem na direção "a" pela curva "c" do
crescimento de cristais, com o plano basal de baixa energia de grafita exposto ao líquido. As etapas de crescimento se deparam, formando limites na superfície. A partir desses limites, novas etapas podem se desenvolver e crescer sobre a superfície, produzindo um efeito de folha de repolho.

Figura 15 Crescimento circunferencial de nódulos de grafita: (a) superfície mostrando efeito foliar: (b) seção diametral mostrando crescimento na direção "a"



Fonte: SADOCHA & GRUZLESKI Apud STEFANESCU, 1993.

# 2.4 PROCESSO DE SOLIDIFICAÇÃO

A solidificação, como qualquer transformação de fase, exige certo afastamento da condição de equilíbrio para que a transformação tenha início. Isso se deve aos gastos com energias de superfície que o processo de nucleação exige, gastos estes que devem ser compensados com a energia química da transformação, que cresce com o afastamento da condição de equilíbrio. (GUESSER,2009)

Existem diferentes teorias que se referem ao crescimento da grafita a partir de sua nucleação em meio líquido, embora todas elas justifiquem seu crescimento a partir da variação de energia e planos preferenciais de crescimento. Os estudos apresentam uma tendência de equilíbrio entre o sistema líquido/grafita, que sequencialmente se dá pelo processo de solidificação, resultando na formação de cristais ricos em carbono com contornos curvados, por vezes esferoidais, tratando-se dos ferros fundidos nodulares.

A Figura 16, apresenta por meio de uma modelo esquemático, o processo de solidificação nos ferros fundidos nodulares, contendo os nódulos de grafita sendo

envolvidos pelo crescimento das dendritas de austenita (liga hipoeutetoide) e posteriormente sendo incorporado a matriz metálica da qual está inserido, considerando não somente a diminuição gradativa da temperatura, bem como a composição química da liga metálica para essa formação.

Figura 16 Esquemático do modo de solidificação em ferros fundido nodular



Fonte: RIVERA et al 2003.

Nos ferros fundidos, a solidificação não se comporta de forma previsível somente pela diminuição da temperatura, mas sim, influenciada fortemente pela composição química, aproximando-a de uma condição estável ou metaestável de equilíbrio. Tendo em vista a existência de uma transformação eutética estável, há grande probabilidade na obtenção da grafita a partir do carbono presente na composição química. Na condição metaestável a formação do carboneto de ferro, a cementita Fe<sub>3</sub>C se fará presente. Vale considerar que a cementita tem sua importância em determinados ferros fundidos, onde a elevada dureza se faz presente, por outro lado prejudicando aplicações relacionadas às operações de usinagem e solicitações onde a tenacidade se faz necessária.

Assim denomina-se de transformação eutética estável a reação onde o líquido se transforma em austenita + grafita, por outro lado como resultado da solidificação proveniente de uma condição metaestável resulta em austenita + cementita, a partir do metal líquido.

Os parâmetros básicos que afetam a morfologia do eutético são a relação e composição G/V (onde "G" é o gradiente de temperatura na interface e "V" é a velocidade de crescimento da interface). É possível obter uma variedade de estruturas de grafita e matriz em ferro fundido quando variamos G/V e ou o nível dos elementos químicos responsáveis pela nodularização, como magnésio ou cério. (STEFANESCU, CURRERI & FISKE, 1986)

Para Bandyopadhyay et al (1989), a transição estrutural completa de metaestável para estável, bem como para diferentes morfologias da grafita para os ferros fundidos de composição hipoeutética se dá em função da velocidade de crescimento, gradientes de temperatura na interface sólido/líquido e concentração de cério.

Verificou-se que, enquanto a transição metaestável (ferro fundido branco) para estável (ferro fundido cinzento) depende principalmente da razão G/V, a transição entre diferentes formas de grafita (lamelar para vermicular e esferoidal) depende principalmente da concentração de cério, conforme apresenta a Figura 17.

À medida que o G/V diminui ou a composição (por exemplo, Mg ou Ce) aumenta, a interface sólido-líquido mudando de formação planar para protuberâncias que podem ser celulares ou dendríticas, com macroestrutura equiaxial, enquanto a grafita permanece basicamente em flocos (lamelar). Ocorre crescimento cooperativo de austenita e grafita. Mudanças adicionais de G/V ou de composição provocam a formação de uma interface irregular, com dendritas de austenita salientes no líquido, fazendo com que a grafita passe por um estágio apresentando-se compactada e em seguida nodular. (BANDYOPADHYAY et al 1989)





Fonte: BANDYOPADHYAY et al., 1989 (Adaptado).

Para Argo & Gruzleski (1986), ao atingir o patamar da temperatura eutética, dendritas de austenita e nódulos de grafita se nuclearam independentemente no líquido, sendo que o crescimento de grafita esferoidal é limitado em contato com o líquido. A flutuação ou convecção determina a colisão da grafita nodular com as

dendritas da austenita. O encapsulamento de grafita na austenita pode ocorrer antes ou imediatamente após o contato entre grafita e dendritas de austenita.

Durante a solidificação de ferros fundidos nodulares, a formação da grafita é acompanhada por uma expansão volumétrica, de modo que, à medida que o teores de carbono e silício se apresentam em menores percentuais na liga fundida, aumenta os requisitos quanto ao sistema de alimentação, necessitando de massalotes, caso contrário a fundição poderá apresentar vazios por falta de compensação de metal líquido durante a solidificação (*AFS Ductile Iron Handbook, 2016*).

Quando o sistema de alimentação não está dimensionado para compensar os efeitos de solidificação do ferro fundido nodular, que exerce pressão por expansão sobre as paredes do molde, é necessário que alimentadores posicionados em regiões de maiores volumes e concentrações de massa sejam utilizados. A Figura 18 exemplifica a formação de vazios na secção dos ferros fundidos nodulares, os vazios que resultam do processo de solidificação são chamados de rechupes ou microrechupes, reduzindo consideravelmente suas propriedades mecânicas.



#### Figura 18 Microrechupes em ferro fundido nodular

Fonte: STEFANESCU e COLPAERT, 2008 (Adaptado).

Os ferros fundidos nodulares podem apresentar problemas de porosidades e microrechupes decorrentes do processo de solidificação, sendo que tais defeitos podem comprometer o desempenho de produtos em aplicações futuras, pois promovem vazios internos que resultam na descontinuidade da matriz, tendo em vista as solicitações mecânicas que estão diretamente ligadas a sanidade da peça fundida. Os ferros fundidos nodulares solidificam em geral sem a formação de uma casca sólida e

de uma frente de solidificação bem definida, como ocorrem nos ferros fundidos cinzentos.

# 2.5 Irregularidades da grafita nodular

O processo de nodularização acontece a partir de reação exotérmica de grande intensidade, provocando fervura, quando o magnésio presente é vaporizado o mesmo atravessa o metal fundido diminuindo o teor de enxofre contribuindo para a formação da grafita esferoidal, em seguida adiciona-se o Fe Si (agente inoculante) responsável pela formação da matriz metálica.

Pequenos desvios na forma esférica geralmente não tem consequência sobre as propriedades mecânicas, e, portanto, não são considerados defeitos de microestrutura. Entretanto, quando a forma degenerada da grafita excede 10% do total da grafita presente, seu efeito torna-se evidente. As primeiras propriedades afetadas são a resistência ao impacto e a redução de área (estricção). Seguem-se diminuições do limite de resistência, alongamento, limite de fadiga, resistência ao impacto e tenacidade a fratura, sendo o limite de escoamento é o menos sensível. (Guesser, 2009)

A morfologia da grafita, como mencionado, influência nas propriedades mecânicas, logo impactando na seleção e aplicação da liga fundida para determinado fim. Para evidenciar e estabelecer parâmetros de controle a Norma ABNT NBR 6593:2015 - Morfologia de grafita em ferro fundido, apresenta um modelo esquemático de representação da grafita nos ferros fundidos, de acordo com a Figura 19.

Em aplicações industriais, um dos principais pontos causadores de irregularidades da grafita estão associados a presença dos pontos quentes e regiões de massalotes, o mesmo pode ser encontrado em peças de ferro fundido nodular de grandes espessuras, sendo portanto a diminuição da velocidade de resfriamento um dos fatores que contribui para essa degeneração. Outro fator determinante na má formação pode ser atribuído ao processo inadequado de inoculação e nodularização ou simplesmente a quantidade insuficiente de elementos para esses tratamentos. Figura 19 Formas típicas da grafita: I – grafita lamelar; II – grafita esboroada; III – grafita vermicular; IV – grafita maleável; V – grafita explodida e VI – grafita nodular



Fonte: ABNT NBR 6593:2015 (Adaptada). Verificar formatação

A forma degenerada da grafita em grumos, provoca queda acentuada nas propriedades mecânicas. Para nodular ferrítico, a presença de 10% de grafita em grumos reduz o alongamento em cerca de 40% (SANTOS e ALBERTIN, 1977 apud GUESSER). A queda acentuada de suas propriedades também é notada em relação ao limite de fadiga. Associado ao grande tamanho de células eutéticas que armazenam em seu interior, os nódulos tendem a propiciar a existência de trincas.

A explicação mais simples do efeito esferoidizante de inoculantes como o magnésio é que o oxigênio e o enxofre são adsorvidos preferencialmente nos planos hexagonais da grafita, inibindo o crescimento paralelo ao eixo "C", levando a uma morfologia lamelar, conforme apresentado na Figura 09. A remoção de enxofre e oxigênio pelo inoculante permite maior crescimento isotrópico, ou seja, permite um crescimento igual para todos os lados a partir do ganho de energia térmica. (CHARRE 2004)

A grafita na forma esferoidal é obtida pela adição de elementos ao metal fundido como o magnésio de modo a produzir a forma desejada da grafita e contrabalancear o

efeito de elementos prejudiciais, como o antimônio, chumbo, titânio, telúrio, bismuto e zircônio que interferem no processo de nodularização, devendo ser eliminados. O contato do magnésio na forma de ferro liga (FeSiMg), acontece após o término das correções relativa a adição dos elementos de liga.

As adições de magnésio ao banho diminuem drasticamente os teores de enxofre e o oxigênio, alterando radicalmente a morfologia do crescimento da grafita. O magnésio reage com o oxigênio para formar MgO altamente estável. O teor de oxigênio é reduzido dos níveis típicos de 90-135 ppm para cerca de 15 a 35 ppm (partes por milhão). O magnésio também reage com o enxofre para produzir MgS, mas é menos estável que o óxido de magnésio (CHARRE 2004).

A forma irregular da grafita pode ser ocasionada pelo baixo nível de nucleação, que pode ser resultado de prática inadequada de inoculação, de um prolongado tempo de manutenção do banho em alta temperatura ou de um teor de magnésio ligeiramente baixo que além de formar grafita irregular proporciona também o aparecimento de grafitas vermiculares, conforme exemplos ilustrados pela Figura 20.

Figura 20 Representação da degeneração do nódulo de grafita



#### Fonte: FUOCO, ALBERTIN & AZEVEDO, 1988.

Tal fato não ocorre em seções mais finas, pois a solidificação mais rápida resulta em um elevado número de nódulos e inibe o crescimento de grafita vermicular. Em seções mais espessas pode aparecer uma grafita fina denominada "chunk", resultando numa drástica redução no alongamento e resistência ao impacto (SANTOS e BRANCO, 1989).

Segundo Balzer (2003), os elementos presentes no ferro fundido nodular austemperado podem ser divididos em dois grupos. O primeiro grupo de elementos, encontrados ao lado esquerdo do ferro na tabela periódica são formadores de carbonetos, tais como manganês, cromo, molibdênio e vanádio segregam para os contornos das células. O segundo grupo, localizados ao lado direito do ferro na tabela periódica não formam carbonetos, tais como silício, níquel, cobre e alumínio, tendem a aumentar a atividade do carbono, segregando para a interface grafita/metal, conforme apresentado na Figura 21.





Fonte: ROUNS & RUNDMAN, 1987.

As regiões entre nódulos são as mais propensas a apresentarem zonas segregadas, que tendem a diminuir com maior número de nódulos na matriz metálica. As amostras correspondentes a Figura 22 são provenientes de ferro fundido nodular com 87 nódulos/mm<sup>2</sup>, sendo as regiões em destaque na cor azul as zonas segregadas. Tal concentração de elementos químicos nas zonas segregadas resultam em microestrutura heterogênea ao redor dos nódulos de grafita, contendo austenita estabilizada com alto teor de carbono e nas regiões intercelulares, austenita não estabilizada com baixo teor de carbono (SILVA, 2005).

Figura 22 Regiões de segregação entre nódulos de grafita



Fonte: SILVA, 2005.

Essa condição de segregação torna o material heterogêneo o que compromete propriedades mecânicas e de transformação por meio da austêmpera para obtenção da ausferrita. Para evitar que zonas extensas de regiões segregadas se formem, adotase maior quantidade de nódulos por milímetro quadrado.

A Figura 23 apresenta o gráfico do comportamento de um ferro fundido nodular austemperado ligado ao Ni 1,5 %, Mo 0,3 %, austenitizado a 900°C por 2 hs e austemperado a 370 °C por 2,5 hs. Propriedades mecânicas como resistência ao impacto, alongamento e tração são sensivelmente afetadas com valores abaixo de 80% do grau de nodularização.







Outro aspecto a ser considerado na má formação do nódulo é a presença de grafita vermicular, afetando principalmente a resistência ao impacto e a tenacidade, sendo estas duas propriedades fundamentais para o desenvolvimento desse trabalho. Tendo em vista ilustrar tal influência, a Figura 24 apresenta uma tendência de comportamento quanto a presença da grafita vermicular influenciando de forma prejudicial no ferro fundido nodular com matriz perlítica.

Figura 24 Efeito da grafita vermicular nas propriedades mecânicas do ferro fundido nodular perlítico



Fonte: ALBERTIN et al Apud GUESSER, 2008.

A Figura 25 apresenta o comportamento do ferro fundido nodular ferrítico com a presença de grafita em grumos, comprometendo notadamente o efeito do material quanto ao limite de fadiga. A grafita em grumos pode propiciar o crescimento de trincas. Um dos fatores que pode contribuir para esse fenômeno é a presença de altos teores de silício, embora seja um dos principais elementos grafitizantes.

Segundo Franco (2010), a presença de berílio, cálcio, estrôncio, bário, ítrio, lantânio e cério devem estar presentes somente na quantidade necessária para substituir o Mg, no tratamento de nodularização. Em todo caso, a quantidade de Mg residual mais as quantidades destes elementos não devem exceder a 0,06%.

A presença de grafita vermicular na família dos ferros fundidos nodulares se traduz em um defeito de microestrutura, afetando diretamente a resistência ao impacto e tenacidade. A presença de teores de grafita vermicular em ferros fundidos nodulares reduz os valores de alongamento em até 30%. As mais aceitas teorias a respeito da presença de grafita vermicular em ferros fundidos nodulares estão associadas a baixos teores de magnésio, responsável pela reação de nodularização e contaminação por titânio.



Figura 25 (a) Grafita em grumos, (b) Efeito da quantidade da grafita sobre o ferro fundido nodular ferrítico

Fonte: Guesser, 2009 (Adaptado).

Como já comentado o alto desempenho desejado dos ferros fundidos nodulares está diretamente ligado às características físicas e químicas que o ferro fundido nodular apresenta.

# 2.6 ELEMENTOS DE LIGA

Os elementos presentes nos ferros fundidos nodulares de baixa liga convencionais são C, Si, S, P e Mn. O carbono equivalente é maior do que nos ferros fundidos cinzentos comuns e o teor de enxofre é muito menor. Para determinação do carbono equivalente são considerados os valores percentuais do carbono, silício e fósforo, apresentados na Equação 1.

$$\% CE = \% C + \frac{(\% Si + \% P)}{3} \tag{1}$$

Os teores de silício podem variar de 1,8 a 6%, no entanto, altos teores de silício e carbono promovem a flutuação dos nódulos de grafita, enquanto o baixo carbono melhora a contração da solidificação e o baixo teor de silício leva à formação de carboneto em vez da grafita (CHARRE, 2004).

Carmo (2001), apresenta por meio da Tabela 01 a faixa de composição química para fundição de peças em ferro fundido nodular austemperado, tendo o carbono equivalente atrelado a espessura da peça a ser fundida. Estas composições se referem aos constituintes da liga base, elementos de liga e elementos residuais, casos específicos são amparados por composições que apresentam variações tendo em vista atender determinada propriedade mecânica.

Composição do ferro base			Elementos Residuais			
Até 13 mm -	—→ CE	= 4,4 - 4,6%	Alumínio	Alumínio Al 0,050 %		
De 13 a 50 n	De 13 a 50 mm $\longrightarrow$ CE = 4,3 - 4,6% Antimônio Sb (			0,002 %		
Acima de 50	Acima de 50 mm $\longrightarrow$ CE = 4,3 - 4,5% Arsênio As (			0,020 %		
Carbono	С	3,4 – 3,8 %	Bismuto	Bi	0,002 %	
Silício	Si	2,2 – 2,6 %	Boro	В	0,002 %	
Manganês	Mn	0,35 % máx.	Cádmio	Cd	0,005 %	
Magnésio	Mg	0,60 % máx.	Chumbo	Pb	0,002 %	
Fósforo	Р	0,04 % máx.	Cromo	Cr	0,100 %	
Enxofre	S	0,02 % máx.	Cobalto	Со	0,100 %	
Oxigênio	0	50ppm máx.	Estanho	Sn	0,020 %	
			Selênio	Se	0,030 %	
Elementos de Liga			Telúrio	Te	0,020 %	
Cobre	Cu	0,20 – 0,80 %	Titânio	Ti	0,040 %	
Níquel	Ni	0,20 – 2,00 %				
Molibdênio	Мо	0,10 – 0,30 %				

Tabela 1 Composição química típica do ferro fundido nodular austemperado

### Fonte: CARMO, 2001 (Adaptado).

Os resultados obtidos a partir da interação entre o carbono e silício abre espaço para uma abordagem conjunta desses elementos, embora serão reportadas a seguir situações onde a presença isolada resulta em alterações também significativas às propriedades dos ferros fundidos nodulares.

A presença de regiões de segregação está diretamente ligadas a composição química do material. As zonas segregadas podem estar presentes nas regiões intercelulares com formação de carbonetos eutéticos a partir da concentração de elementos como o Mn, Mo e Cr, onde atuam criando áreas bastante heterogêneas.

De acordo com Janowak (1983), áreas com segregação influenciam na cinética de transformação durante o tratamento térmico no primeiro estágio, acelerando em

algumas regiões e retardando em outras, dificultando a obtenção de microestrutura homogênea. Algumas regiões estão terminando o primeiro estágio da reação, tendo em vista que outras estão iniciando o processo. Isso implica em tempos de austêmpera que podem ser ideais para determinadas regiões, porém não atende a todas. Ciclos longos de austêmpera podem permitir que todas as partes de uma peça alcance o fim do primeiro estágio, por outro lado partes dela podem estar no segundo estágio, sendo este indesejado por apresentar maior fragilidade.

## 2.6.1 Carbono e Silício

O carbono presente nos ferros fundidos nodulares desempenha papel elementar a ser considerado, pois se apresenta de diferentes formas, sendo influenciado pela composição química, métodos de inoculação e velocidade de resfriamento à partir da solidificação da liga fundida. O carbono se encontra presente na forma da grafita que constitui os nódulos, na matriz metálica formando a perlita e na forma de carboneto de ferro (cementita).

Para esse desenvolvimento os valores correspondentes a porcentagem de carbono expressos em massa, bem como na forma do carbono equivalente se mantiveram alinhados entre si, porém a presença de cementita foi evidenciada nas amostras em que o método de correção de composição química resultou em maior intervalo entre a inoculação e o vazamento, afastando a condição favorável para a formação dos nódulos e saturando a matriz metálica das amostras fundidas na corrida "2".

Percentuais de carbono compreendidos entre 3,5 e 3,8% e os de silício entre 2,1 e 2,8%, apresentam condições de formação de nódulos de grafita mais esféricos, enquadrando-se no tipo VI – classificação ABNT NBR 6593, desta forma menos propenso a formação de carbonetos eutéticos em sua estrutura. (SANTOS, 2000)

O teor de carbono deve ser observado e proposto a partir da condições de espessura da peça a ser fundida, para condições de resfriamento rápido a maior dificuldade está no fato de impedir a formação de carbonetos. Diante disso as condições favoráveis são estabelecidas ao optar por uma liga hipereutética (CE 4,4 a 4,7%) e teores de silício superiores a 2,4%. Adota-se valores de carbono equivalente maiores para quanto maior for a velocidade de resfriamento, segundo Santos (2000)

para peças com espessuras entre 3 a 7 mm devem ser usados valores iguais ou superiores a 4,6% de CE.

O silício atua como um agente responsável pela grafitização, de modo que, com baixo teor de silício, há uma tendência aumentada para a formação de carboneto encontrado nas regiões de menores espessuras e arestas (ferro branco) e carbonetos intercelulares. O silício aumenta a contagem de nódulos, diminui o tamanho da célula eutética e resulta na diminuição da formação de carboneto, embora esses efeitos estejam relacionados a procedimentos eficazes de inoculação. (GUNDLACH et al, 1993)

Para Carmo (2001), a presença do silício no ferro fundido influencia na cinética do carbono de forma mais intensa que qualquer outro elemento de liga presente. Conforme apresentado na Figura 21, segrega-se inversamente, concentrando-se nos contornos do nódulos de grafita e nas dendritas de austenita. Responsável por elevar a temperatura de austenitização, o silício também aumenta de forma discreta a temperabilidade da liga fundida. Dois outros aspectos são atribuídos ao silício durante a reação de austêmpera, sendo a diminuição da solubilidade do carbono e acelera a difusão do carbono na austenita.

Como resultado dessa participação, esses efeitos relacionados acima, promovem a nucleação e o crescimento da ferrita acicular na matriz austenítica, diminuindo o tempo do primeiro estágio da reação e diminuindo a quantidade de austenita na matriz de ausferrita. Desta forma o silício inibe a formação de carbonetos bainíticos durante o processo de austêmpera, aumento a janela de processo.

O diagrama de Henderson, apresentado na Figura 26, permite avaliar o comportamento do ferro nodular quando submetido a variações dos teores de carbono e silício presentes no material. O percentual excessivo de silício resulta na diminuição das propriedades de resistência ao impacto, não sendo possível determinar um ponto específico, mas seu aumento crescente resulta gradualmente no comprometimento dessa propriedade, tendo em vista que nos ferros fundidos nodulares perlíticos já são relativamente baixas. Para tanto é possível considerar que as propriedades de impacto mais altas são obtidas em ferros totalmente ferríticos com baixo teor de silício e fósforo.

#### Figura 26 Diagrama de Henderson



Fonte: CHIAVERINI, 1997 apud LUSSOLI 2003.

A influência do teor de silício nas propriedades mecânicas do ferro fundido nodular austemperado são consideradas a partir da Figura 27 que apresenta tendência progressiva a queda no limite de resistência a tração e limite de escoamento, conforme os percentuais de silício são aumentados, embora a dureza não tenha sido alterada de forma significativa. (MORGAN, 1987)

A influência do carbono e do silício nas propriedades mecânicas do ferro dúctil totalmente esferoidal deve ser considerada em termos das seguintes variáveis:

- o efeito desses elementos na contagem de nódulos do ferro fundido nodular;
- o efeito desses elementos na temperabilidade perlítica do ferro fundido nodular;
- o efeito desses elementos na temperabilidade do ferro fundido nodular.

É importante que o efeito do silício nas propriedades esteja relacionado ao conteúdo de manganês do ferro dúctil. Em baixos níveis de manganês, o silício aumenta a resistência à tração e ao escoamento dos ferros ferríticos fundidos, enquanto que a 0,40% Mn, o aumento do teor de silício diminui a resistência à tração conforme o teor de perlita da matriz é aumentado. (GUNDLACH et al, 1993)

Por outro lado percentuais baixos de silício comprometem a grafitização, tendendo a formação de ferro fundido branco, resultando em microestrutura com a formação de carbonetos, como a cementita.



Figura 27 Efeito do Si no limite de resistência a tração e no alongamento

Fonte: MORGAN, 1987.

A solubilidade do carbono na austenita depende da temperatura de austenitização. O teor de carbono dissolvido na austenita, por sua vez, influencia a cinética da transformação que ocorre durante a temperatura de austêmpera porque ele tem grande influência na força impulsora termodinâmica para o início do primeiro estágio.

# 2.6.2 Enxofre

A dessulfuração do metal líquido é parte essencial no processo de produção de ferro fundido nodular porque o magnésio reage com o enxofre para formar sulfeto de magnésio, formando uma escória que tende a ocupar o sobrenadante do banho, ou gerar inclusão na peça fundida, ou mesmo manter-se aderida as paredes do cadinho ou no molde. O controle do teor de enxofre de liga fundida afeta significativamente a quantidade de magnésio necessária para promover e manter a esferoidização da grafita. (GUNDLACH et al, 1993)

Os ferros fundidos nodulares de alta qualidade são produzidos com um teor de enxofre inferior a 0,02%. Com uma base de ferro de 0,008-0,010% S, excelente

nodularidade pode ser alcançada com um residual de apenas 0,018% Mg. Nos casos em que o ferro de base contém 0,025-0,035% S, pode ser necessário cerca de 0,04% de Mg. E, com ferros de base 0,085% S, um nível residual de Mg de 0,055% será necessário. (GUNDLACH et al, 1993)

Com o tratamento de nodularização a base de magnésio nos ferros fundidos com teor de enxofre muito baixo demonstra que a liga de base não deve ser dessulfurado a um nível abaixo de 0,006% S antes do tratamento de magnésio. Liga fundida com menor teor de enxofre respondem menos à esferoidização, exibem contagens de nódulos mais baixas e têm maior tendência à formação de carboneto. (GUNDLACH et al, 1993)

# 2.6.3 Manganês

Os ferros fundidos nodulares podem ser produzidos em uma ampla gama de teores de manganês, no entanto, 0,50-0,70% Mn é típico para a maioria dos graus perlíticos fundidos, diminuindo a temperatura de austenitização. O manganês aumenta a solubilidade e diminui a difusividade do carbono na austenita, além de ser atuante no aumento da temperabilidade e atuando como estabilizador e refinador da perlita. (CARMO, 2001)

O manganês é recomendado até 0,30% em aplicações destinadas a obtenção do ferro fundido nodular austemperado. O manganês no ferro fundido nodular funciona como elemento de liga, pois não há enxofre para a neutralização do mesmo. Seu efeito é direto na reação de austêmpera, principalmente no primeiro estágio, estabilizando a austenita e atrasando a nucleação e crescimento da ferrita na austenita. O manganês aumenta a solubilidade do carbono na austenita, portanto diminui a temperatura de austenitização. (LOPES, 2014)

O manganês faz parte do grupo de elementos formadores de carbonetos, segregando se forma severa nos contornos das células eutéticas, influenciando de forma negativa em propriedades quando austemperado. Segundo Carmo (2001) ferros fundidos nodulares contendo 0,4% de Mn chega a apresentar nas regiões intercelulares valores entre 2 a 4%. Considerando a espessura de parede da peça fundida, sendo estas finas, o mesmo contribui para menor segregação admitindo percentuais maiores de manganês na liga fundida.

O manganês estabiliza a austenita e atrasa a nucleação da ferrita acicular e diminui sua velocidade de crescimento na austenita, portanto regiões ricas em Mn a austêmpera ocorre de forma atrasada e numa velocidade menor, podendo por meio desse comportamento resultar em uma rede de austenita que não reagiu, não se estabilizando. A Figura 28 (a) apresenta o comportamento do Mn retardando o primeiro estágio da reação em teores acima de 0,25% e na Figura 28 (b) a austenita instável traz dificuldades de usinagem e diminuição das propriedades mecânicas quanto ao seu limite de resistência a tração. (ELLIOTT, 1988)





Fonte: (a) ELLIOTT, 1988 & (b) DEFOIRDT, 1991 apud CARMO, 2001.

Para Franco (2010), os elementos que mais influenciam a temperatura de austenitização são Si, Mo e o Mn, sendo que o Si e o Mo aumentam enquanto o Mn diminui a temperatura de austenitização. Sabe-se que 0,3% Mn pode diminuir a temperatura de austenitização de aproximadamente 930°C para 870°C, que corresponde a uma redução de 0,13% na concentração de carbono em equilíbrio na matriz.

### 2.6.4 Cromo

O cromo possui efeito similar ao do manganês e ao do molibdênio, sendo excelente formador de carbonetos no contorno das células. Também é considerado um elemento perlitizante, dificultando a formação da ferrita mesmo em resfriamentos mais lentos. Os carbonetos formados são de difícil solubilização no tratamento térmico, requerendo tempos maiores. Concentrações de cromo até 0,1% não prejudicam as propriedades mecânicas, mas em maiores teores aumenta a dureza, diminui a tenacidade e a resistência a tração. (LOPES, 2014)

Figura 29 Concentração dos elementos nos contornos das células eutéticas



Fonte: YESCAS, 2001.

Com a presença de elementos que tendem a se segregar em zonas periféricas às células eutéticas as propriedades mecânicas ficam comprometidas. O alongamento é a principal característica afetada a partir da presença das zonas segregadas entre os nódulos de grafita. A Figura 29 mostra esquematicamente a concentração de alguns elementos químicos entre dois nódulos de grafita. Nos últimos momentos do processo de solidificação, elementos como o manganês, cromo, molibdênio e magnésio são segregados para os contornos das células eutéticas. OKASAKI et al. (1991)

### 2.6.5 Magnésio

Embora o magnésio seja o elemento nodularizante mais difundido em aplicações industriais, outros elementos também podem promover a formação de nódulos de grafita em ligas de Fe-C-Si, entre os quais cério, cálcio, lítio, bismuto, sódio, potássio, selênio, bário, estrôncio, zinco, escândio, neodímio, lantânio, alumínio, silício, ítrio e telúrio.

Ampla gama de elementos demonstram resultar na formação da grafita esferoidal quando eles são adicionados a uma liga fundida hipereutética com baixo teor de enxofre, sendo a adição de magnésio é o procedimento comercialmente aceitável para a produção de ferro fundido nodular. Os elementos a seguir exibem solubilidade limitada no fundido e são desoxidantes e dessulfurizadores eficazes. Os exemplos incluem elementos do Grupo IA (lítio, sódio, potássio), elementos do Grupo IIA (berílio, magnésio, cálcio, estrôncio, bário) e elementos do Grupo IIIB (ítrio, terras raras). Em todos os casos, apenas pequenas quantidades desses elementos são necessárias para modificar a forma da grafita. (GUNDLACH et al, 1993)

Os elementos comercialmente empregados na fabricação dos ferros fundidos nodulares para promover a formação de nódulos de grafita são: magnésio, cério e cálcio, sendo o primeiro mais usado, quer na forma pura, quer na de ligas nodularizantes. O teor remanescente de magnésio deve ser controlado, sendo indesejado sua presença em teores superiores a 0,10%, pois resulta na formação de grafita degenerada, por outro lado, existe um limite inferior para o teor residual de elementos nodularizantes, abaixo do qual não se obtém grafita exclusivamente na forma de nódulos. Recomendam-se teores residuais de magnésio entre 0,03 a 0,06 % (SANTOS,1989).

De acordo com Gundlach et al (1993), os valores de magnésio presentes nos ferros fundidos nodulares que efetivamente participarão na formação da grafita completamente esferoidal variam tipicamente de 0,02 a 0,08%, dependendo do teor de enxofre. Quando adicionado ao ferro fundido, o magnésio atua desoxidando e dessulfurizando a liga fundida, alterando a forma da grafita. O tratamento de metal líquido segue essa ordem, de modo que, se a liga fundida e o tratamento não forem devidamente controlados, o excesso de oxigênio e ou enxofre pode consumir o magnésio, deixando uma quantidade insuficiente para esferoidizar a grafita. Da mesma forma, o excesso de magnésio pode resultar em uma fundição com a presença de carbonetos.

O magnésio em contato com a liga fundida se apresenta extremamente volátil, promovendo reação altamente exotérmica entrando em ponto de fervor a 1107°C, isso se dá a temperatura abaixo da necessária para o tratamento. O teor de magnésio então diminui com o aumento da temperatura de fusão e com o aumento do tempo entre o tratamento de nodularização da liga metálica e seu vazamento nos moldes. (GUNDLACH et al, 1993) A taxa de perda de magnésio dependerá da capacidade do magnésio de escapar para a atmosfera, esse fenômeno justifica a grande quantidade de fundições que adotam a panela de nodularização e vazamento com tampa, diminuindo sua exposição para a atmosfera. Por exemplo, a taxa de perda do magnésio será maior em panelas de vazamento menores do que em situações onde a concentração de metal líquido é maior, como no caso de grandes panelas de vazamento, devido à maior proporção de área de superfície para volume, devendo ser mantido a condição de garantir o efeito nodularizante do início ao fim do processo de vazamento do metal nos moldes.

O magnésio é um modificador eficaz da forma da grafita durante a solidificação do fundido tratado, sendo apenas 0,018% de Mg resulta em estruturas de grafita totalmente esferoidais, quando a liga fundida apresenta baixos teores de oxigênio e enxofre. À medida que a quantidade de magnésio adicionada ao ferro base é aumentada, a estrutura da grafita muda de um floco convencional, para uma forma vermicular ou compactada e, finalmente, para grafita esferoidal. Da mesma forma, à medida que o teor de magnésio da liga fundida é reduzido, devido à vaporização deste elemento muito volátil ou reação com oxigênio e / ou enxofre, a grafita reverterá para forma lamelar novamente. (GUNDLACH et al, 1993)

Caso a quantidade de magnésio for aumentada, o eutético é sub-resfriado e o fundido eventualmente se solidifica com a formação de carbonetos. Se a contagem de nódulos do ferro for baixa, porções do fundido se solidificarão com carbonetos intercelulares. Mas se uma alta contagem de nódulos for mantida, a solidificação será concluída antes que a temperatura de formação de carboneto seja atingida. Os efeitos do magnésio também estão sujeitos à presença de outros elementos com os quais pode formar compostos, ou que afetam sua capacidade de esferoidizar a grafita.

### 2.6.6 Níquel

O níquel segrega na interface matriz/grafita, mas não diminui a difusão do carbono na austenita. No tratamento térmico, não altera o tempo ou a temperatura de austenitização, nem a nucleação da ferrita, apenas retarda um pouco a reação do segundo estágio, reação bainítica. Nas propriedades mecânicas o níquel decresce levemente a resistência à tração e a tensão de escoamento. (LOPES, 2014) A alta temperabilidade não é desejável para evitar longos tempos de transformação isotérmica da austenita. Por esse motivo, o conteúdo de níquel costuma ser inferior a 2,5%. Em suma, o ferro fundido de grafita esferoidal empregado na austêmpera deve ser de liga média e carbono equivalente ligeiramente hipereutetoide. É recomendado entre 3,6 e 3,8% de carbono. O teor de silício deve estar entre 2,5 e 3%, pois maiores teores favorecem a ferritização da matriz austenítica. Por outro lado, agulhas de ferrita com mais de 3% de silício em solução sólida favorecem a fratura frágil. (ELORZ et al 2018)

A continuidade da matriz constituída de austenita é melhorada com o aumento do teor de Ni e das temperaturas de austenitização e austêmpera, que resultam no aumento da fração de austenita no ferro fundido nodular austemperado. Além disso, a homogeneidade microestrutural é substancialmente melhorada com a adição de teores de níquel. A melhoria da homogeneidade microestrutural e continuidade da austenita no ADI pode aumentar as propriedades mecânicas. A Figura 30 demonstra os resultados experimentais de resistência ao impacto versus teor de Ni, atribuídos a Guo et al (1998). Isso pode ser atribuído à interação entre os elementos da liga de Ni (segregação negativa) e Mn (segregação positiva).





Fonte: GUO et al, 1998.

O níquel também é usado com eficácia em concentrações de 0,5 a 2,5% para evitar a perlita na austêmpera, aumentando a temperabilidade na transformação de resfriamento. O níquel é usado em ferros dúcteis para aplicações de baixa temperatura, onde baixas temperaturas de transição dúctil para frágil são necessárias. Os ferros fundidos com matriz ferrítica, com teores de silício reduzidos (1,5%) são ligados com 1-2% de níquel. O níquel é adicionado especificamente para aumentar a resistência desses ferros, que podem ter temperaturas de transição bem abaixo de zero. (GUNDLACH et al, 1993)

Embora seja grafitizante, o níquel tende a formar carbonetos (Ni<sub>3</sub>C), sendo o terceiro elemento mais potente para elevar a temperabilidade da amostra, porém não chega a comprometer limite de resistência e escoamento. O níquel apresenta a vantagem de retardar a formação de carbonetos bainíticos, que surge no segundo estágio da reação, sem afetar a formação da ferrita acicular, permitindo dessa forma que a janela de processo aumente. Em materiais com teores acima de 2% Ni, nas regiões onde ocorrem segregação deste elemento, pode-se formar martensita durante o resfriamento, caso ocorra, a ductilidade é o principal comportamento afetado (CARMO, 2001). A Figura 31 apresenta o comportamento das propriedades mecânicas do ferro fundido nodular austemperado em patamares de austêmpera compreendidos entre 300°C, 350°C e 400°C.





Fonte: ELLIOTT, 1988.

O níquel é solúvel nos ferros fundidos em todos os níveis, comumente adicionado como pelotas de níquel metálico (> 90 % Ni) ou como ligas de níquel-magnésio ou níquel-magnésio-silício. Atua também como elemento grafitizante, reduz a solubilidade do carbono no ferro líquido e no ferro sólido e diminui o teor de carbono eutético em 0,06 % para cada 1 % de níquel. Aumenta a temperatura eutética da austenita-grafita estável e reduz a temperatura eutética da austenita-carboneto de ferro metaestável e, portanto, reduz a propensão para carbonetos. (GUNDLACH et al, 1993)

Os valores de resistência a tração apresentam diminuição com o incremento do níquel para austêmpera realizada a 300 °C e 350 °C e manteve-se estável para austêmpera a 400 °C. A dureza apresentou relativa manutenção de seu comportamento em função do teor de níquel acrescido, porém valores próximos de 140 HB são encontrados se comparado as temperaturas de austêmpera, sendo as maiores durezas atribuídas a temperatura de 300 °C e menor a 400 °C.

Em relação ao alongamento, o teor de níquel aumentou para as amostras com temperatura de austêmpera de 300 °C e 350 °C, porém o valor de alongamento diminuiu para o tratamento realizado a 400 °C.

### 2.6.7 Molibdênio

O molibdênio é o elemento de liga mais eficaz para aumentar a temperabilidade do ferro fundido nodular austemperado, mas, em contrapartida, tem efeito similar ao do manganês na formação de carbonetos, finos e estáveis junto aos contornos de célula, que prejudicam sensivelmente as propriedades mecânicas, principalmente a ductilidade do material. (LOPES, 2014)

Segundo Gundlach et al (1993), o molibdênio é adicionado ao ferro fundido nodular para duas finalidades:

 para temperabilidade - para obter microestruturas livres de perlita, seja como fundido ou após tratamento térmico (usado em níveis de até 1%);

 para resistência a temperatura elevada - para aumentar a resistência à tração em temperatura elevada, resistência à ruptura e fluência e resistência à fadiga térmica (usado em níveis de até 2%).

Em níveis de 0,5% ou mais, alguns carbonetos de contorno de grão podem ser esperados. Este efeito estabilizador de carboneto será acentuado pela segregação em fundições de seção espessa de solidificação lenta e pela presença de outros elementos

estabilizadores de carboneto, como Cr, Mn e V. O molibdênio é um poderoso agente de endurecimento e muito eficaz em retardar a transformação em perlita e na presença de Ni ou Cu, o molibdênio é ainda mais eficaz. Esse efeito pode ser compreendido pela Figura 32, onde o maior incremento no Ni e Mo podem resultar na formação de martensita.





Fonte: GUNDLACH et al, 1993.

O molibdênio é um formador de pequenos carbonetos nos contornos das células eutéticas, que pode significar numa perda significativa quanto a ductilidade, resistência ao impacto e usinabilidade. A presença do molibdênio no material aumenta a temperatura de austenitização e retarda a reação de austêmpera. Ainda em relação a austêmpera, o molibdênio pode causar não uniformidade na reação, especialmente quando a temperatura de austenitização e o teor de carbono na matriz são alto. Em altos teores o molibdênio proporciona ao material a presença de grande quantidade de austenita metaestável, transformando-se posteriormente em martensita durante o resfriamento. (CARMO, 2001)

O molibdênio é geralmente adicionado como a liga de ferro molibdênio (62% Mo), uma liga quase eutética de ponto de fusão relativamente baixo. Os briquetes de óxido de molibdênio mais baratos, que são auto-redutores, também podem ser usados em algumas fundições. (GUNDLACH et al, 1993)

### 2.6.8 Cobre

O cobre tem ação grafitizante moderada na reação eutética e perlitizante na reação eutetoide, e por esse motivo pode ser usado como substituto parcial do silício para minimizar a tendência à formação de carbonetos eutéticos sem promover a ferrita livre. No tratamento térmico, sua ação sobre a "temperabilidade" é bem inferior à do manganês e a do molibdênio, mas possui as vantagens de não ser formador de carbonetos e, principalmente, ter custo inferior ao do manganês e molibdênio. No tratamento de austêmpera o cobre não retarda as transformações do estado sólido para a formação do ferro fundido nodular austemperado. Limita-se o teor de cobre em 0,8 % pois teores superiores tendem a diminuir as propriedades mecânicas, uma vez que ultrapassado seu limite de solubilidade precipita-se na forma de partículas metálicas de cobre puro. O níquel possui maior solubilidade que o cobre, porém ambos possuem o mesmo efeito grafitizante. (LOPES, 2014)

O cobre é um grafitizador e um promotor da perlita, por esse motivo comumente é usado para desenvolver microestruturas perlíticas. Por causa de suas fortes tendências de formação de perlita, é normalmente restrito a níveis máximos de 0,03 % em graus ferríticos. Como uma adição de liga individual, o cobre confere relativa temperabilidade ao ferro fundido nodular, mas em combinação com o cobre molibdênio é significativamente mais eficaz. As combinações de molibdênio e cobre são comumente usadas na produção de peças fundidas de ferro fundido com microestrutura acicular. Eles também são usados para aumentar a temperabilidade de ferros para tratamento térmico, onde estruturas austeníticas ou martensíticas são desejadas.

Os percentuais crescentes de cobre, conforme apresentados na Figura 33, demonstram uma considerável redução de limite de resistência a tração para as amostras austemperadas a 300 e 350 °C, sendo praticamente estável, embora em menor valor o comportamento quando austemperado a 400 °C. O comportamento em relação a dureza praticamente se manteve estável para os diferentes percentuais de cobre, sendo a temperatura de austêmpera que influencio nos valores de dureza apresentado, ou seja, quanto maior as temperaturas de austêmpera, menores são os valores de dureza encontradas. Inversamente ao comportamento apresentado em relação a resistência a tração, temperaturas maiores para austêmpera se mostraram mais favoráveis ao alongamento, embora o cobre tenha influenciado de forma positiva a partir de seu incremento nas amostras tratadas a 300 °C e 350 °C.



#### Figura 33 Efeito do cobre nas propriedades mecânicas do ferro nodular austemperado

#### Fonte: ELLIOTT, 1988.

O cobre, como o níquel, é um estabilizador de austenita e é usado para substituir parcialmente o níquel em ferros dúcteis austeníticos. Tem solubilidade limitada em ferros fundidos e pode ser dissolvido em níveis de cerca de 2,5%, podendo apresentarse a partir de precipitados nas bordas dos grãos. Sua solubilidade é aumentada pela presença de níquel; a solubilidade do cobre aumenta aproximadamente 0,4% Cu para cada 1% Ni. O cobre diminui o teor de ferrita em favor da perlita e é cerca de duas vezes mais potente como estabilizador de perlita do que o manganês. O cobre retarda o recozimento da perlita, particularmente com baixo teor de silício. (MORGENSTEREN, 1993)

O cobre de alta pureza deve ser empregado para melhor aproveitar as contribuições benéficas deste elemento. A injeção secundária deve ser de alta pureza e livre dos contaminantes típicos de cobre: chumbo, arsênio, telúrio, estanho e hidrogênio. Mesmo o cobre eletrolítico de pureza muito elevada pode conter hidrogênio. (LOPER, 1993)

#### 2.6.9 Influência de elementos deletérios

A grafita esferoidal se forma a partir do tratamento de nodularização em panela de vazamento com a presença do magnésio, porém existem elementos que interferem prejudicialmente para a obtenção de nódulos aceitáveis. O tratamento de nodularização com percentuais excessivos, superiores a cerca de 0,1% resulta na causa de filmes ou flocos intercelulares e de grafita pontiaguda em fundições de ferro de seção mais pesada. O cério é usado para aumentar o número de nódulos de grafita, mas quando presente em quantidades excessivas, principalmente em seções espessas, causa a formação de grafita grosseira. Quando o teor de carbono e / ou silício é excessivo, a flotação de grafita com formação de grafita explodida é propensa. (MORGENSTEREN, 1993)

A forma irregular da grafita pode ser ocasionada pelo baixo nível de nucleação, que pode ser resultado de prática inadequada de inoculação, de um prolongado tempo de manutenção do banho em alta temperatura ou de um teor de magnésio ligeiramente baixo que além de formar grafita irregular proporciona também o aparecimento de grafitas vermiculares, conforme exemplos ilustrados pela Figura 34. Tal fato não ocorre em seções mais finas, pois a solidificação mais rápida resulta em um elevado número de nódulos e inibe o crescimento de grafita vermicular.



Figura 34 (a) Nódulos de grafita envolvidos por ferrita em matriz perlítica; (b) Nódulo em superfície de fratura; (c) Nódulo com grafita degenerada e cementita na parte superior esquerda

Fonte: INPG, Grenoble (a e c); Ecole Centrale, Paris (b) Apud CHARRE, 2004 (Adaptado).

Elementos quando presentes em pequenas quantidades suficientes para interferir na formação da grafita esferoidal, são referidos usando termos como deletérios, subversivos, residuais, traços, etc. Esses elementos, em sua maioria, são altamente tensoativos e tendem a se concentrar na interface grafita-fundido e grafita-sólido, onde têm um efeito significativo na morfologia da grafita. No entanto, alguns desses elementos, embora desejáveis devem apresentar-se em concentrações que não promovam alterações na grafita esferoidal. (GUNDLACH et al, 1993)

Elementos nodularizantes como o berílio (Be), cálcio (Ca), estrôncio (Sr), bário (Ba), ítrio (Y), lantânio (La) e cério (Ce) podem apresentar efeito inverso comprometendo a qualidade do nódulo gerado. A quantidade de Mg residual mais a quantidade desses elementos não devem ultrapassar 0,06 %, pois atuam de forma deletéria a sanidade do ferro fundido nodular austemperado.

Esses elementos podem ser classificados em três grupos, conforme mostrado na Tabela 02. Os elementos da primeira coluna promovem a grafita em pedaços como resultado de sua segregação em direção ao centro térmico da seção de fundição. Elementos relacionados na segunda coluna segregam de maneira intercelular e atingem concentrações suficientes para formar flocos de grafita. Os elementos da terceira coluna parecem ter uma influência direta no crescimento da grafita, interferindo no magnésio. (MORGENSTEREN, 1993)

Grafita em pedaço	Intercelular	Deletérios	
"chunky"	"Flake"		
Cério	Bismuto	Zircônio	
Cálcio	Cobre	Zinco	
Silício	Alumínio	Selênio	
Níquel	Chumbo	Titânio	
	Antimônio	Nitrogênio	
	Estanho	Enxofre	
	Arsênio	Oxigênio	
	Cádmio		

#### Fonte: MORGENSTEREN, 1993.

Os efeitos indesejáveis dos elementos promotores de grafia em flocos na segunda coluna podem ser neutralizados pela adição de um elemento da primeira coluna que promove grafita espessa, por exemplo, Ce. A formação da grafita em pedaços pode ser eliminada pela adição de elementos que, de outra forma, promoveriam grafita em flocos

intercelulares. Esses efeitos são particularmente significativos em fundições de paredes espessas, onde os longos tempos de solidificação permitem que essa segregação se desenvolva. (MORGENSTEREN, 1993)

O efeito dos elementos na terceira coluna é reagir quimicamente com o magnésio para reduzir a quantidade "eficaz" necessária para garantir o crescimento da grafita esferoidal ou interferir diretamente com o magnésio no crescimento da grafita esferoidal, produzindo assim uma forma degenerada de grafita. A influência desses elementos é contrabalançada por mantê-los em concentrações excepcionalmente baixas no ferro base, ou pelo aumento da quantidade de nodularizante (magnésio) para superar seu efeito. (MORGENSTEREN, 1993)

# **3 FERRO FUNDIDO NODULAR AUSTEMPERADO**

Os ferros fundidos nodulares austemperados pertencem ao grupo dos materiais submetidos a altas solicitações mecânicas. Não existe uma composição química definida, como sendo específica para essa aplicação, porém a sanidade dos ferros fundidos nodulares, devem ser consideradas com o mesmo rigor, seja pela presença de microrechupes ou morfologia da grafita.

Para Gonzaga (2013), a presença de determinados elementos de liga como o Cu, Ni e Mo são empregados para melhorar as condições de austemperabilidade, embora contribuam para aumentar propriedades mecânicas e dureza. Na Figura 35 são apresentadas as diferenças de comportamento quanto as propriedades mecânicas dos ferros fundidos nodulares austemperados e as demais classes.



Figura 35 Comparação de propriedades mecânicas de nodulares austemperados com outras classes de ferros fundidos nodulares

Fonte: GUESSER, 2009.

A dureza do constituinte da matriz, bem como as propriedades mecânicas vantajosas, justificam o uso crescente dessa classe de ferros fundidos. Os ferros fundidos nodulares austemperados são comumente usados em guias e engrenagens, como uma alternativa aos aços cementados, mas também são usados na fabricação de virabrequins em vez de usar aços temperados e revenidos (ELORZ, GONZÁLEZ & VERDEJA, 2018)

A Tabela 03 apresenta as propriedades mínimas especificadas para o ensaio de tração e impacto para os ferros fundidos nodulares austemperados conforme a norma ASTM A897.

Grau, ASTM	Limite de	Limite de	Alongamento	Tenacidade	Dureza (HB)
A897	Resistência à	Esc. (MPa)	(%)	(impacto, J)	valores típicos
	Tração (MPa)				
1	850	550	10	100	269 - 321
2	1050	700	7	80	302 - 363
3	1200	850	4	60	341 - 444
4	1400	1100	1	35	366 - 477
5	1600	1300	_	_	444 - 555

Tabela 3 Propriedades do Ferro fundido Nodular Austemperado

Fonte: ASTM A 897 (Adaptado).

Os ferros fundidos nodulares austemperados constituem austenita + ferrita com alto teor de carbono (frequentemente chamada de microestrutura de ausferrita) como matriz. Essa microestrutura de dupla fase confere uma alta resistência com tenacidade favorável. O ferro fundido nodular austemperado possui estrutura de ausferrita por adição de elementos de liga como Ni, Mo e Cu juntamente com tratamento térmico. Um tratamento térmico de dois estágios é empregado para obter o ADI, onde primeiramente ao material é aquecido até alcançar a zona de austenitização e posteriormente por meio do tratamento isotérmico de austêmpera adquire suas propriedades finais. (KIM et al 2008).

A microestrutura resultante é uma mistura muito fina de ferrita e de austenita estabilizada, conforme a Figura 36, constituído de ferrita acicular, numa matriz de austenita de alto carbono. A ausferrita distingue-se da bainita por não apresentar carbonetos, o que confere propriedades mecânicas muito especiais a esta família dos ferros fundidos nodulares.

Figura 36 Microestrutura de ferro fundido nodular austemperado: (a) nódulos de grafita (1) matriz metálica de austenita e ferrita (2). (b) matriz metálica - ferrita (3) e austenita (4)



Fonte: BERNS e THEISEN, 2008.

Em temperaturas de transformação acima de 350°C, ripas de ferrita, que são inicialmente com baixo teor de carbono, começam a crescer nos grãos de austenita a partir dos limites dos grãos de austenita. O silício suprime a precipitação do carboneto de modo que a austenita é progressivamente estabilizada durante o envelhecimento pelo aumento do teor de carbono. Neste ponto, a microestrutura consiste em nódulos de grafita, ferrita e 20% a 40% de austenita retida, portanto, é conhecido como ausferrita.

As amostras austemperadas a temperaturas mais altas mostram uma microestrutura ausferrítica mais grossa juntamente com uma quantidade considerável de ferrita pró eutetoide na matriz. Como mencionado anteriormente, o crescimento de grãos ferríticos ocorre por um processo de nucleação e crescimento. Com o aquecimento acima da temperatura crítica mais baixa, a perlita diminui à medida que a ferrita pró eutetoide nucleada e proporciona o crescimento de grãos. Como o crescimento de grãos é uma função da temperatura, uma temperatura de austêmpera menor produz mais grãos de ferrita e, ao mesmo tempo, menor fração de volume de austenita na microestrutura (PANNEERSELVAM, 2017)

A resistência do ferro fundido nodular austemperado ao desgaste por minerais pode ser aumentada pela precipitação intencional de carbonetos, elementos formadores de carbonetos como o cromo e molibdênio são adicionados ao ferro fundido nodular de forma que aproximadamente metade do carbono é ligado como carbonetos eutéticos. Parte desses carbonetos formados tendem a se decompor na etapa seguinte, durante o tratamento térmico de austêmpera, a resistência ao desgaste dos materiais está entre a do ferro fundido branco e o austemperado. A Figura 37 apresenta um exemplo típico da formação de carbonetos de ferro (cementita), bem como a matriz de ausferrita e nódulos de grafita.

Figura 37 Micrografia do ferro fundido nodular austemperado com carbonetos, (1) ausferrita, (2) grafita, (3) Fe3C - cementita



Fonte: BERNS e THEISEN, 2008.

A velocidade de resfriamento é um dos pontos críticos do processo posterior ao da austenitização, pois ao dar início ao processo de transformação da austenita durante a austêmpera deve-se evitar a formação de perlita na microestrutura. A microestrutura resultante do tratamento térmico de austêmpera a temperatura da ordem de 370°C é de ausferrita grosseira, com composição aproximada 60% de ferrita e 40% de austenita. Nestas condições resultados da ordem de 1000 MPa para limite de resistência a tração com alongamento de 10 a 15% são esperados. Por outro lado, em condições onde a temperatura de austêmpera são menores, em 260°C, a estrutura se apresenta de forma refinada, contendo limite de resistência a tração da ordem de 1600 MPa e alongamento próximo de 1%. (KEOUGH apud CARMO 2011).

Keough (1991), considera também que em temperaturas abaixo de 260°C apresenta microestrutura com consideráveis quantidades de austenita não transformada e martensita, independente do tempo de austêmpera. Em situações onde esse fenômeno acontece as propriedades de resistência a tração e ductilidade são seriamente afetadas, por outro lado ocorre um aumento significativo de dureza do material. Além da martensita podendo ser oriunda do tratamento de austêmpera, outras estruturas podem estar presentes nas amostras tratadas, como a presença de carbonetos, ferrita pró-eutetoide, perlita, austenita de baixo carbono e bainita.

Tais formações podem resultar em comportamentos indesejados quando da peça em uso. O ferro fundido nodular austemperado apresenta em distintas aplicações condições de severidade quanto aos esforços mecânicos de tração, compressão, torção e ao impacto. Tais aplicações na qual os ferros fundidos nodulares austemperados estão sujeitos podem resultar na fratura do material, o que certamente comprometeria a longo prazo sua viabilidade de uso.

Segundo Callister (2007), para a maioria dos materiais cristalinos frágeis, a propagação de trincas corresponde à quebra sucessiva e repetida de ligações atômicas ao longo de planos cristalográficos específicos; tal processo é denominado clivagem. Esse tipo de fratura é denominado transgranular (ou transcristalina), pois as fissuras da fratura passam pelos grãos. Macroscopicamente, a superfície de fratura pode ter uma textura granulada ou facetada, como resultado de mudanças na orientação dos planos de clivagem de grão a grão. Esta característica é mais evidente na micrografia eletrônica de varredura mostrada na Figura 38 (a). Em algumas ligas, a propagação de trincas ocorre ao longo dos limites de grão; esta fratura é denominada intergranular. A Figura 38 (b) é uma micrografia eletrônica de varredura mostrando uma fratura intergranular típica, na qual a natureza tridimensional dos grãos pode ser vista. Esse tipo de fratura normalmente ocorre após a ocorrência de processos que enfraquecem ou fragilizam as regiões de contorno dos grãos.

Figura 38 Aspectos de fraturas. (a) transgranular, (b) intergranular



Fonte: CALLISTER, 2007.

Segundo Fernandino e Boeri (2015), as características típicas encontradas na superfície da fratura de ADI quando o modo de falha dominante é frágil são mostradas na Figura 39. De acordo com o artigo publicado, as facetas de quase clivagem

observadas para ADI são menores que as encontradas nos ferros fundidos nodulares ferríticos e perlíticos. Essas diferenças justificam a maior tenacidade do ADI em comparação com os ferros fundidos nodulares de outras microestruturas. A maior tenacidade pode ser explicada pelo próprio processo de fratura quase-clivagem, onde a fratura se inicia ao longo das faces da clivagem e segue-se pela deformação plástica das regiões ainda unidas.

Já no mecanismo de clivagem, o processo de fratura é caracterizado pela separação dos planos de clivagem por suas bordas. No ferro fundido nodular perlítico, a fratura se propaga ao longo do plano de clivagem da ferrita através das colônias de perlita. A fratura apresentada na Figura 82, assemelha-se ao aspecto apresentado na Figura 39.



Figura 39 Aspecto de fratura frágil em ferro fundido nodular austemperado

Fonte: FERNANDINO e BOERI, 2015.

De acordo com Boneti et al (2017), a variação de temperatura da austêmpera resulta em variações de comportamento mecânico a partir de alterações microestruturais. O aumento de temperatura de austêmpera de 300°C para 370°C, resultou em uma diminuição no limite de escoamento, resistência à tração e dureza. Isso se deve pelo fato de se ter uma estrutura menos refinada tanto da austenita quanto da ferrita.

Nas fractografias apresentadas em seu estudo, Boneti et al (2017) considera que não houve aumento significativo na ductilidade com o aumento das frações volumétricas de austenita retida quando comparado com amostras austemperadas a 300°C (22,9% e 28,1%). Este resultado pode ser atribuído ao efeito de heterogeneidades como fundido na microestrutura do ferro fundido nodular
austemperado, como carbonetos eutéticos e formação de martensita durante o resfriamento após austêmpera. As superfícies de fratura dos corpos de prova de tração foram analisadas por MEV. A Figura 40 mostra superfícies de fratura típicas de ferro fundido nodular austemperado.

Figura 40 Superfície de fratura de ADI austenitizado a 900°C e austemperado a 300°C. (a) regiões dúcteis de fratura e (b) regiões de quase clivagem e fratura intergranular



Fonte: BONETI et al, 2017.

# 3.1 TRATAMENTO TÉRMICO DE AUSTÊMPERA

Serão descritas a seguir as etapas que envolvem os tratamentos térmicos de austenitização e austêmpera aplicados aos ferros fundidos nodulares. Para tornar mais compreensivo toda a sequência será apresentada a partir de segmentos que determinam o aquecimento inicial do material à retirada do forno após a austêmpera.

O tratamento térmico de austêmpera envolve a austenitização, seguida de resfriamento rápido até a temperatura de austêmpera, e a manutenção nesta temperatura por um certo tempo de acordo com a Figura 41. Primeiro a peça é aquecida (A-B), usualmente entre 825°C - 950°C, permanecendo nesta temperatura (B-C) pelo período de 1 a 3 horas. Durante este tempo a matriz metálica torna-se totalmente austenítica e saturada de carbono. Durante este tempo a matriz metálica torna-se totalmente austenítica e saturada de carbono. Em seguida, a peça é resfriada rapidamente até a temperatura de austêmpera desejada (C-D) e permanece a esta temperatura, intervalo que varia entre 230°C a 400°C, por 0,5 a 4 horas (D-E). Por fim,

a peça é resfriada até a temperatura ambiente (E-F), antes que se inicie a reação bainítica, resultando na microestrutura composta de ferrita acicular e austenita estabilizada devido ao teor de carbono. (FRANCO, 2010).

Segundo Guo et al (1998), na maioria dos casos, não há influência significativa para a variação do tempo de transformação isotérmica, composição química especificamente eu relação ao teor de Ni, temperaturas de austenitização e austêmpera sobre a morfologia do ferro fundido nodular austemperado. Porém, a fração de bainita diminui com o aumento do teor de Ni e das temperaturas de austenitização e austêmpera.



Figura 41 Ciclo térmico para obtenção do ferro fundido nodular austemperado

Fonte: HAYRYNEN Apud GUESSER, 2009

O resfriamento deve ser rápido o suficiente para suprimir a formação de perlita, que é promovida pelos elementos de liga típicos Ni, Cu e Mo. A adição de molibdênio por si só é desfavorável porque a segregação pode levar a carbonetos pouco solúveis nos contornos dos grãos. Meios de têmpera líquidos (banho de sal) provaram ser adequados porque fornecem uma transferência de calor homogênea e a temperatura necessária durante o tratamento isotérmico pode ser mantida constante dentro de limites estreitos. (BERNS e THEISEN, 2008)

Após o ciclo de austenitização, a peça é resfriada até a temperatura de austêmpera, permanecendo nesta temperatura para permitir a supersaturação da austenita com carbono. A temperatura de austêmpera varia entre 230 e 400°C e o tempo de

manutenção varia de 30 a 240 minutos. Recomenda-se que a temperatura nesta etapa tenha uma variação máxima de ± 8°C, pois pequenas variações influenciam as propriedades mecânicas do ferro fundido nodular austemperado. (SILVA, 2005)

Caso o ferro fundido nodular seja submetido aos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento, terá como resultado a tendência ao aumento significativo de dureza e resistência ao desgaste possivelmente associados. Os tratamentos térmicos de têmpera e revenimento envolvem austenitização e resfriamento rápido, geralmente em óleo ou em polímero solúvel em água. A temperabilidade do material, necessária para obter-se a têmpera plena em toda a seção, pode ser aumentada com o uso de elementos de liga, destacando-se no ferro fundido nodular o manganês, níquel e principalmente o molibdênio. (BOYES & CARTER apud GUESSER 2009) Diferentemente do processo de austêmpera o ciclo térmico de têmpera e de revenimento acontecem em dois momentos separados. No caso do tratamento térmico de têmpera, o mesmo se encerra com o resfriamento, a partir da temperatura de austenitização, até a temperatura ambiente.

Em função das temperaturas de transformações da martensita serem baixas, tendo como referência para martensita superior (Ms) 250°C a 180°C e martensita final (Mf) muito próximas ou abaixo da temperatura ambiente é possível que ocorra a presença de austenita retida, tendo maior evidência em suas aparições nos contornos de células eutéticas, por apresentarem maior tendência a concentração de elementos de liga, neste caso em particular o manganês, conforme Guesser (2009).

Outro fator a ser considerado nesse processo é a rápida de troca de calor que resulta na transformação de estrutura martensítica, que implica na presença ou forte tendência a fragilização do material pela formação de trincas.

As propriedades mecânicas dos ferros fundidos nodulares austemperados dependem da microestrutura formada pelo tratamento da austêmpera, mas também da fração volumétrica e da estabilidade da microestrutura de austenita retida em ferros fundidos nodulares austemperados, que é devido a uma transformação de austenita retida em microestrutura martensítica através de deformação plástica, ou um tratamento abaixo de zero que permite a transformação de austenita para martensita baixando a temperatura abaixo do ponto Ms, que é a temperatura que transforma a austenita retida em microestrutura martensítica (KANG et al 2009).

### 3.1.1 Reações no processo de austêmpera

No primeiro estágio da reação ( $\gamma \rightarrow \alpha + \gamma$  <sub>alto</sub> c), o crescimento da ferrita acicular faz com que a austenita remanescente se torne rica em carbono, pelo fenômeno de partição do carbono pela ferrita, devido à diferença de solubilidade das duas fases. O silício presente na composição química dos ferros fundidos nodulares retarda a formação de carbonetos e retém a austenita estável de alto-carbono. Sendo assim, no primeiro estágio da reação de austêmpera, tem-se a formação de uma microestrutura composta por ferrita acicular e austenita rica em carbono. (TRUDEL e GAGNÉ, 1997).

Segundo Carmo (2001), a transformação da austenita em ferrita acicular e austenita estável de alto carbono se dá pelo processo de nucleação e crescimento. Primeiramente ocorre a nucleação de ferrita próximo aos nódulos de grafita, ou em contornos de grãos de austenita. O crescimento da ferrita acicular acontece no interior da austenita por meio da formação de placas de ferrita e austenita saturada de carbono. A Figura 42 Ilustra de forma esquemática a o crescimento das placas de ferrita acicular ( $\alpha$ ) nos contornos de grãos austeníticos e a presença de formação de austenita de alto carbono ao redor das placas de ferrita acicular.





#### Fonte: Janowak e Gundlack apud Carmo 2001.

Numa condição prática de aplicação dos conceitos apresentados, a reação de austêmpera nos ferros fundidos nodulares se dá pelas partes que solidificam primeiro e terminam nas regiões que se solidificam por último. Este comportamento está correlacionado com as questões que envolvem os módulos térmicos de solidificação,

onde as maiores massas tendem a solidificar-se ao final do processo, inversamente às regiões de menores espessuras que solidificam primeiro.

As micrografias apresentadas na Figura 43 mostram a influência da temperatura de austêmpera na microestrutura resultante. O efeito da temperatura de austêmpera na microestrutura de ausferrita em ferro fundido nodular austemperado mostram os tamanhos de grão da austenita retida e da ferrita bainítica acicular tornando-se maiores com o aumento da temperatura. Dessa forma, pode-se considerar que temperaturas menores tendem a resultar em microestruturas mais refinadas e com menores presenças de austenita retida na matriz de ausferrita.

Figura 43 Microestrutra de ausferrita (a) austemperada a 240 °C, (b) austemperada a 300 °C



Fonte: WANG, 2019.

Segundo Carmo (2001) o teor de carbono presente na austenita atua de forma impulsionar sua transformação em ausferrita, onde baixos teores de carbono resultam em alta força impulsionadora para nucleação e crescimento da ferrita acicular. Desta forma é possível considerar que a reação se inicia próximo aos nódulos de grafita, tendo em vista apresentarem menores concentrações de carbono, terminando nas regiões intercelulares e interdendríticas.

No segundo estágio da transformação ( $\gamma_{alto} c \rightarrow \alpha$  + carbonetos), tem-se a precipitação de carbonetos, que ocorre devido à manutenção da temperatura de austêmpera, pois a austenita rica em carbono tem a possibilidade de diminuir a energia livre pela rejeição de carbono, induzindo a precipitação de carbonetos dentro da austenita, até que a mesma seja praticamente consumida (TRUDEL e GAGNÉ, 1997).

A precipitação de carbonetos ocorre em ciclos longos de manutenção da temperatura durante a austêmpera, onde a austenita saturada de carbono, começa a

rejeitá-lo induzindo a precipitação formando carbonetos. Em situações extremas, onde os ciclos térmicos de austêmpera são extremamente longos existe o risco da austenita dar espaço a formação plena de ferrita acicular a carbonetos.

A Figura 44 ilustra o comportamento do ferro fundido nodular quando submetido ao tratamento térmico de austêmpera. Como já comentado, o objeto do tratamento é de obter-se estrutura composta de ferrita acicular e austenita rica em carbono denominada de ausferrita. Essa transformação acontece no denominado 1° estágio do processo, tempos longos de permanência do material a esse tratamento isotérmico tende a formar uma estrutura rica em carbonetos, neste caso denominada bainita. Quando isso ocorre é um indicativo que a janela de processo foi ultrapassada e deu-se início ao segundo estágio do processo.



Figura 44 Estágios do processo de austêmpera em ferros fundidos nodulares

#### Fonte: ELLIOTT apud CARMO, 2001.

O teor de carbono dissolvido na austenita, por sua vez, influencia a cinética da transformação que ocorre durante a temperatura de austêmpera porque ele tem grande influência na força impulsora termodinâmica para o início do primeiro estágio. Consequentemente, a microestrutura e as propriedades finais do nodular austêmperado serão influenciadas. Acima de 982 °C não é recomendada a austenitização, pois as propriedades mecânicas diminuem bastante em função da estrutura grosseira formada, dado o aumento da trajetória livre média dos movimentos das discordâncias (LUSSOLI, 2003)

### 3.1.2 Efeito da temperatura e tempo de austenitização

A temperatura de austenitização é determinada pela composição química da peça. Os elementos que mais influenciam a temperatura de austenitização são o Si, o Mo e o Mn, sendo que o Si e o Mo aumentam enquanto o Mn diminui a temperatura de austenitização, Figura 45. Sabe-se que 0,3% Mn pode diminuir a temperatura de austenitização de aproximadamente 930°C para 870°C, que corresponde a uma redução de 0,13% na concentração de carbono em equilíbrio na matriz. Com isto, o tempo necessário para completar o primeiro estágio da reação é reduzido de aproximadamente 7 para 3 minutos. A solubilidade do carbono na austenita depende da temperatura de austenitização.

Figura 45 Influência da temperatura de austenitização nas propriedades mecânicas do ferro fundido nodular austemperado



Fonte: KOVACS, 1991.

Se a matriz da peça bruta de fundição é constituída por uma grande quantidade de ferrita, o tempo de saturação da matriz com carbono será maior do que um fundido com uma matriz perlítica, a qual já possui aproximadamente 0,7% de carbono. No

entanto, o tipo de matriz do fundido não afeta as propriedades da peça após o tratamento térmico, desde que seja realizado o ciclo adequado. O outro fator determinante no tempo de duração da austenitização, está ligado com a facilidade do carbono em migrar dos nódulos de grafita para a matriz, pois os nódulos servem também como fornecedores ou fontes de carbono. Alguns elementos, tais como Sb, Sn e Cu, segregam na interface metal-grafita e criam uma fina "casca" entre os nódulos e a matriz, que funcionam como barreiras à difusão do carbono. Portanto, na presença de tais elementos a saturação da matriz em carbono levará um tempo maior. O tamanho e o número de nódulos de grafita certamente irá influenciar nesta mobilidade do carbono. (FRANCO, 2010).

De acordo com os resultados obtidos, Kim (2008) pode constatar que os corpos de prova de ferro fundido nodular que continham Cu e Mo foram fundidos e tratados termicamente, considerando temperatura de austenitização a 910°C durante 90 min, depois mantidos a 350, 370, 390 e 410°C durante 90 min para obtenção da estrutura austemperada. Verificou-se que quanto maior a temperatura de austêmpera, maior a ductilidade. A maior ductilidade foi obtida de amostras austemperadas a 410°C. No entanto, a resistência à tração foi maior para o ferro fundido austemperado a 350°C. Com base em investigações de propriedades mecânicas, ADI produzidos em temperaturas isotérmicas mais altas, como 390°C e 410°C, podem ser classificadas como ASTM grau 1. Enquanto aquelas austemperadas a temperaturas mais baixas, como 350°C e 370°C podem ser agrupados como grau ASTM 2.

O tamanho dos grãos austeníticos sofrem variações quanto a suas dimensões se submetidos forem a temperaturas elevadas de austenitização. De acordo com a Figura 46 (b) a temperatura de austenitização a 982°C resultou em tamanho de grãos austeníticos maiores que os apresentados na Figura 46 (a).

Em temperaturas de austenitização entre 900 e 1000 °C a austenita (CFC) é enriquecida com carbono originado não apenas da dissolução de carbonetos, mas também da formação de nódulos primários de grafita. A rápida dissolução do carboneto na microestrutura perlítica inicial, permite tempos de austenitização abaixo de 60 minutos, de modo que o tamanho do grão da matriz permanece pequeno. O resfriamento deve ser rápido o suficiente para suprimir a formação de perlita, que é promovida pelos elementos de liga típicos Ni, Cu e Mo. A adição de molibdênio por si só é desfavorável porque a segregação pode levar a carbonetos pouco solúveis nos contornos de grão.

Figura 46 Influência da temperatura de austenitização na microestrutura do ADI. (a) austenitizado a 871°C por 2 h e (b) austenitizado a 982 °C por 2h. Ambos austemperados a 302°C por 2h.



Fonte: PUTATINDA e GADICHERLA apud LOPES, 2014.

Em temperaturas de transformação acima de 350 °C, as ripas de ferrita, que são inicialmente baixas em carbono, começam a crescer nos grãos de austenita a partir de seus limites. O silício suprime a precipitação de carbonetos para que a austenita seja progressivamente estabilizada durante o envelhecimento pelo aumento do teor de carbono. Neste ponto, a microestrutura apresenta nódulos de grafita, ferrita e 20% a 40% de austenita retida.

À medida que o tempo de envelhecimento avança, o silício deixa de suprimir a formação de carbonetos e eles começam a precipitar, o que aumenta a dureza e diminui a ductilidade. Abaixo de 350°C, parte da austenita retida se transforma em martensita após um curto tempo de espera durante o resfriamento e, embora isso aumente a dureza, também tem um forte efeito fragilizante. Os melhores valores de tenacidade são obtidos mantendo a 400°C por 15 a 60 minutos como consequência da alta proporção de austenita retida. (GUNDLACH et al, 1993)



Figura 47 Efeitos das temperaturas de austêmpera e austenitização sobre a tenacidade

Fonte: DORAZIL apud GUESSER, 2001.

A influência da temperatura de austenitização, da temperatura e do tempo de austêmpera nas propriedades mecânicas estão reportados por Dorazil (1986) conforme mostrado na Figura 47. Ciclos de austêmpera realizados entre 350°C a 450°C foram os que apresentaram os maiores valores energia absorvida por impacto, com destaque para a amostra austenitizada à 850°C.

# **4 MATERIAIS E MÉTODOS**

O capítulo a seguir apresenta os parâmetros adotados para fundição dos corpos de prova, bem como os materiais e equipamentos empregados. Serão também reportadas as normas técnicas de referência para realização dos ensaios metalúrgicos. O detalhamento dos procedimentos e parâmetros adotados durante a fase experimental permitem compreender dos resultados encontrados.

# 4.1 FUNDIÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Para desenvolvimento experimental da proposta, foi necessário realizar a fundição de 3 corridas de ferro fundido nodular, tendo como referência a liga FE 70002 (ABNT NBR 8650:2015 – Emprego de Ferro Fundido Nodular para Produtos Automotivos – Aplicações em engrenagens de alta resistência, componentes de máquinas e peças automotivas). A Tabela 04 apresenta a composição química da Liga FE 70002, mediante valores estabelecidos pela norma de referência.

Tabela 4 Porcentagem em massa do ferro fundido nodular FE 70002 - ABNT NBR 8650/2015

Classe	C%	Si%	Mn máx.%	Р	S	Cu %	Mg %
				máx.%	máx.%		
FE 70002	3,4 a 3,8	2,3 a 2,8	1,0	0,09	0,02	0,5 – 1,00	0,04 a 0,06

### Fonte: ABNT NBR 8650/2015.

A Tabela 05 apresenta as propriedades mecânicas dos ferros fundidos nodulares FE 70002, prevista na Norma ABNT NBR 6916/2017.

Classe	LRT min	LE min (MPa)	Along. Min	Dureza HB	Microestrutura
	(MPa)		(%)		Predominante
FE 70002	700	450	2,0	230 - 300	Perlítica

Tabela 5 Propriedades mecânicas do FE 70002

Fonte: ABNT NBR 6916/2017 (Adaptada).

Quanto a nomenclatura da Liga FE 70002, a norma ABNT NBR 8650:2015 – Ferro Fundido Nodular ou Ferro Fundido com Grafita Esferoidal - Especificação, estabelece que a sigla FE indica se tratar de uma liga de ferro fundido nodular, onde os três primeiros algarismos representam o limite mínimo de resistência a tração em megapascais (700MPa), e os últimos dois algarismos o percentual mínimo de alongamento (2%).

A Figura 48 apresenta o diagrama detalhado dos procedimentos de obtenção dos corpos de prova, relacionando desde a obtenção dos modelos para moldagem até o vazamento do metal, passando pelas etapas de fusão da carga metálica, procedimentos de controle e tratamento do metal líquido.



#### Figura 48 Fluxograma do processo de fundição dos corpos de prova

Os corpos de prova provenientes da corrida "0" (zero) foram obtidos por meio de fusão em forno de indução a cadinho da marca INDUCTOTHERM capacidade 80kg, na Faculdade SENAI "Nadir Dias de Figueiredo", situada na cidade de Osasco, São Paulo. Os corpos de prova, provenientes das corridas 1 e 2 foram fundidos na Fundição MIC S.A., na cidade de Barueri, São Paulo, seguindo a mesma metodologia de produção e controle de temperatura e composição química.

Na constituição da carga foram utilizados de ferro gusa para ferro fundido nodular, sucata de aço baixo carbono (ABNT 1020) e canais de retorno de peças em ferro fundido. A Tabela 06 apresenta a composição química do ferro gusa destinado a produção do ferro fundido nodular.

Fonte: O Autor, 2021.

Ferro Gusa	C %	Mn %	Si %	S %	Р%
para Nodular	4,15	0,08	1,5 a 2,00%	0,010	0,087

#### Tabela 6 Composição do ferro gusa para Ferro Fundido Nodular

### Fonte: O Autor, 2021.

A Tabela 7 corresponde as composições químicas desejadas contendo os valores máximos e mínimos correspondentes as três diferentes corridas feitas neste trabalho. Em destaque as colunas referentes ao cromo e níquel, sendo estas as que sofrem alterações entre as corridas produzidas, quando comparadas com a Liga FE 70002.

EE 70002	<b>C</b> 9/	<b>C:</b> 0/	Mm 0/	<b>C</b> = 0/	<b>C</b> 0/	Р	6	NI: 0/	Ma 9/
FE /0002	C %	<b>3</b> I %	IVIN %	<b>Cr</b> %	Cu %	P	3	INI %	wg %
(referência)						máx.%	máx.%		
Corrida "0"	3,4 a	2,1 a	0,4 a	0,2 a	0,6 –	0,06	0,02	0,05 -	0,04 a
	3,8	2,5	0,6	0,5	1,0			0,1	0,06
Corrida "1"	3,4 a	2,1 a	0,4 a	0,2 a	0,6 –	0,06	0,02	0,8 –	0,04 a
	3,8	2,5	0,6	0,5	1,0			1,2	0,06
Corrida "2"	3,4 a	2,1 a	0,4 a	0,2 a	0,6 –	0,06	0,02	2,0 -	0,04 a
	3,8	2,5	0,6	0,5	1,0			2,5	0,06

Tabela 7 Composição química propostas para fundição dos corpos de prova

### Fonte: O Autor, 2021.

Junto aos elementos pré estabelecidos pela liga FE 70002, foram adicionados percentuais crescentes de níquel nas corridas n°1 (desejado 1% Ni) e n°2 (desejado 2% Ni), sendo portanto a liga n° 0 a correspondente a ausência deste elemento de liga. O cromo também foi acrescido a composição base da Liga FE 70002 (limite de 0,5%), pelas características de contribuir para o aumento da temperabilidade, embora apresente tendência a segregação nos contornos das células eutéticas.

A Figura 49 apresenta uma prévia do comportamento de solidificação dos corpos de prova em "Y" da liga similar a FE 70002. Dois parâmetros importantes foram avaliados, a quantidade de nódulos por milímetro quadrado e a predominância da matriz perlítica. Para a simulação foi selecionado a moldagem em areia a verde considerando o percentual de água presente na mistura.

O parâmetro de inoculação foi considerado de boa eficiência dentre as opções de configurações que o software disponibiliza, esse critério equivale na prática aos procedimentos realizados durante a transferência para a panela, no jorro do metal líquido. A temperatura de vazamento foi configurada para 1450°C, sendo esse um valor

de parâmetro correlato ao desenvolvimento prático. A simulação numérica de fundição dos corpos de prova foi realizado no software MAGMASOFT<sup>®</sup> - módulo MAGMA IRON, na Faculdade SENAI "Nadir Dias de Figueiredo".





De acordo com a Norma ABNT NBR 6916:2017 (Ferro fundido nodular ou ferro fundido com grafita esferoidal – Especificação), os corpos de prova podem ser obtidos a partir de blocos ou barras, fundidos separadamente da peça e a partir dos quais são usinados os corpos de prova para ensaios de tração e impacto. Os blocos para corpos de prova são fundidos em moldes abertos a partir de moldagem pelo processo a verde, que consiste na compactação da areia de sílica + aglomerantes minerais (água+bentonita), sobre os modelos confeccionados em madeira, conforme Figura 51. Outro aspecto a ser considerado na moldagem dos corpos de prova, está na distância entre eles, que deve ser minimamente de 40mm.

## 4.1.1 Características do modelo dos corpos de prova

Os modelos destinados a produção dos corpos de prova seguem características próprias, recebendo o nome de bloco "Y". A base do corpo de prova em "Y" consiste na região designada para obtenção dos corpos de prova. A abertura superior do corpo de prova em "Y" funciona como copo de vazamento do metal e montante de metal líquido (massalote), para compensação de contração líquida evidenciando possíveis rechupes, conforme representado na Figura 50. Foram considerados para análise dos resultados

Fonte: O Autor, 2021.

a posição que os corpos de prova para ensaio de tração se encontravam. De acordo com o desenho referente ao bloco "Y", duas posições foram demarcadas, sendo elas as posições (P1) e (P2) na área útil do corpo de prova fundido.





Fonte: ABNT NBR 6916 (Adaptado).

Conforme apresentado na Figura 18, os ferros fundidos nodulares estão sujeitos a apresentar microrechupes nas regiões de maior acúmulo de calor, neste caso em específico estas regiões aproximam-se da zona de alimentação do bloco "Y", também chamado de massalote. Considerando-se, portanto, tais condições de solidificação, onde o teor de carbono elevado junto a menores taxas de resfriamento

## 4.1.2 Moldagem em areia

O processo de moldagem utilizado foi areia a verde, contendo quatro cavidades por molde. A moldagem foi realizada considerando o controle do teor de umidade na areia e quantidade de bentonita ativa na mistura de moldagem. O equipamento utilizado para a preparação de areia recebe o nome de misturador do tipo "mós" da empresa GUIFA – Equipamentos para Fundição, capacidade 150 kg por batelada.

A moldagem seguiu procedimento de peneiramento na camada de faceamento, ou seja, a areia que reveste a superfície dos modelos fica isenta de grumos que podem prejudicar o acabamento dos corpos de prova fundido. A acomodação inicial da areia no processo de moldagem foi realizada com o auxílio de ferramentas manuais e pôr fim a compactação se deu com a aplicação de martelete pneumático. Os modelos utilizados eram confeccionados em madeira e estavam fixados na placa de moldagem.

Logo após a moldagem em areia os modelos são removidos da molde, dando então o espaço correspondente ao que será preenchido pelo metal líquido após os processos de nodularização e inoculação nas panelas de vazamento. A Figura 51 (a) apresenta a caixa de moldagem em areia contendo quatro cavidade e na 51 (b) o modelo em madeira do bloco "Y".

Figura 51 (a) Molde em areia para vazamento dos cp's, (b) Modelo em madeira dos cp's



Fonte: O Autor, 2021.

O preenchimento dos moldes para obtenção dos corpos de prova se dá por meio de transferência do metal líquido da panela de vazamento nas cavidades dos moldes. Os moldes são colocados próximos ao forno de indução destinado a fusão do metal, tendo em vista tornar a operação de vazamento mais segura e a minimizar perdas de temperatura durante longos percursos.

Figura 52 Simulação numérica de preenchimento do molde do corpo de prova



95

A Figura 52 apresenta o comportamento do jato de metal ao ser derramado pela panela de vazamento durante o preenchimento do molde. Em moldes de areia, contendo somente cavidade fundo, o metal é vazado diretamente no fundo do molde, sem a condição de proporcionar um preenchimento com menor turbulência. Com a cavidade do molde vazia, a velocidade do metal atinge valores superiores aos considerado aceitáveis (0,5 m/s), chegando a alcançar 1,4 m/s Figura 52 (a). Com o preenchimento parcial do molde, a poça de metal presente minimiza essa velocidade e regulariza o fluxo durante o término do processo de vazamento, Figura 52 (b).

### 4.1.3 Fusão e vazamento dos corpos de prova

A fusão da liga metálica segue o procedimento inicial de carregamento do cadinho do forno de indução. Foi utilizado ferro gusa para nodular conforme a Tabela 6, dando início ao processo de fusão com formação de "pé de banho", ocupando aproximadamente 60% do volume disponível do cadinho. Após a fusão do ferro gusa foram adicionados a sucata de aço baixo carbono e elementos de liga.

O controle de temperatura foi realizado com uso de pirômetro de imersão, mantendo o banho fundido não superior a 1450°C. O metal base fundido apresentava composição de 3,5% C, 1,5% Si, 0,5 % Mn, 0,9% Cu. Para este controle preliminar os valores em relação ao silício são abaixo da faixa desejada pelo fato de ainda serem realizados procedimentos que irão promover aumento significativo desses teores.

Para obtenção dos corpos de prova em ferro fundido nodular foram realizados dois procedimentos antes do vazamento do metal líquido nos moldes, sendo eles o procedimento de nodularização e inoculação. Para a nodularização foi considerado o uso de 1,5% de FeSiMg, que contribui ao térmico com cerca de 1% de Si. Para inoculação foi utilizado 0,4% FeSi, contribuindo para o aumento do teor de silício 0,3%.

Os corpos de prova são resultados de 3 diferentes corridas, sendo produzidos a partir de cada uma delas 8 blocos em "Y", com variações de composição química com teores de elementos que proporcionem condições favoráveis a perlitização no bruto de fusão e contribua para a austenitização, que consiste no primeiro estágio do tratamento

térmico, e posteriormente para formação de estrutura ausferrítica por meio do tratamento isotérmico de austêmpera.

A nodularização aconteceu em panela de transferência com adição do FeSiMg, seguido de inoculação por meio do uso do Fe-Si (75 %Si). A nodularização em panela de vazamento se deu pelo método *"sandwich"*, tornando mais eficiente o aproveitamento do material nodularizante, pois consiste em uma câmara fechada, contendo ressalto interno que isola de forma inicial o contato do fluxo de metal líquido com o material nodularizante, representado na Figura 53.



Figura 53 Esquemático da panela para tratamento de nodularização

O vazamento dos corpos de prova foram realizados após a nodularização e inoculação nas panelas de transferência e vazamento. A temperatura de vazamento foi aferida à 1435°C na panela de vazamento. Para esta operação as panelas permaneceram em regime de preaquecimento, tendo em vista minimizar as perdas térmicas decorrentes dos processos de nodularização, inoculação e vazamento. Um outro aspecto a ser considerado é a perda do efeito nodularizante, que recebe o nome de *fading*, sua presença é notada quando os nódulos apresentam degeneração, tendendo a comportamento próximo a grafita do ferro fundido vermicular, ou mesma a quase ausência de nódulos na matriz metálica. Na Figura 54, os corpos de prova

Fonte: O Autor, 2021

apresentam-se no interior do molde areia, após o vazamento, em processo de solidificação.

Na corrida nº 1, o níquel foi introduzido à carga no forno de fusão e posteriormente transferido para as panelas de transferência e vazamento, onde foram realizados os procedimentos de nodularização e inoculação. Na corrida nº 2, o níquel presente foi incorporado considerando a quantidade já existente remanescente da corrida nº 1, até o valor desejado de 2 a 2,5 %.

A quantidade de níquel para completar o valor desejado da corrida "2" foi realizado a partir da colocação de cavacos na panela de vazamento. Está operação resultou em um período de exposição do banho fundido maior que as duas corridas anteriores realizadas, cerca de 1,5 min. Os efeitos desse procedimento podem ser percebidos quando dos resultados referentes a quantidade de nódulos por área (mm<sup>2</sup>) e formato da grafita.

Percebe-se por meio de análises químicas preliminares que os valores encontrados de níquel superam em 0,5% o desejado, sugerindo num primeiro momento que se tratava de relativa heterogeneidade pelo método de adição adotado, porém após realização de novas análises químicas, por emissão ótica e fluorescência de raios x, pode-se constatar que o rendimento foi superior ao considerado na adição da primeira corrida realizada.



Figura 54 Corpos de prova após o vazamento do metal

Fonte: O Autor, 2021.

As amostras foram analisadas tendo em vista adequar a composição química da liga fundida. Foram utilizados dois métodos de análise da composição química, sendo elas por espectrometria de emissão ótica e análise via combustão para determinação de teores mais precisos de carbono e enxofre, método conhecido como "LECO".

Um dos fatores a se considerar na produção dos ferros fundidos é o teor de carbono equivalente (CE). Para a fabricação de ferros fundidos nodulares, geralmente se recomenda o emprego de ligas de composição eutética ou hipereutética, com CE situado entre 4,3 e 4,7%. Os teores de carbono mais frequentemente empregados situam-se entre 3,4 e 3,8% e os de silício, entre 2,1 e 2,8%. Nessas condições, obtêm-se, geralmente, nódulos de grafita mais perfeitos (HUPALO; BALZER; WARMLING, 2006)

# 4.2 USINAGEM DOS CORPOS DE PROVA

Após o resfriamento completo, os corpos de prova (blocos "Y") foram retirados dos moldes de areia e submetidos ao processo de jateamento de granalha de aço, tendo em vista remover toda a areia remanescente do processo de fundição. Será apresentado a seguir a Figura 55 referente ao processo de produção dos corpos de prova para ensaio de tração.



### Figura 55 Diagrama do processo de produção dos corpos de prova de tração

A investigação dos resultados se dará não semente em função das três corridas com composições químicas distintas, mas também pela posição em que ocupam nos blocos "Y". Conforme apresentado, os ferros fundidos nodulares tendem a apresentar

Fonte: O Autor, 2021.

microporosidades ou microrechupes nas regiões de maior concentração de massa, neste caso em específico estas regiões aproximam-se da zona de massalotagem do bloco "Y". Considerando-se portanto tais condições de solidificação, onde o teor de carbono elevado junto a menores taxas de resfriamento, pode resultar em flotação e degeneração dos nódulos de grafita.

Apoiando-se no parágrafo anterior os corpos de prova provenientes da região "1" tendem a apresentar velocidade de resfriamento maior, pois apresentam três faces de contato com o molde de areia, enquanto que a região "2" apresenta menor área de contato, no caso em específico somente duas. Para cada uma das três distintas corridas foram produzidos 10 corpos de prova para ensaio de tração conforme Norma ABNT NBR ISO 6892-1:2013 - Ensaio de tração – Método de ensaio à temperatura ambiente.

Foram produzidos também os corpos de prova para ensaio de impacto de acordo com a Norma ABNT NBR ISO 148-1:2013 - Ensaio de impacto por pêndulo Charpy. Para retirada dos corpos de prova para impacto foram utilizadas as regiões "1" dos blocos "Y", conforme região indicada na Figura 60. A Figura 56 apresenta o fluxograma da sequência de operações para obtenção dos corpos de prova para ensaio de resistência ao impacto.



Figura 56 Diagrama do processo de produção dos corpos de prova de impacto

# 4.3 TRATAMENTO TÉRMICO DOS CORPOS DE PROVA

O tratamento térmico de austêmpera foi realizado em empresa (pediu confidencialidade), situada da cidade de Indaiatuba, que possui instalado em seu processo produtivo fornos para esse tipo de tratamento térmico em ferros fundidos nodulares. A austêmpera foi realizado em sequência de fornos específicos, de acordo

Fonte: O Autor, 2021.

com as seguintes características: A temperatura adotada para a o ciclo térmico de austenitização foi de 900°C por 1 h para todas as amostras, sejam elas da corrida "0", "1" e "2". O tratamento térmico de austêmpera foi realizado em empresa do segmento metalúrgico situada no interior do Estado de São Paulo, na cidade de Indaiatuba. A Figura 57 apresenta os fornos utilizados para realização dos tratamentos térmicos de austêmpera (57 – b).

Figura 57 Fornos para tratamento térmico. (a) Austenitização, (b) Austêmpera



Fonte: O Autor, 2021.

- Austenitização: forno tipo poço, com cadinho de 700 X 1000 mm, capacidade de 100 kg por ciclo térmico de tratamento. O sal fundido foi o Tec 660 (fornecedor Tec Far).
- Austêmpera: forno da marca Aichelin, com capacidade de 100 kg por ciclo térmico. O sal fundido foi o Tec 140 (fornecedor Tec Far).

Os parâmetros foram considerados baseando-se em valores teóricos, bem como na atividade dedicada ao segmento para produção em escala industrial, considerando que esse é um dos objetivos específicos desse trabalho. Os ciclos térmicos de austêmpera foram definidos em função dos valores de dureza desejados, superiores a 450 HB.

Os ciclos térmicos receberam as seguintes designações: CT - 1 (Ciclo térmico 1 - austêmpera a –  $310^{\circ}$ C), CT – 2 (Ciclo térmico 2 - austêmpera a –  $290^{\circ}$ C) e CT – 3 (Ciclo térmico 3 - austêmpera a –  $260^{\circ}$ C). Independente das temperaturas de austêmpera, os tempos de permanência foram mantidos em 1 h. A Figura 58 exemplifica a curva de ciclo térmico de austêmpera adotado para o desenvolvimento experimental, onde é possível perceber a proximidade que o CT – 3 (260°C), se encontra da linha que delimita o campo da martensita superior (Ms).



#### Figura 58 Ciclos de tratamento térmico de austêmpera

Fonte: O Autor, 2021(Adaptado HAYRYNEN, 2002).

# 4.4 ENSAIOS METALÚRGICOS

## 4.4.1 Análises químicas

A composição química das três diferentes corridas, conforme mencionado, estão identificadas de acordo com seu percentual de níquel. As análises para determinação da composição química foram realizadas em espectrômetro de emissão ótica Metal LAB 75 – 80 J, sendo necessário adotar o método de análise por combustão para determinação dos percentuais de carbono e enxofre em equipamento LECO CS 744.

## 4.4.2 Metalografia

Foram realizadas análises metalográficas em amostras das três diferentes corridas no estado bruto de fusão e nas amostras tratadas termicamente, conforme ABNT NBR 6913:1990 – Contagem de nódulos da grafita. As amostras foram cortadas, embutidas, lixadas e polidas com alumina 0,5 µm, sendo submetidas a ataque químico

de Nital 2%. O microscópio utilizado para realização da caracterização metalográfica foi o OLYMPUS GX 51 com software OLYMPUS Stream Motions – Solutions Cast Iron.

Para caracterização inicial as amostras foram cortadas seguindo orientação quanto a localização da região a ser analisada, conforme Figura 60, sendo lixadas, polidas e atacadas quimicamente com solução de ácido nítrico em água (Nital) na concentração de 2%.

Figura 59 - Posicionamento da região a ser analisada em ensaio metalográfico



Fonte: ABNT NBR 6913:1990.

### 4.4.3 Ensaios de dureza

Baseado em orientações da Norma ABNT NBR ISO 6506-1:2019, foram realizadas 5 medições em cada corpo de prova na escala de dureza Brinell. Os corpos de prova apresentavam estado bruto de fusão, bem como os tratados termicamente, conforme indicados pela Figura 58. Os corpos de prova foram obtidos por meio de corte e lixamento superficial, a partir dos blocos "Y", na região correspondente a "P1", conforme Figura 50. Foi utilizado Durômetro Brinell OTTO WOLPERT-WERKE- Modelo BK 300<sup>a</sup>, com esfera de Ø10mm e carga de 3000 kg.

Os ensaios de microdureza Vickers, realizados a diferentes cargas, em Durômetro Vickers de bancada digital FUTURE-TECH Corp. Modelo FM7, seguindo orientações da Norma ABNT NBR ISO 6507-1:2019, sendo realizadas medições para identificação da dureza dos microconstituintes. Os corpos de prova foram cortados, lixados e polidos com ataque químico de Nital 2 %.

### 4.4.4 Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram executados em 27 corpos de provas, a temperatura ambiente, em uma máquina universal de ensaios com capacidade de carga de 60 toneladas da marca EMIC, com "software" BIMAC e velocidade do travessão de 6 mm/min. Os ensaios foram realizados de acordo com a norma ABNT NBR ISO 6892-1:2018.

### 4.4.5 Ensaio de impacto

Os ensaios de impacto foram executados em 36 corpos de provas, em temperatura ambiente, divididos em 3 grupos (tratados termicamente pelas temperaturas de austêmpera de 310°C, 290°C e 260°C). O equipamento utilizado para o ensaio foi a máquina da marca OTTO WOLPERT-WERKE GMBH, modelo PW 30/15. Os ensaios foram realizados de acordo com a norma ABNT NBR ISO 148-1:2021 Ensaio de impacto por pêndulo Charpy.

### 4.4.6 Análise via microscopia eletrônica de varredura MEV

Ensaios de análise da superfície de fratura nos corpos de prova após ensaio de impacto e análise química via EDS. O equipamento utilizado foi o microscópio eletrônico de varredura marca Thermo, modelo Prisma E.

### 4.4.7 Análise via difração de raios x

A técnica de difração de raios x foi aplicado em 1 mostra de cada corrida a partir dos três ciclos térmicos de austenitização realizado. O equipamento de difração de raios x utilizado é da marca Rigaku, modelo Ultima IV, radiação Cu-Ka, 20 de 30° a 105°, passo de 0,04 e velocidade de 10° por minuto.

# 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir serão apresentados os resultados encontrados por meio das caracterizações metalográficas, análises químicas e ensaios físicos realizados nos corpos de prova das três diferentes corridas de ferro fundido nodular submetidos aos ciclos térmicos de austenitização a 900°C e austêmpera a 310°C, 290°C e 260°C.

# 5.1 Análises químicas

As análises químicas foram realizadas em dois momentos distintos. As primeiras análises foram feitas na liga metálica quando ainda no forno de fusão, sem a incorporação total do silício e magnésio, pois eles ainda estariam presentes nas etapas de nodularização e inoculação, conforme apresentado no campo referente ao processo de fundição dos corpos de prova.

Os resultados apresentados na Tabela 08 contemplam valores obtidos por análises químicas via emissão ótica e por combustão no que tange especificamente os elementos químicos carbono e enxofre.

Elementos Químicos (% em massa) (Liga FE 70002 – Referência)									
Amostras	С	Si	Mn	Ni	Cr	Cu	Mg	S	Р
Amostras		2,3 a 2,8	1,0 máx.		0,5%	0,5 à	0,04 à	0,02	0,09% máx.
						1,00	0,06	máx.	
Corrida "0"	3,437	2,320	0,610	0,006	0,460	0,980	0,030	0,017	0,040
Corrida "1"	3,490	2,377	0,450	0,942	0,489	0,982	0,040	0,012	0,055
Corrida "2"	3,514	2,264	0,429	2,535	0,471	0,983	0,032	0,013	0,058

Tabela 8 Composição química das amostras de ferro fundido nodular

Fonte: O Autor, 2021.

Para determinação do carbono equivalente foi aplicada a fórmula, considerando os valores percentuais do carbono, silício e fósforo.

Fórmula 1 - Determinação do Carbono Equivalente

$$\% CE = \% C + \frac{(\% Si + \% P)}{3}$$

Carbono Equivalente das respectivas corridas:

- Corrida "0" %CE=4,223
- Corrida "1" %CE=4,312
- Corrida "2" %CE=4,288

Os valores atribuídos ao carbono equivalente tendem a ser os maiores possíveis desde que sejam mantidas as características de boa estabilidade de grafita esferoidal, sem a presença de fenômeno de flutuação da grafita nodular. Abordado por Charre (2004) a flutuação da grafita nodular acontece em condições onde a combinação do carbono e silício em maiores teores tendem a proporcionar esse comportamento. A partir de valores de carbono equivalente compreendidos entre 4,35 % a 4,40 %, considerando juntamente a boa efetividade do tratamento do banho líquido (inoculação e nodularização) a tendência é a não formação de carbonetos e diminuição da degeneração da grafita.

As corridas fundidas apresentaram valores de carbono equivalente compreendidos entre 4,223 % à 4,312 %, porém o tempo excessivo atribuído a homogeneização do níquel na panela de vazamento para correção da composição química fizeram com que os valores de quantidade de nódulos diminuísse, em contrapartida elevou-se a presença de carbonetos na matriz de ausferrita, conforme serão apresentadas a seguir.

Considerando a composição química das amostras fundidas, o comportamento após a solidificação é típico de um ferro fundido nodular com matriz perlítica em sua totalidade, porém mesmo apresentando teores o carbono e silício em patamares elevados o efeito da inoculação e nodularização não se mostraram eficientes na corrida com acréscimo de 2% de Ni. A formação de baixa quantidade de nódulos, presença de nódulos degenerados com precipitação de grafita em bastonetes, lamelas e formação de carbonetos nas regiões intercelulares são reflexos do métodos adotado para correção de composição química realizado na panela de vazamento.

Em situações onde a correção de composição química acontece dessa forma, necessita-se prever um novo tratamento do metal líquido, como sendo um procedimento realizado no interior do molde, durante o preenchimento da peça a ser fundida. Tempos elevados entre os procedimentos de transferência do metal líquido do forno de fusão para o tratamento de inoculação e nodularização antes do vazamento das peças, ou corpos de prova, submetem o metal líquido ao efeito do *fading*, que corresponde a perda de efetividade do tratamento no metal líquido.

## 5.2 Análises micrográficas

### 5.2.1 Avaliação da morfologia da grafita

A composição química adotada quando da escolha de Liga FE 70002 se deu pelo fato de resultar em matriz totalmente perlítica conforme observado nas Figuras 60(b), 61(b) e 62(b), bem como ser uma liga aplicada em situações de alta solicitação, como no setor automotivo de acordo com a ABNT NBR 8650:2015. Os resultados referentes a matriz metálica e quantidade de nódulos por área foram de ante mão apresentados por meio do uso da simulação numérica de acordo com a Figura 50, estando alinhados com as primeiras caracterizações metalúrgicas realizadas. Essa correlação entre a aplicação da simulação numérica via MAGMASOFT<sup>®</sup> *Iron* e os resultados alcançados ilustra cada vez mais a necessidade de prever sua aplicação em situações onde os produtos fundidos se apresentam de forma mais complexa.

Outro fundamental aspecto a ser considerado nas propriedades mecânicas é a sanidade interna do material fundido como abordado por Stefanescu (1986), sem os quais e independente das características e dos parâmetros dos tratamentos térmicos realizados o resultado se dará em perda de propriedades mecânicas. Essa avaliação não depende exclusivamente de resultados práticos para ser evidenciado, sendo igualmente justificável a aplicação de simulação de fundição para prever a formação de defeitos que comprometam a aplicação das peças fundidas.

A Figura 60, correspondente a corrida sem a presença de níquel, apresentou a maior quantidade de nódulos (523 nódulos por mm<sup>2</sup>) de acordo com a norma ABNT NBR 6913 dentre as três corridas realizadas, dessa maneira pode-se considerar que o tratamento de nodularização ocorreu de forma mais efetiva que nas amostras referentes a corrida "1" e "2". O tamanho dos nódulos foi classificado como sendo 6,

com formato de grãos predominantemente VI (90% grafita esferoidal) e II (10% - grafita esboroada) de acordo com a norma ABNT NBR 6593.

Os resultados encontrados são superiores aqueles recomendados por Carmo (2001), onde são citados os valores mínimos de 150 nódulos por mm<sup>2</sup> e grau de nodularização de 85%. Esses valores podem ser alterados a ponto de contribuir para melhores propriedades mecânicas quando são superiores aos 150 nódulos por mm<sup>2</sup> e grau de nodularização superior a 95 % em paredes com até 25 mm de espessura.

Ao considerar tais valores, adotam-se como adequados os corpos de prova obtidos para esse desenvolvimento no tocante a quantidade de nódulos, embora tenham ocorrido alterações significativas ao comparar os resultados das amostras das corridas "0" e "1" em relação as amostras da corrida "2".

Figura 60 Corrida "0" (a) Nódulos de grafita; (b) Nódulos de grafita em matriz perlítica; (c) captura via software OLYMPUS Stream Motions – Nital 2% - 100x







- Fração de grafita 11,3 %
- Tamanho da grafita 6
- Forma da grafita VI (90% grafita esferoidal) e II (10% - grafita esboroada)
- Nodularidade 87 %
- Nódulos por mm<sup>2</sup> 523

A Figura 61, corresponde a corrida com 1% de Ni contendo 408 nódulos por mm<sup>2</sup>, apresentando tamanho de nódulo 5, implicando em aumento do tamanho médio dos nódulos e diminuindo em quantidade por milímetro quadrado ao ser comparado com a amostra sem níquel. A morfologia da grafita se dividiu em formato II (63% - grafita esboroada), I (20% - grafita lamelar) e VI (17% - grafita esferoidal), indicando a diminuição da efetividade do tratamento de nodularização e inoculação posteriormente.

Figura 61 Corrida "1" (a) Nódulos de grafita; (b) Nódulos de grafita em matriz perlítica; (c) captura via software OLYMPUS Stream Motions – Nital 2% - 100x



Fonte: O Autor, 2021.

Na corrida contendo 2% de níquel a quantidade de nódulos ficou em 167 por mm<sup>2</sup>, correspondendo a 31,9% da quantidade presente na amostra sem níquel (corrida "0"), quando comparado com a corrida "1" o valor ficou 40, 9%. O tamanho de nódulo 5, mesmo valor encontrado na corrida "1", porém os valores referentes a morfologia da grafita apontam para maior degeneração dos nódulos, sendo estes quantificados em formato II (51% - grafita esboroada), I (30% - grafita lamelar) e VI (19% - grafita esferoidal).

A incorporação do níquel na panela de vazamento, conforme descrito no campo "materiais e métodos", aumentou o tempo entre os processos de nodularização e inoculação antes do vazamento nos moldes de areia, tornando menos efetivo a ação de FeSiMg e no FeSi respectivamente. Na Figura 62 (a), em destaque, estão regiões demarcadas evidenciando a formação degenerada dos grãos, (b) pontos em destaque evidenciam a formação de cementita (Fe<sub>3</sub>C).

Figura 62 Corrida "2" (a) Nódulos de grafita; (b) Nódulos de grafita em matriz perlítica; (c) captura via software OLYMPUS Stream Motions – Nital 2 % - 100x





A Figura 63 apresenta os valores referentes a quantidade de nódulos por área (mm<sup>2</sup>) e da morfologia da grafita. Em ambos, a diminuição gradativa da quantidade de nódulos por área (mm<sup>2</sup>), bem como o aumento da grafita com formato I e II impactam diretamente de forma negativa no comportamento mecânico dos corpos de prova, tendo em vista que os melhores resultados, de acordo com Melo e Carmo (1992) apud Silva (2005), indicam que a maior quantidade de núcleos tende a diminuir a formação de

grafitas degeneradas, da mesma forma quanto a presença de carbonetos, conforme evidenciado na corrida "2", Figura 63 (b).

A presença dos pontos claros em destaque na Figura 63 (b), estão situados em regiões consideradas intercelulares, onde a solidificação acontece de forma a favorecer a segregação de elementos formadores de carboneto, conforme considerado por Silva (2005).

Os resultados apresentados em relação menor grau de nodularização na corrida "2" refletem a baixa efetividade do processo nodularização e inoculação ao incorporar o níquel na panela de vazamento, conforme descrito no campo materiais e métodos. O tempo despendido para o procedimento permitiu com que o *fading*, que corresponde perda do poder nodularizante e de inoculação atuasse de forma negativa, resultando em grafita nodular degenerada e formação de bastonetes, típicos em ferros fundidos vermiculares, junto da presença de carbonetos conforme serão apresentados nas verificações de microdureza.



#### Figura 63 (a) Contagem de nódulos e (b) morfologia da grafita

#### Fonte: O Autor, 2021.

Considerando o método de correção da composição química da liga metálica realizada em panela de vazamento, como um procedimento adotado em fundições destinadas a produção em larga escala, a necessidade de uma nova inoculação e nodularização se faz necessária. O método de inoculação *"in mold"* pode ser uma alternativa viável para compensar esse retardo promovido pelo procedimento de correção de composição química, que embora seja uma operação adicional ao processo, traz benefícios como o maior aproveitamento do magnésio, por consequência a necessidade de menores quantidades de ligas nodularizantes.

O menor número de núcleos formados a partir do processo de nodularização de baixa efetividade, presenciado nas amostras da corrida "2", favorece para o enriquecimento de carbono na matriz metálica, contribuindo para a formação de carbonetos durante o processo de solidificação, conforme Figuras 37 (BERNS e THEISEN, 2008) e 63 (b - bruta de fundição). Neste momento o valor de dureza entre as amostras no estado bruto de fundição evidenciou crescimento partindo de 253HB (corrida "0") para 266HB (aumento de 5,1%) em relação a corrida 1 e de 15 % em relação a corrida 2.

Os resultados de microestrutura e microdureza são apresentados de forma agrupada, considerando o comportamento das três corridas fundidas, submetidas aos ciclos de austenitização a 900°C e austêmpera a 310°C, 290°C e 260°C.

## 5.2.2 Microestruturas no ciclo térmico de austêmpera a 310°C (Ciclo Térmico 1)

Para analisar as mudanças microestruturais foram adotadas de forma simultânea a microscopia óptica e a microdureza Vickers, tendo em vista que os resultados de dureza relatados estão diretamente ligados ao arranjo dos microconstituintes.



Figura 64 Matriz de ausferrita com nódulos de grafita- corrida "0" (a) Ampliação 100 x (b) Ampliação 500x. Nital 2% - Ciclo Térmico 1 (310°C)

Localização	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Ponto 4	Ponto 5	Ponto 6	Ponto 7	Ponto 8
Dureza HV	425	406	513	346	498	907	413	433
Carga	0,5 kg						0,1 k	g

Fonte: O Autor, 2021.

A Figura 64 apresenta o mapeamento feito na amostra sem adição de níquel, sendo possível identificar zonas com microestruturas heterogêneas tendendo a

concentrar-se em três grupos constituídos de agulhas grosseiras com os menores valores de microdureza situadas próximo dos nódulos de grafita, neste caso sendo representado pelo ponto 4 (346 HV), identificando a presença de austenita na matriz em maior quantidade nessa região.

A segunda faixa identificada constituem os pontos 1, 2, 7 e 8 com maior grau de refinamento, porém os pontos 3, 5 e sobretudo o 6, são os de maior dureza. O ponto 6 apresenta a formação de carboneto evidenciado pela microdureza de 907 HV, embora não tivera sido identificado a presença de carbonetos na microestrutura das amostras fundidas sem tratamento de austêmpera.

Na Figura 65 a amostra analisada apresenta 1% Ni (corrida "1"), com a menor presença de zonas heterogêneas e aumento de microdureza evidenciada pelas indentações analisadas. Enquanto na amostra sem níquel (corrida "0"), identifica-se a presença de regiões com microdureza de 346HV, porém na amostra em questão o menor valor foi de 464HV. Os pontos 1 e 7 apresentam valores próximos, sendo na grande maioria das medições realizadas encontrado valores compreendem 524HV (ponto 7) a 656HV (ponto 2). Três indentações apresentam valores superiores a esta faixa de maior concentração, sendo eles os pontos 4 (726HV), 3 (739HV) e 6 (870HV).





Fonte: O Autor, 2021.

As análises na amostra correspondente a corrida "2", conforme Figura 66, apontam a presença de maiores valores de microdureza que as amostras anteriores, comportamento esse que permanece desde as amostras fundidas sem tratamento térmico. A presença de carbonetos no bruto de fundição apresentados na Figura 62 (b) permanecem após o tratamento térmico de austêmpera, embora os tratamentos de austenitização e austêmpera (de acordo com a literatura) podem contribuir para a dissolução de carbonetos presentes na matriz metálica, conforme destaca Franco(2010).

Figura 66 Análise de microdureza em amostra da Corrida "2". Ampliação 500x. Nital 2% Ciclo Térmico 1



Localização	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Ponto 4	Ponto 5	Ponto 6	Ponto 7
Dureza	609HV	788HV	707HV	524HV	423HV	927HV	752HV
Carga	0,5 kg					0,05 kg	

Fonte: O Autor, 2021.

No ponto 5 da micrografia da Figura 66 (b), o valor correspondente a 423 HV indica menor presença de austenita na matriz, tendo em vista o aumento da faixa de microdureza da ordem de 707 HV (ponto 3), 752 HV (ponto 7) e 788 HV (ponto 2). O ponto 6 corresponde a microdureza de maior valor obtida sobre o carboneto.

De acordo com a ABNT NBR 15454 – Anexo A – (Avaliação do percentual de austenita retida por microscopia ótica), é possível estimar que as amostras referentes ao ciclo térmico de austenitização a 900°C e austêmpera a 310°C, apresentam austenita em sua matriz da ordem de 35 % a 40 % para a corrida sem Ni e 25% a 30 % nas amostras com 1 % e 2% de Ni.

## 5.2.3 Microestruturas no ciclo térmico de austêmpera a 290°C (Ciclo Térmico 2)

O ciclo térmico 2 (290°C) constitui a faixa intermediária dos parâmetros de temperatura utilizados para o desenvovlimento das análises desse trabalho. A Figura 67 apresenta maior homogeneidade microestrutural, se comparado as situações

apresentadas no ciclo térmico 1 (310°C), percebendo-se inclusive que mesmo ao redor dos nódulos de grafita a estrutura refinada se faz presente, fato este não observado no ciclo com temperatura de austempera superior. Os pontos 1 (554,2HV) e 2 (569,4HV) retratam maior regularidade de microdureza da matriz metálica.



Figura 67 Análise de microdureza em amostra da Corrida "0" Ampliação 500x. Nital 2% Ciclo Térmico 2 (290°C)

### Fonte: O Autor, 2021.

Na corrida com 1% de níquel submetida ao 2° ciclo térmico (290°C) apresentam valores semelhantes aos apresentados no ciclo de austêmpera de 310°C, principalmente nas zonas mais afastadas dos nódulos de grafita, vide Figura 68.

Figura 68 Análise de microdureza em amostra da Corrida "1" Ampliação 500x. Nital 2% Ciclo Térmico 2 (290°C)



Localização	Ponto 1	Ponto 2		
Dureza	544,9	492,7		
Carga	0,5kg	0,1 kg		

Fonte: O Autor, 2021.
O mesmo comportamento esta presente na amostra da corrida com 2% de níquel. Apresentam em destaque na Figura 69 medições juntos a regiões de carbonetos e adjacencias. Os valores de microdureza indicam a mesma tendência de comportamento evidenciados na amostra anterior, onde o nivel de refinamento da microestrutura reflete o aumento de dureza.

Figura 69 Análise de microdureza em amostra da Corrida "2"; Ampliação 500x. Nital 2% Ciclo Térmico 2 (290°C)



Fonte: O Autor, 2021.

Para as amostras submetidas a temperatura de austêmpera a 290°C, de acordo com a ABNT NBR 15454 é possível considerar que a presença de austenita na matriz se manteve aparentemente em menor quantidade nas três diferentes corridas com valores compreendidos entre 15 % e 20 %.

## 5.2.4 Microestruturas no ciclo térmico de austêmpera a 260°C (Ciclo Térmico 3)

O terceiro ciclo térmico realizado atingiu os maiores valores de dureza na escala Brinell, tendo em vista a menor temperatura adotada para esse estudo. A Figura 70 aponta durezas muito próximas às encontradas na matriz do ciclo térmico realizado a 290°C. Também pode-se constatar a pequena tendência a formação dos carbonetos, sendo mais evidenciados nas amostras das corridas "1" e principalmente na corrida "2". Figura 70 Análise de microdureza em amostra da Corrida "0" – (a) Ampliação 100 x; (b) Ampliação de 500 x – Nital 2% Ciclo Térmico 3



Localização	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Ponto 4	Ponto 5	
Dureza	516HV	483HV	454HV	649HV	632HV	
Carga	2 kg	0,5 kg				

Fonte: O Autor, 2021.

Na corrida contendo 1% de Ni os valores de microdureza são maiores que apresentados na Figura 71, referente a corrida sem a presença de níquel. Assim como na amostra da corrida "0" a presença de carbonetos foi bastante reduzida. Se comparado os valores de microdureza na corrida "1", submetida ao ciclo térmico de 290°C, com a mesma corrida a 260°C de austêmpera, encontra-se valores superiores na matriz metálica da amostra. Estes valores podem estar associados a quantidade de austenita remanescente na matriz, nesse caso em menor quantidade que as amostras submetidas ao ciclo térmico 1 – 310°C.

Figura 71 Análise de microdureza em amostra da Corrida "1" – (a) Ampliação 100 x; Ampliação 500 x – Nital 2% Ciclo Térmico 3



Fonte: O Autor, 2021

Os pontos de microdureza avaliados na Figura 72, superiores a 613HV, indicam a severidade do processo de austêmpera próximo a região de formação da martensita. Na corrida "2" constata-se a presença de grafita degenerada (A), grafita tendendo a bastonete (vermicular – B) e na parte inferior carboneto (C), conforme observado na Figura 74 (b). A presença de morfologia comprometida em relação ao desejado, ou seja, grafita esferoidal, faz com que os valores diminuam de forma significativa.



Figura 72 Análise de microdureza em amostra da Corrida "2" - Ampliação 100 x – Nital 2% Ciclo Térmico 3

Os resultados de microdureza se mostraram crescentes em relação a diminuição das temperaturas para os diferentes ciclos térmicos de austêmpera. O valor médio dos resultados da matriz metálica também seguiu o aumento de dureza apresentado nas medições de superfície em escala Brinell, porém com heterogeneidade típica de estrutura contendo austenita em quantidade considerável.

Para as amostras submetidas a temperatura de austêmpera a 260°C, de acordo com a ABNT NBR 15454 é possível estimar que a presença de austenita na matriz nas três diferentes corridas com valores compreendidos entre 10 % e 15 %.

Durante o processo de austêmpera, núcleos de ferrita acicular começam a se formar em regiões junto aos nódulos de grafita em grãos austenítico. Em temperaturas mais baixas, como as realizadas em 260°C, o efeito de crescimento das placas de ferrita são mais intensas, pois nessa condição a força que impulsiona a nucleação da ferrita é maior.

Fonte: O Autor, 2021.

Foi realizado análise química via EDS em região de fratura em amostra da corrida com 2% Ni submetida ao tratamento térmico de austêmpera a 260°C. O intuito foi investigar a composição química presente nas diferentes frentes apresentadas pela superfície de fratura, dessa forma correlacionar aspectos evidenciados nas micrografias obtidas por microscopia óptica e conteúdo apresentado pelas fontes de pesquisa. Os pontos 3 e 4, indicados na Figura 73 apresentam concentração acentuada de fósforo, cromo e manganês. Essas concentrações reforçam a formação de uma zona de segregação intercelular, potencialmente responsável pela diminuição de propriedades mecânicas, somada a baixa quantidade de nódulos que as amostras da corrida com 2% de Ni apresentou comparando as outras duas corridas, sem Ni e com 1% de Ni.

Figura 73 Análise química via EDS em amostra da corrida 2 austemperada a 260°C



	С-К	0-К	Mg-K	Si-K	Р-К	Cr-K	Mn-K	Fe-K	Ni-K	Си-К	Sn-L
Base(1)_pt1	93.07	0.00	0.00	0.09	0.04	0.00	0.00	6.52	0.07	0.02	0.20
Base(1)_pt2	56.00	2.79	0.33	0.69	0.00	0.07	0.69	37.44	0.92	0.69	0.39
Base(1)_pt3	1.46	0.43	0.00	0.32	5.56	1.39	1.44	87.75	1.29	0.29	0.08
Base(1)_pt4	1.77	0.00	0.04	0.19	0.12	2.70	1.50	93.23	0.40	0.06	0.00
Base(1)_pt5	4.91	0.11	0.08	0.49	0.06	0.30	0.44	92.78	0.65	0.18	0.01
Base(1)_pt6	8.24	0.38	0.18	0.70	0.08	0.54	0.29	88.42	0.91	0.23	0.03

Fonte: O Autor, 2021.

Embora a composição química da corrida com 2 % de Ni esteja em 0,058% de enxofre, conforme Tabela 8, a presença desse elemento na região de segregação é bastante alto. Segundo Carmo (2001), a presença do enxofre compromete as propriedades mecânicas causando fragilização após os ciclos de austenitização e austêmpera. Da mesma forma Guedes et al (1993), considera que percentuais ainda menores que os encontrados (0,058% S) são suficientes para intensificar a microsegregação para os contornos das células eutéticas, à formação de inclusões ricas em fósforo contendo Mg, P e O, e ainda formação de fase intercelular contendo P, Mo, Fe e C. Para ferro fundido nodular austemperado o teor de fósforo presente não deve ser maior que 0,06%.

A presença do manganês na região intercelular, contribui para a formação da zona de segregação, aumentando consideravelmente a dureza, tendo em vista que o efeito do manganês é aumentar a temperabilidade do material. Segundo apresentado por Carmo (2001), o teor de manganês máximo para o nodular superior a 25mm de espessuras é de 0,35%, porém a Liga FE 700002 apresenta valor máx. de 1%, sendo utilizado para esse desenvolvimento percentuais aferidos entre 0,43% a 0,61% Mn. Nas condições apresentadas na amostra da Figura 73 é possível compreender as observações feitas por Guedes et al (1993), onde teores de 0,4% de Mn podem apresentar-se em valores compreendidos entre 2 a 4% nas zonas segregadas.

Assim como o manganês, o cromo tende a segregar-se em contornos de células eutéticas, região onde estão inseridos os pontos 3 e 4 da análise de EDS realizada. A presença de elementos como o manganês e o cromo, formadores de carboneto diminuem consideravelmente as propriedades mecânicas do material. Estes valores estão apresentados nos resultados dos ensaios de tração e impacto.

A matriz perlítica que era predominante em todas as amostras de ferro fundido nodular com base na liga FE 70002 com adições de cromo e níquel, transformaram-se em ausferrita com variações entre estrutura grosseira a 310°C de austêmpera tendo em contrapartida a estrutura refinada, mais a presença de carbonetos e regiões de segregação.

Os difratogramas apresentados na Figura 74, mostram o alinhamento com as micrografias realizadas, contendo microestrutura de ausferrita em sua constituição. Análises de difração de raios x mostram o comportamento típico dos picos difratados correspondentes aos planos da austenita cúbico de face centrado - CFC (111), (200),

(220) e (331), o mesmo se dá quanto aos planos da ferrita cúbico de corpo centrado - CCC (110), (220), (221).

As amostras se comportam de forma estável quanto ao posicionamento dos referidos picos em relação aos ângulos de 20.



Figura 74 Difratogramas das corridas "0" - "1" e "2" austemperadas a 310°C – 290°C e 260°C

Fonte: O Autor, 2021.

De acordo com Bendikiene et al (2021), os planos difratados correspondentes a CCC e CFC apresentam-se próximos em função da presença de ferrita acicular e austenita saturada de carbono. Com a variação de temperatura dos ciclos de austêmpera o comportamento da microestrutura reflete na intensidade dos picos difratados. Para temperaturas da ordem de 270°C a intensidade do plano (111) aumenta, devido a presença de austenita com alto teor de carbono, podendo ser associado a diminuição do potencial de nucleação da ferrita, devido a menor taxa de resfriamento na austêmpera.

## 5.3 Ensaios de dureza

#### 5.3.1 Resultados de dureza

Os corpos de prova bruto de fundição apontam o crescimento do valor de dureza gradual com o aumento do teor de níquel, associados a menor presença de nódulos na matriz. A Tabela 09 apresenta os valores médios atribuídos às diferentes corridas em estado bruto de fusão e submetidas aos ciclos térmicos de austenitização a 900°C para todas as amostras e austemperadas a 310°C, 290°C e 260°C. A corrida "1", com 266 HB no estado bruto de fusão teve incremento de 5,1 % de aumento de dureza em relação a corrida "0" com 253 HB. O mesmo comportamento é atribuído em relação a corrida "2" com dureza de 291HB, sendo 9,4% maior que a corrida "1" e 15 % maior que a corrida "0".

Amostras brutas de fusão						
Corrida "0" (0 % Ni)	Corrida "1" (1 % Ni)	Corrida "2" (2 % Ni)				
257	264	289				
262	270	292				
243	264	294				
Média = 253 (desv. 6,4)	Média = 266 (desv. 2,2)	Média = 291 (desv. 1,6)				
Ensaio de dureza – Austêmpera 310°C						
Corrida "0" (0 % Ni)	Corrida "1" (1 % Ni)	Corrida "2" (2 % Ni)				
365	379	444				
363	380	438				
365	381	430				
Média HB= 364 (desv. 1,1)	Média HB= 380 (desv. 1,1)	Média HB= 437 (desv. 7,1)				

Tabela 9 Análise de dureza das amostras bruto de fusão - Esfera Ø 10 mm - Carga 3000 kg

Ensaio de dureza – Austêmpera 290°C						
Corrida "0" (0 % Ni)	Corrida "1" (1 % Ni)	Corrida "2" (2 % Ni)				
428	432	490				
415	421	496				
420	423	507				
Média HB= 421 (desv. 5,3)	Média HB= 425 (desv. 4,8)	Média HB= 497 (desv. 7,1)				
Ensaio de dureza – Austêmpera 260°C						
Corrida "0" (0 % Ni)	Corrida "1" (1 % Ni)	Corrida "2" (2 % Ni)				
470	488	579				
484	491	553				
481	481	575				
Média HB= 478,3 (desv. 6,01)	Média HB=486,6 (desv. 4,2)	Média HB= 569 (desv. 11,4)				

#### Fonte: O Autor, 2021.

Os resultados apontam baixos valores de desvio padrão para as amostras das corridas "0" e "1" nos diferentes ciclos térmicos, porém o mesmo não acontece com as amostras da corrida "2" quando submetida a austêmpera a 260°C.

Conforme apresentado na Figura 62 (b), a presença de carbonetos e a menor quantidade de nódulos por mm<sup>2</sup> são responsáveis por esse comportamento crescente do valor de dureza entre os ensaios realizados.

A heterogeneidade microestrutural apresentado nas micrografias não atuaram para promover desvios significativos entre as medições realizadas. Porém nas microdurezas apresentadas a partir da Figura 64 evidenciam a formação de zonas segregadas com a presença de carbonetos nas regiões intercelulares.

Comportamento semelhante ao evidenciado nas amostras brutas de fusão são encontrados nas amostras austemperadas. O aumento gradativo de dureza se dá de forma crescente a partir das amostras que foram submetidas a austêmpera em 310°C para as subsequentes a 290°C e 260°C.

Após a realização do 1° ciclo térmico de austêmpera a 310°C os valores para todas as amostras tiveram aumento de dureza, sendo a corrida "2" a foi que sofreu maior incremento, sendo 73 % maior que o corpo de prova em bruto, enquanto as corridas "0" e "1" apresentaram aumentos de 44 % e 50 % respectivamente comparando-se aos corpos de prova em bruto de fundição, conforme Figura 75.



Figura 75 Análise de dureza X Ciclos Térmicos de Austêmpera

Os resultados referentes ao 2° ciclo térmico de austêmpera a 290°C, para a corrida "0" apontam a continuidade do aumento de dureza. Para as considerações a seguir, as referências serão os resultados da austêmpera a 310°C, sendo 15,5 % para a corrida "0" e 12 % e 14 % para as corridas "1" e "2" respectivamente.

O último ciclo térmico de austêmpera realizado foi a 260°C, mantém a tendência de aumento de dureza, porém para este ciclo os valores percentuais são maiores que os apresentados em comparação aos anteriores. Considerando a corrida "0", ou seja, sem a presença do níquel o aumento percentual em relação austêmpera a 290°C foi de 13,6 %. Quanto as corridas "1" e "2" os valores percentuais são de 14,4 % e 14,3 % respectivamente.

Caso a relação se estabeleça entre os ciclos térmicos de austêmpera a 310°C e a 260°C, ou seja, o de maior temperatura versus o de menor, os valores percentuais alcançados são 31,3 % para a corrida "0", 28 % (corrida "1") e 30,1 % (corrida "2"). Esses aumentos de dureza estão ligados às alterações microestruturais constatadas nas amostras analisadas. A medida em que a curva de austêmpera se aproxima da faixa que delimita a martensita superior (Ms).

A diminuição das temperaturas de austêmpera resultaram no aumento de dureza em todas as amostras. Menores temperaturas de austêmpera contribuem para maior nucleação de ferrita acicular e carbonetos, diminuindo a presença de austenita estável na matriz. Carmo (2001), considera que temperatura de austêmpera realizada a aproximadamente 260°C resulte na transformação martensítica da austenita proveniente dos esforços durante o ensaio de tração, ou a partir da formação de carbonetos bainíticos ou martensita decorrente do tratamento térmico.

## 5.4 Ensaio de tração

Os corpos de prova correspondentes a corrida "0", austemperado a 310°C, conforme Figura 76, apresentaram os maiores valores de limite de resistência a tração, com valor médio de LRT de 893 MPa (desvio padrão – 16,13). Os corpos de prova austemperados a 290°C obtiveram LRT igual a 851 MPa (desvio padrão – 8,21). Os menores valores foram atribuídos aos corpos de prova austemperados a 260°C com LRT com 659 MPa, bem como apresentou o maior desvio (desvio padrão – 21,6). Nas barras dos gráficos a seguir estão relacionados os valores de limite de resistência a tração na parte superior e abaixo os valores de limite de escoamento.

O corpo de prova com LRT de 946 MPa (CT 1 – 310°C) apresentou o maior alongamento entre os resultados atribuídos à corrida "0", sendo de 1,04 %. O menor valor de alongamento atribuído a corrida sem a presença de níquel foi o corpo de prova com LRT 842 (CT 2 – 290°C) com 0,25 %.





Na Figura 77 estão sendo apresentados os valores referentes a corrida "1", contendo 1 % Ni. Os resultados correspondentes ao ciclo térmico 2 (austêmpera a 290°C) resultaram no maior LRT - 1004 MPa e alongamento de 1,47 %. Os menores

Fonte: O Autor, 2021.

valores de LRT são atribuídos aos corpos de prova submetidos ao ciclo térmico 3 (austêmpera a 260°C), com valor médio 27 % menor que os corpos de prova submetidos ao ciclo térmico 2. O menor valor de alongamento para a corrida "1" se deu no corpo de prova com LRT 641 (austêmpera a 260°C), sendo de 0,41 %.





Fonte: O Autor, 2021.

A Figura 78 apresenta os valores de resistência a tração dos corpos de prova correspondentes a corrida "2". Os valores apresentados são significativamente menores que os referentes às corridas "0" e "1". Os melhores desempenhos foram apresentados pelo ciclo térmico 1 (310°C) com valor médio de LRT de 469,3 MPa (desvio padrão – 34,45), que corresponde a valores de 7% e 25,5% maiores que os obtidos nos ciclos térmicos 1 e 2.





Fonte: O Autor, 2021.

Os corpos de prova correspondentes a corrida contendo 1 % Ni foram os que apresentaram maior quantidade valores de alongamento superiores a 1 %, 5 corpos de prova, do total de 9 por corrida. Os cp's correspondentes a corrida "0" tiveram duas unidades com valores de alongamento superior a 1 %, 1 cp austemperado a 310°C e outro a 290°C. Os corpos de prova correspondentes a corrida com 2 % de níquel não apresentou valores de alongamento  $\geq$  1 %, sendo 0,95% o cp austemperado a 290°C o maior valor aferido.

A Figura 79 apresenta o comportamento do limite de resistência a tração nas amostras correspondentes às três corrida realizadas. Com a diminuição das temperaturas de austêmpera, os valores de limite de resistência a tração também diminuíram. O maiores resultados de LRT foram alcançados pelas amostras contendo 1% de Ni.



Figura 79 Limite de resistência a tração X temperatura de austêmpera

#### Fonte: O Autor, 2021.

Segundo Carmo (2001), valores de níquel em teores próximos a 1% aumentam a ductilidade e a tenacidade da amostra. Mesmo sendo um elemento que promove aumento da temperabilidade, assim como o manganês, o níquel atua como um grafitizante estando mais presente em regiões próximas aos nódulos de grafita.

Para as amostras com 1% de Ni, a homogeneidade da fusão, bem quanto a composição química e procedimentos de tratamento do metal líquido (inoculação e nodularização) foram mais efetivos, não aumentando o tempo para adição de carga e correções em panela de vazamento, garantindo melhores resultados quanto a morfologia esferoidal da grafita, por consequência melhores propriedades mecânicas.

## 5.5 Ensaio de impacto

Os corpos de prova submetidos ao ensaio de impacto apresentaram comportamentos distintos em função dos ciclos térmicos, composição química e a presença de regiões heterogêneas evidenciadas por microscopia óptica nas amostras referentes as corridas 1 e 2, conforme Figura 80.





Fonte: O Autor, 2021.

O ciclo térmico 1 (austemperado a 310°C) apresentou o menor resultado correspondente as amostras com maior teor de níquel em 2%, tendo como melhor desempenho a corrida "0". Com a microestrutura menos refinada em função da maior temperatura de austenitização, a corrida "0" apresentou resultados superiores a 7,8% em relação a corrida "1" e 27,9% em relação a corrida "2".

O ciclo térmico de austêmpera 2 (290°C) apresentou os maiores valores de energia absorvida por área, considerando as corridas com teores de níquel presentes. Inversamente ao ciclo térmico de austêmpera 1 (310°C), as amostras contendo níquel se mostraram mais capazes de absorver energia durante o ensaio de impacto, sendo praticamente mantido os valores referentes a corrida "0" com decréscimo de 1,5 %. A corrida "1" apresentou ganho de 15 % e a corrida "2" 57% em relação ao ciclo térmico "1".

O terceiro ciclo térmico realizado (austêmpera a 260°C) manteve a tendência de perda em absorver energia por área durante o ensaio de impacto para amostra sem níquel, dessa vez a redução foi de 44 % em relação ao ciclo térmico 2 e de 45 % se

comparado ao ciclo térmico 1. As amostras com 1% de níquel apresentaram redução de 21 % ao ser comparada com as do ciclo térmico 2 (290°C) e 9 % em relação ao ciclo térmico 1 (310°C). Para os corpos de prova com 2 % de níquel, a diminuição da energia absorvida durante o ensaio também se fez presente em relação ao ciclo térmico 2, ficando em 14 % menor, porém em relação ao ciclo térmico 1 o aumento foi de 25 %, conforme apresentado na Figura 81.



Figura 81 Resultados de impacto X temperatura de austêmpera

As análises realizadas nas superfícies de fratura nos corpos de prova submetidos ao ciclo térmico 3 (260°C) observa-se a mudança significativa na topografia do relevo, partindo de quase plano na corrida "0" (1,7 J/cm<sup>2</sup>), para as corridas "1" (2,7J/cm<sup>2</sup>) e "2" (3,1 J/cm<sup>2</sup>) com maiores incidências de relevo. Em todas as amostras o desprendimento dos nódulos de grafita se fizeram presentes. Existe predominância de fratura por clivagem em todas as amostras, permitindo identificar as faces de separação com pequenas áreas sugerindo deformação a partir de faces de contato ainda remanescentes, conforme Figura 82. Em destaque a presença de região com zona de segragação intercelular, conforme apontado em análises feitas a partir de micrografias.

Fonte: O Autor, 2021.

Figura 82 Análise de fratura em cp's austemperados a 260°C. (a) Corrida "0", (b) Corrida "1" e (c) Corrida "2"



Fonte: O Autor, 2021.

O maior valor de energia absorvida por área durante o ensaio de impacto se deu nas amostras com 2% de níquel a 290°C de patamar de austêmpera. Cabe destacar que ao serem analisados, os teores crescentes de níquel foram os que atingiram maiores valores quanto a absorção de energia nos ciclos de austêmpera 1 e 2.

De acordo com a norma ABNT NBR ISO 148-3:2021 que valores encontrados nos ensaios de impacto, com nível de energia absorvida >30 (J) são classificadas de acordo com a faixa de baixa energia, que se traduz em baixa tenacidade nas amostras ensaiadas.

Os baixos valores de tenacidade, apresentados nas três corridas realizadas, não refletem propriamente nos teores de níquel presentes nas amostras da corrida "1" e "2". Considerando somente as corridas contendo 1%Ni e 2%Ni, os melhores resultados, embora bastante baixos, se deram nestas condições. As amostras contendo 2%Ni apresentaram os melhores desempenhos nos ciclos térmicos 2 (austemperado a 290°C) (3,58 J/cm<sup>2</sup>) e 3 (austemperado a 260°C) (3,09 J/cm<sup>2</sup>), embora tenha tido o pior desempenho se comparado ao ciclo térmico I (2,3 J/cm<sup>2</sup>).

Na Figura 83 é possível avaliar o comportamento da fratura submetida ao ensaio de impacto da amostra contendo 1% de Ni austemperado a 290°C. Nota-se no contorno do nódulo de grafita a presença de um espaço resultante da deformação da amostra durante a aplicação da carga de impacto. Esse tipo de comportamento é típico em amostras que apresentam ruptura precedidas de deformação plástica, ou seja, minimamente se deformamentes de virem a romper-se. O aspecto da fratura é do tipo transgranular, pois não são evidenciados contornos tridimensionais dos grãos a partir de suas faces de fratura.



Figura 83 Aspecto da fratura junto ao nódulo de grafita em amostra com 1% Ni, austemperado a 290°C

Um dos objetivos dessa pesquisa era de proporcionar as amostras esse tipo de comportamento quando submetido ao ensaio de impacto, pois a aplicação de produtos em ferro fundido nodular austemperado é proporcionar relativa tenacidade antes de romper-se, evitando fraturas bruscas durante a rotina de trabalho em produtos dedicados a manuseio e exploração do solo.

O comportamento do aspecto da fratura na amostra com 2% Ni se apresentou de forma diferente ao comparado com a amostra contendo 1% Ni nos mesmos patamares de tratamento térmico de austenitização e austêmpera. Na Figura 84 a presença de fratura do tipo intergranular se faz presente com menor condição de deformidade ao redor do contorno do nódulo de grafita. Torna-se possível perceber linhas que se formam nos contornos de grãos que delimitando os planos de separação e as faces de clivagem definidas. Presença de pequenas áreas de fratura transgranular junto aos nódulos de grafita.

Fonte: O Autor, 2021.



Figura 84 Aspecto da fratura junto ao nódulo de grafita em amostra com 2% Ni, austemperado a 290°C

Fonte: O Autor, 2021.

Ao comparar com os valores obtidos por Guo et al (1998), os tempos referentes a austêmpera são bastante diferentes, para 1%Ni o tempo de austêmpera foi de 120min a 350°C alcançando 60 J/cm<sup>2</sup>, sendo para 2%Ni o tempo de austêmpera se deu em 180min atingindo 80 J/cm<sup>2</sup>.

Diante desses valores é possível considerar que a tenacidade alcançada está relacionada com os tempos de ciclos térmicos de austêmpera superiores ao realizado nessa dissertação permitindo com que a transformação isotérmica seja completa. Importante ressaltar que os ciclos realizados nesse desenvolvimento são práticas industriais, que podem resultar em aumento de performance dos produtos a partir de uma análise de processo.

## CONCLUSÃO

- As práticas de inoculação e nodularização adotados a partir de parâmetros industriais demonstraram a eficiência dos processos tendo em vista o número de nódulos por área (mm<sup>2</sup>) obtidos nas corridas sem a presença de níquel (523 nódulos) e com 1 % (408 nódulos).
- A adição de níquel na panela de vazamento com objetivo de atingir o teor desejado de 2 % se mostrou desfavorável a ponto de comprometer a nucleação da grafita, e grau de nodularização, dessa forma diminuindo a quantidade de nódulos e influenciando nas propriedades mecânicas dos corpos de prova.
- A baixa nodularidade apresentada nas amostras com 2 % de níquel justificam a formação de carbonetos na matriz perlítica, contribuindo para o aumento de dureza mesmo no corpo de prova sem tratamento térmico de austêmpera. Partindo do princípio que menos nódulos se formaram, maior será o teor de carbono disponível na matriz contribuindo sensivelmente para que variações de temperatura durante o tratamento térmico promovam tensões e formação de regiões heterogêneas.
- A austêmpera a 260 °C reduziu a presença de austenita na matriz, a partir de análises via microscopia ótica, aumentando os valores de dureza e microdureza, em contrapartida diminuindo os valores de resistência a tração em todas as amostras, da mesma forma em relação a energia absorvida com os menores valores encontrados.
- O tratamento térmico de austêmpera a 290 °C foi o que apresentou os melhores resultados quanto ao alongamento durante o ensaio de tração. Esse fator de deve a maior homogeneidade apresentada pela matriz
- Os corpos de prova no ensaio de tração apresentaram valores de limite de resistência a tração abaixo da faixa desejada, porém a presença de alongamento encontrado nos resultados apontam até 1,47 % com LRT de 1004 MPa no corpo de prova da corrida 1 austemperado a 290 °C.

## SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar correção de composição química do ferro fundido nodular Liga FE 70002 em panela de vazamento tendo em vista submeter o metal a nova inoculação pelo processo *in mold*, posteriormente sendo submetido ao tratamento térmico de austêmpera mas mesmas temperaturas realizadas nesse desenvolvimento, austenitizadas a 900°C e austemperadas a 310°C, 290°C e 260°C.
- Analisar a formação de martensita induzida por deformação durante o ensaio de tração na região da fratura do corpo de prova, correlacionando com fraturas que podem acontecer em campo com peças fundidas em ferro nodular austemperado.
- Submeter a liga FE 70002 com adições de 1 e 2% de Ni a ciclos de austenitização em patamar de 900°C e austêmpera à 310°C, 290°C e 260°C por períodos de 120min e 180min.

# REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – NBR 6506-1:2019: Materiais metálicos - Ensaio de dureza Brinell - Parte 1: Método de Ensaio.;

\_\_\_\_\_ABNT NBR 6593-2015: **Morfologia de grafita em ferro fundido.** Rio de Janeiro, p.8. 2015.

\_\_\_\_\_ABNT NBR 6916-2017: Ferro fundido nodular ou ferro fundido dom grafita esferoidal – Especificação. Errata 1. Rio de Janeiro, p.2. 2018.

\_\_\_\_\_ABNT NBR 6913-1990: Ferro fundido nodular e ferro fundido maleável – Contagem de nódulos de grafita. Rio de Janeiro, p.3. 1990.

\_\_\_\_\_ABNT NBR 8650/2015 - Emprego de ferro fundido nodular para produtos automotivos. Rio de Janeiro, p.2. 2015.

\_\_\_\_\_ABNT NBR ISO 6892-1:2013 – **Materiais metálicos - Ensaio de tração.** Parte 1: Método de ensaio à temperatura ambiente. Rio de Janeiro, p.80. 2018.

\_\_\_\_\_ABNT NBR ISO 148-1:2021 – Materiais metálicos - Ensaio de impacto por pêndulo Charpy. Parte 1: Método de ensaio. Rio de Janeiro, p.30. 2015.

\_\_\_\_\_ABNT NBR ISO 148-2:2021 – Materiais metálicos - Ensaio de impacto por pêndulo Charpy. Parte 2: Verificação de máquinas de ensaio. Rio de Janeiro, p.41. 2021.

\_\_\_\_\_\_ABNT NBR ISO 148-3:2021 – Materiais metálicos - Ensaio de impacto por pêndulo Charpy. Parte 3: Preparação e caracterização de corpos de prova Charpy com entalhe em V usados na verificação de máquinas de ensaios de impacto por pêndulo. Rio de Janeiro, p.21. 2021. \_\_\_\_\_ABNT NBR ISO 15454:2007 – **Metalografia das ligas de ferro-carbono** - Terminologia. Rio de Janeiro, p.17. 2007.

ABNT NBR 6916/2017 – Ferro fundido nodular ou ferro fundido com grafita esferoidal – Especificação.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - Standard Specification for Austempered Ductile Iron Casting. (ASTM A897/A897M:2016)

ARGO, D.; GRUZLESKI, J.E.; *Mat Set Tech*, vol 10, no. 2, pp 1019-1024, 1986.

BENDIKIENE, R. et al. Influence of Austempering Temperatures on the Microstructure and Mechanical Properties of Austempered Ductile Cast Iron. Belarusian State University, 2021.

BANDYOPADHYAY, D.K.; STEFANESCU, D.M., MINKOFF, I.; BISWAL, S.K.; Structural Transitions in Directionally Solidified Spheroidal Graphite Cast Iron. The International Symposium on the Physical Chemistry of Cast Iron, Tokyo, 1989.

BERNS, H; THEISEN, W. Ferrous materials – stell and cast iron. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2008.

BONETI, Ludiere Lucas Toldo, et al. "Influence of casting heterogeneities on microstructure and mechanical properties of austempered ductile iron (ADI)." Matéria (Rio de Janeiro) 22 (2017).

CARMO, Denilson José do; DIAS, José Felipe. **Ferro fundido nodular austêmperado ADI.** Itaúna MG: SENAI-DR MG. 2001. ISBN 85 7466 056 6.

CHARRE, Madeleine Durand. **Microestructure of steels and cast irons.** Springer-Verlag Berlin Heidelberg. New York 2004.

COLPAERT, Hubertus. Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns. Revisão técnica COSTA, André Luiz V. da. 4ed. São Paulo: Blucher, 2008.

DEFOIRDT, I. F. Research, development and industrialapplications of ADI at **Ferromatrix Foundries**. In: World Conference on Austempered Ductile Iron, Chicago. Des Plaines: AFS, 1991.

DOUBLE, D.D., HELLAWELL, A.; **Growth Structure of Various Forms of Graphite.** The Metallurgy of Cast Iron, ed. B. Lux et al., Georgi Publishing, Switzerland, pp 509-525 1975.

ELLIOTT, Ray. Cast iron technology. London: Butterworths, 1988.

ERLOZ, J. A. P. S.; GONZÁLEZ, D. F.; VERDEJA, L. F. **Physical Metallurgy of Cast Irons.** Springer Nature Switzerland. 2018.

FRANCO, Francis José Saldanha. **Influência da deformação superficial induzida na resistência à fadiga do ferro fundido nodular austemperado.** 2010. 88f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de Minas Gerais Escola de Engenharia, Belo Horizonte, 2010.

FUOCO, R.; ALBERTIN, E.; AZEVEDO, C. R. F. **Efeito da inoculação na formação da grafita vermicular em ferros fundidos**. 42° Congresso Anual da ABM, 1987.

GUESSER, Wilson Luiz. **Propriedades mecânicas dos ferros fundidos**. São Paulo: Blucher, 2009.

GONZAGA, R. A. Influence of ferrite and pearlite content on mechanical properties of ductile cast irons. ELSEVIER - Materials Science & Engineering A 567 (2013) 1–8. Navarre, 2013.

GUNDLACH, R. B.; LOPER, C. R.; MORGENSTEREN, B. **Ductile Iron Handbook**. Chicago. Des Plaines: AFS 1993.

GUO, X. L. et al. Characterization of Microstructral Morphology of Austempered **Ductile Iron by Electron Microscopy.** Wiley-Liss, Inc. 1998.

HILLERT, M., LINDBLOM, Y.; J. Iron and Steel Inst, London, vol 176, p 388, 1954.

HUPALO, M.F.; BALZER, M.E.; WARMLING, G. 2006. Avaliação da austemperabilidade de um ferro fundido nodular da classe perlítica (FE-70002) em corpos de prova com 50 mm de espessura. *In:* CBECIMat - CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 17, Foz do Iguaçu, 2006. *Anais...* Foz do Iguaçu, p.7334-7345.

JANOWAK, J. F.; GUNDLACK, R. B. **Development of a ductile iron for commercial austempering.** AFS Transactions. Des Plaines, 1983.

Kang, Chang-Yong, et al. Effect of Subzero Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of Austempered Ductile Cast Iron. The Japan Institute of Metals - Materials Transactions, Vol. 50, No. 9 (2009) pp. 2207 to 2211.

KEOUGH, J. R. The development, processing and application of austempered ductile iron. In: World Conference on Austempered Ductile Iron. Chicago. Des Palaines: AFS, V2, 1991.

KIM, Yoon Jun, et al. Investigation into mechanical properties of austempered ductile cast iron (ADI) in accordance with austempering temperature. ELSEVIER
Science Direct. Materials Letters 62, 2008.

KRIEGER, W.; TRENKLER, H.; Arch. Eisenhuttenwes., vol 42, n°. 3, p 175, 1971.

LABRECQUE, C.; GAGNÉ, M. Ductile iron: fifty years of continous development. Canadian Metallurgical Quarterly, 1998.

LUSSOLI, Rosineide Junkes. Efeito da adição de cobre e da seção da peça sobre as características microestruturais e mecânicas de ferro fundido nodular austemperado. 2003. 49 f. p.17. Dissertação (Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2003. LOPES, Clarissa Lussoli. Estudo da influência da microestrutura na cinética de austenitização na zona crítica e propriedades mecânicas de ferros nodulares austemperados duais. 2014. 97f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2014.

MORGAN, H. L. Introduction to foundry production and control of austempered ductile irons. The British Foundryman, 1987.

NOFAL, A. A. et al. Effect of grafite nodularity on structure and properties of austempered cast iron. Word conference on ADI. DIS AFS, Lousville, USA, 2002.

OKAZAKI, K.; ASAI, M.T.; KUSUNOKI, H.; SAKAHARA, S. **Application of ADI to automotive parts.** In: WORLD CONFERENCE ON AUSTEMPERED DUCTILE IRON, Chicago, 1991.

OLDFIELD, W.; GEERING, G.T.; TILLER, W.A.; **Solidification of Spheroidal and Flake Graphite Cast Iron.** Proc. Of Solidification of Metals, Iron and Steel Inst, Publ. 110, p 256, 1968.

PANNEERSELVAM, Saranya, et al. Influence of intercritical austempering on the microstructure and mechanical properties of austempered ductile cast iron (ADI). ELSEVIER - Materials Science & Engineering A 694 (2017) 72–80.

RIVERA, G. L.; Boeri, R. E.; SIKORA, J.A. Research advances in ductile iron solidification. AFS Transaction, v. 107, paper 03-159, 2003.

ROUNS, T. N.; RUNDMAN, K. B. Constitution of austempering ductile iron and kinetics of austempering. AFS Transactions. Des Plaines, v. 95, 1987.

SADOCHA, J.P.; GRUZLESKI, J.E.; **The Mechanism of Graphite Spheroid Formation in Pure Fe-C-Si Alloys.** The Metallurgy of Cast Iron, ed. B. Lux et al., Georgi Publishing, Switzerland, pp 443-459, 1975. SANTOS, A. B. de Souza. Efeitos da composição química na produção de ferro fundido nodulares. 55º Congresso anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM, Rio de Janeiro, 2000.

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

SILVA, Clênio. Influência do número de nódulos de grafita nas propriedades mecânicas do ferro fundido nodular austemperado. 2005. 88 f. Dissertação (Mestrado Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, 2005.

SOUZA, Bruno Vaz de. **Desenvolvimento de Ferro Fundido Austemperado (ADI)** em banho de zinco – alumínio. 2015. 35 f. Dissertação (Engenharia e Tecnologia de Materiais) - PUC Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2015.

S. Steeb; U. Maier. Structure of Molten Fe-C Alloys by Means of XRay and Neutron Wide Angle Diffraction as Well as Sound Velocity Measurements. The Metallurgy of Cast Iron, ed. B. Lux et al., Georgi Publishing, Switzerland, pp 1-9 (1975).

STEFANESCU, D.M.; CURRERI, P.A.; FISKE, M.R.; Microstructural Variations Induced by Gravity Level During Directional Solidification of Near- Eutectic Iron-Carbon Type Alloys. Metall. Trans. A, vol 17A, p 1121, 1986.

STEFANESCU, D. M. Theory of solidification and grafite growth in ductile iron. American Foundrymen's Society, Inc. Des Plaines, Illinois. 1993.

SKALAND, T.; GRONG, O. and GRONG, T.; **A Model for the Graphite Formation in Ductile Cast Iron:** Part I: Inoculation Mechanisms; Part II: Solid State Transformation Reactions", Metall. Trans. 24A, 1993.

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

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

WANG, C. et all. Effect of austempering temperature on microstructure of ausferrite in austempered ductile iron. The Institute of Materials, Minerals and Mining. Materials Sciense and Technology. V.35, N. 11, 2019.

ZHANG, Jiwang; et al. **Microstructure and mechanical properties of austempered ductile iron with different strength grades.** ELSEVIER - Materials Letters, 2014. China.

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES Diretoria de Pesquisa, Desenvolvimento e Ensino Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária CEP: 05508-000 Fone/Fax(0XX11) 3133-8908 SÃO PAULO – São Paulo – Brasil http://www.ipen.br

O IPEN é uma Autarquia vinculada à Secretaria de Desenvolvimento, associada à Universidade de São Paulo e gerida técnica e administrativamente pela Comissão Nacional de Energia Nuclear, órgão do Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações.