



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

MARCOS ESTEVAM BALZER

**EFEITO DO SILÍCIO E DA TEMPERATURA DE AUSTÊMPERA NA
MICROESTRUTURA DOS FERROS FUNDIDOS NODULARES AUSTEMPERADOS**

FLORIANÓPOLIS
[2019]

MARCOS ESTEVAM BALZER

**EFEITO DO SILÍCIO E DA TEMPERATURA DE AUSTÊMPERA NA
MICROESTRUTURA DOS FERROS FUNDIDOS NODULARES AUSTEMPERADOS**

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em
Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade
Federal de Santa Catarina para a obtenção do título de
Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais.
Orientador: Prof. Carlos Augusto Silva de Oliveira, Dr.

FLORIANÓPOLIS

2019

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

Balzer, Marcos Estevam Balzer
Efeito do Silício e da Temperatura de Austêmpera na
Microestrutura dos Ferros Fundidos Nodulares Austemperados
/ Marcos Estevam Balzer Balzer ; orientador, Carlos
Augusto Silva de Oliveira, 2014.
133 p.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em
Ciência e Engenharia de Materiais, Florianópolis, 2014.

Inclui referências.

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. Austêmpera de
ferros fundidos. 3. Cinética de austêmpera dos ferros
fundidos. 4. Influência da variação do teor de silício nos
ferros fundidos. I. Silva de Oliveira, Carlos Augusto .
II. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós
Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. III. Título.

Marcos Estevam Balzer

**EFEITO DO SILÍCIO E DA TEMPERATURA DE AUSTÊMPERA NA
MICROESTRUTURA DOS FERROS FUNDIDOS NODULARES AUSTEMPERADOS**

O presente trabalho em nível de doutorado foi avaliado e aprovado por banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Prof. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu, Dr.
Universidade Federal do Ceará

Prof. Sérgio Souto Maior Tavares
Universidade Federal Fluminense

Prof. Kassim Shamil Fadhil Al Rubaie
Centro Universitário Sociesc

Prof. João Batista Rodrigues Neto, Dr.
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Carlos Enrique Niño Bohórquez, Dr.
Universidade Federal de Santa Catarina

Certificamos que esta é a **versão original e final** do trabalho de conclusão que foi julgado adequado para obtenção do título de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais.

Prof. Guilherme Mariz de Oliveira Barra, Dr.
Coordenador do Programa

Prof.(a) Carlos Augusto Silva de Oliveira, Dr.
Orientador

Florianópolis, 2019.

Aos meus Pais
Ernani Balzer e Marlene Smiguel Balzer

À minha Esposa
Palova Santos Balzer

Ao meu Filho
Vinícius Santos Balzer

AGRADECIMENTOS

A DEUS, pelo dom da vida e pela proteção nas viagens realizadas a Florianópolis.

A SOCIESC – Sociedade Educacional de Santa Catarina, pela acolhida e por todas as oportunidades que me proporcionou ao longo destes anos, especialmente ao apoio e auxílio que tive na realização deste trabalho.

Ao professor Doutor Carlos Augusto Silva de Oliveira, pela sua atenção, competência e dedicação para o meu crescimento profissional e pessoal.

Aos professores e funcionários do PGMat – Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais, em especial ao Rogério, por estar sempre pronto a auxiliar.

Aos professores, funcionários e amigos do LACAM – Laboratório de Caracterização de Materiais da UFC – Universidade Federal do Ceará, em especial ao professor Doutor Hamilton Ferreira Gomes de Abreu e ao Doutor Luíz Flávio Gaspar Herculano, pelo apoio na realização do EBSD.

Aos funcionários e amigos da Alcelormittal – Veja do Sul, de São Francisco do Sul, em especial ao Engenheiro José Francisco, pelo apoio na realização da microscopia eletrônica de varredura.

Aos funcionários e amigos do LCME – Laboratório Central de Microscopia Eletrônica, da Universidade Federal de Santa Catarina, pelo apoio na realização da microscopia eletrônica de transmissão.

Ao meu filho Vinícius Santos Balzer e minha esposa Palova Santos Balzer, por todo o carinho, atenção e principalmente por compreenderem mais esta fase.

Ao Alexandre Guilherme Ribeiro, aluno de iniciação científica, pela dedicação e colaboração com a parte experimental deste trabalho.

Ao meu amigo, professor Doutor Edgar Augusto Lanzer, pelos conselhos, incentivo e apoio em todos os momentos.

A todos que direta ou indiretamente participaram desta conquista.

A mente que se abre a uma nova ideia jamais volta ao seu tamanho original (Albert Einstein).

RESUMO

O objetivo do presente trabalho foi estudar o efeito do silício e da temperatura de austêmpera na microestrutura dos ferros fundidos nodulares. Foram fundidas duas ligas de ferros nodulares, na forma de blocos Y, com teores de silício de 2,27 e 2,64%. Os ferros fundidos (brutos de fusão) foram analisados por espectroscopia de emissão ótica e microscopia ótica. Posteriormente foram retiradas pequenas amostras dos blocos Y e austemperadas. A austenitização foi realizada a uma temperatura de 910 °C, por um tempo de uma hora. As temperaturas de austêmpera foram de 320 e 370 °C, por tempos que variaram de cinco segundos a quinze horas, tanto para as amostras com baixo como para as de alto teor de silício. As caracterizações dos ferros fundidos austemperados foram realizadas por microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura, microscopia eletrônica de transmissão, ensaios de dureza Brinell e microdureza Vickers e difração de elétrons retroespalhados. Os resultados mostraram que os ferros fundidos brutos de fusão apresentaram microestrutura e austemperabilidade suficiente para os objetivos do trabalho. As micrografias obtidas a partir das microscopias ótica e eletrônica mostraram que tanto a nucleação da ferrita quanto à forma e a distribuição da ferrita e da austenita se alteram com as diferentes temperaturas de austêmpera e teores de silício. Os ensaios de dureza mostraram que há diferenças nos tempos de início e final dos estágios da austêmpera para as diferentes temperaturas e teores de silício utilizados. Verificou-se a partir da microscopia eletrônica de transmissão que, para a temperatura de austêmpera de 370 °C, a precipitação de cementita ocorreu somente em tempos mais longos de austêmpera (15 horas). Nos demais tempos observou-se as microestruturas previstas, ou seja, martensita para as amostras austemperadas a 15 segundos e ausferrita (ferrita e austenita) para as amostras austemperadas por uma hora. As análises por EBSD mostraram que tanto o silício quanto a temperatura de austêmpera interferem na orientação cristalográfica da ferrita e da austenita, porém, a distribuição destas orientações ocorre de forma aleatória.

Palavras chave: Austêmpera, Ferros Fundidos Nodulares, Precipitação, Ferrita, Austenita e Carbonetos.

ABSTRACT

The aim of this work was to study the effect of silicon content and austempering temperature on the microstructure of nodular cast irons. Two alloys of nodular irons were cast, in the form of Y blocks with silicon contents of 2.27 and 2.64%. The cast alloys were analyzed by optical emission spectroscopy and optical microscopy. Then, small samples were removed from Y blocks and austempered. The austenitizing temperature was 910 °C for one hour. For both samples with low and high silicon contents, the austempering temperatures were 320 °C and 370 °C, for times ranging from five seconds to 15 hours. The austempered alloys were characterized by optical microscopy, scanning electron microscopy, transmission electron microscopy, Brinell hardness and Vickers microhardness tests, and electron backscatter diffraction. The results showed that the cast samples presented microstructure and austemperability sufficient to meet the objective of this work. The micrographs obtained from the optical and electron microscopy showed that both the nucleation of ferrite and the form and distribution of ferrite and austenite change with the austempering temperature and silicon content. Hardness tests showed that there are differences in the start and end times of the austempering stages for the austempering temperatures and silicon levels used. It was found from the transmission electron microscopy that for the austempering temperature of 370 °C, the cementite precipitation occurred only in longer austempering times (15 hours). In all other times, the expected microstructures were observed, i.e martensite for the austempered samples for 15 seconds, and ausferrite (austenite and ferrite) for the austempered samples for one hour. The EBSD analysis showed that both silicon content and austempering temperature interfere with the crystallographic orientation of ferrite and austenite; however, the distribution of these directions occurs randomly.

Keywords: Austempering, Nodular cast irons, Precipitation, Ferrite, Austenite and Carbides.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Aplicações do ADI: (a) Engrenagens para veículos com motores diesel (<i>Cummins Engine</i>), (b) Ganchos de reboque de caminhões leves (<i>General Motors</i>), (c) Componentes de suspensão (<i>Stucki Company</i>), (d) Suporte de feixe de molas para caminhões (<i>General Motors</i>); (e) Virabrequim para compressor <i>Tecumseh</i> desenvolvido em 1972.....	18
Figura 2 - Correlação entre o limite de resistência e alongamento do ADI com outros ferros fundidos nodulares convencionais.....	22
Figura 3 - Correlação do limite de resistência e da tenacidade à fratura do ADI com outros ferros fundidos nodulares convencionais.....	22
Figura 4 - Microestrutura do ADI, formada por grafita, ferrita acicular e austenita.....	23
Figura 5 - (a) Diagrama de fases ferro-carbono; (b) Diagrama de fases ferro-carbono-silício, com 2% de Silício.....	25
Figura 6 - (a) Esquema de um ciclo de austêmpera; (b) Curva tempo, temperatura e transformação (TTT) do ferro fundido nodular.....	28
Figura 7- (a) Parte do diagrama ferro-carbono-silício; (b) Curva tempo, temperatura e transformação (TTT); (c) Janela de processo.....	29
Figura 8 – Diagrama de energia livre de Gibbs para a austêmpera do ADI.....	30
Figura 9 – Diagrama de energia livre de Gibbs do sistema ferro-carbono metaestável.....	32
Figura 10 – Diagrama de energia livre de Gibbs do sistema ferro carbono com o paraequilíbrio.....	32
Figura 11 – Grãos de ferrita acicular e suas subunidades.....	35
Figura 12 - Micrografia mostrando a ferrita acicular, em um aço, no estágio inicial de sua formação durante tratamento isotérmico.....	35
Figura 13 - Variação do teor de carbono na austenita para diferentes temperaturas de austenitização.....	38
Figura 14 – Efeito da temperatura e do tempo de austenitização no tamanho de grão austenítico.....	39
Figura 15 - Influência da temperatura de austenitização, da matriz e do tempo de austenitização na microdureza Vickers.....	40
Figura 16 – Influência da temperatura e do tempo de austenitização na formação da austenita.....	40
Figura 17 – Influência do diâmetro médio das grafitas no tempo de astenitização para saturação da austenita com carbono.....	42

Figura 18 - Deslocamento da janela de processo com a variação da temperatura de austêmpera e da temperatura de austenitização.	44
Figura 19 - Variação da janela de processo em dois ferros fundidos, com 0,37 e 0,67% de manganês, austenitizados a 920 °C por 120 minutos.....	45
Figura 20 – Valores de saturação de carbono na austenita e na ferrita, em função das temperaturas de austêmpera.....	46
Figura 21 - (a) Variação da fração volumétrica de austenita com a temperatura de austêmpera; (b) Variação do teor de carbono na austenita com a temperatura de austêmpera.	46
Figura 22 – Influência da temperatura de austêmpera no tamanho das ripas de ferrita	47
Figura 23 - (a) Relação entre os limites de resistência e escoamento com a temperatura de austêmpera; (b) Relação entre o alongamento e a resistência ao impacto com a temperatura de austêmpera.	48
Figura 24 - Frações das fases ferrita, austenita e martensita em função do tempo de austêmpera.	50
Figura 25 – Padrão de EBSD gerado sobre a tela de fósforo a partir do feixe de elétrons de alta energia.	51
Figura 26 – Padrão de Kikuchi formado em câmera de vídeo analógica.....	51
Figura 27 – Esquema mostrando a formação das linhas hiperbólicas.....	52
Figura 28 – Esquema mostrando a formação das linhas de Kikuchi.....	53
Figura 29 – Esquema de indexação das bandas de Kikuchi usando a transformações de Hough.	54
Figura 30 – Representação das bandas de Kikuchi rotuladas com índices de Miller.....	55
Figura 31 – Mapa de distribuição cristalográfica (OIM) de um aço inoxidável austenítico.	55
Figura 32 – Sistema de referência para análise via EBSD.	56
Figura 33 – Sistema coordenado da amostra (K_A) e sistema coordenado do cristal (K_B).....	57
Figura 34 – Ângulo de Euler. Rotação do ângulo ϕ_1 em torno do eixo Z'	58
Figura 35 – Ângulo de Euler. Rotação do ângulo ϕ em torno do eixo X'	59
Figura 36 – Ângulo de Euler. Rotação do ângulo ϕ_2 em torno de Z'	59
Figura 37 - Ábaco da localização das principais orientações no caso das seções $\phi_2=0^\circ$ e $\phi_2=45^\circ$	60
Figura 38 – Esquema do Bloco Y utilizado obtido no vazamento das ligas estudadas.....	62

Figura 39 – Esquema mostrando a retida das amostras dos blocos Y em ferro fundido. (a) bloco Y; (b) corte das amostras.	62
Figura 40 – Sistema de referência das amostras, obtidas a partir dos blocos Y.	64
Figura 41 – Micrografias dos dois ferros fundidos nodulares, antes da austêmpera. (a) com 2,27% de silício. (b) com 2,64% de silício.	69
Figura 42 – Análise quantitativa das fases dos dois ferros fundidos (2,27 e 2,64 % de silício).	69
Figura 43 – Micrografias obtidas por microscopia ótica e eletrônica, das amostras austemperadas por 15 segundos.	72
Figura 44 – Micrografias obtidas por microscopia ótica e eletrônica, das amostras austemperadas por uma hora.	74
Figura 45 – Micrografias obtidas por microscopia ótica e eletrônica, das amostras austemperadas por 15 horas.	77
Figura 46 – Mapa de cores da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 320 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.	78
Figura 47 – Mapa de cores da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 370 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.	79
Figura 48 – Mapa de cores da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 320 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.	79
Figura 49 – Mapa de cores da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 370 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.	80
Figura 50 – Gráfico com as fases presentes de ferrita, perlita, martensita entre outras fases não identificadas e seus percentuais, para as amostras com austêmpera interrompida a 15 segundos.	80
Figura 51 – Mapa de cores da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 320 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.	82
Figura 52 – Mapa de cores da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 370 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.	83

Figura 53 – Mapa de cores da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 320 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.	83
Figura 54 – Mapa de cores da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 320 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.	84
Figura 55 – Gráfico com as fases presentes de austenita e ferrita e seus percentuais, para as amostras com austêmpera interrompida a uma hora.	84
Figura 56 – Mapa de cores da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 320 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.	86
Figura 57 – Mapa de cores da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 370 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.	86
Figura 58 – Mapa de cores da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 320 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.	87
Figura 59 – Mapa de cores da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 320 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.	87
Figura 60 – (a) Escala de cores com os valores que representam as intensidades das orientações; (b) ábaco da localização das principais orientações das seções $\phi_2=0^\circ$ e $\phi_2=45^\circ$	89
Figura 61 – Sistema de referência usados com para as análises dos mapas OFD.	90
Figura 62 - ODF da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 320 °C, por 15 segundos.	90
Figura 63 - ODF da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 370 °C, por 15 segundos.	91
Figura 64 - ODF da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 320 °C, por 15 segundos.	91
Figura 65 - ODF da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 370 °C, por 15 segundos.	92
Figura 66: ODF da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 320 °C, por uma hora.	93
Figura 67 - ODF da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 370 °C, por uma hora. ...	94

Figura 68 - ODF da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 320 °C, por uma hora. ...	95
Figura 69 - ODF da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 370 °C, por uma hora. ...	95
Figura 70 - ODF da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 320°C, por 15 horas.	96
Figura 71 - ODF da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 370 °C, por 15 horas.	97
Figura 72 - ODF da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 320 °C, por 15 horas.	98
Figura 73 - ODF da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 370 °C, por 15 horas.	98
Figura 74 - Resultados obtidos pela microscopia eletrônica de transmissão para as amostras com 2,64% de silício, austemperadas a 360°C, por 15 segundos. (a) Imagem em campo claro; (b) Imagem de contraste em campo escuro; (c) Imagem de difração da ferrita e martensita; (d) Padrão de difração da ferrita e da martensita.	100
Figura 75 - Imagem do MET, com detalhe da nucleação da ferrita das amostras com 2,64% de silício, austemperadas a 360°C, por 15 segundos.....	101
Figura 76 – Resultados obtidos pela microscopia eletrônica de transmissão para as amostras com 2,64% de silício, austemperadas a 360°C, por 15 segundos. (a) Imagem em campo claro; (b) Imagem de contraste em campo escuro; (c) Imagem de difração da ferrita e martensita; (d) Padrão de difração da ferrita e da austenita.	102
Figura 77 - Imagem do MET, detalhes da ferrita acicular das amostras com 2,64% de silício, austemperadas a 360 °C, por 15 segundos.....	103
Figura 78 – Resultados obtidos pela microscopia eletrônica de transmissão para as amostras com 2,64% de silício, austemperadas a 360 °C, por 15 horas. (a) Imagem em campo claro; (b) Imagem de contraste em campo escuro; (c) Imagem de difração da ferrita e martensita; (d) Padrão de difração da ferrita, austenita e carbonetos.	104
Figura 79 - Imagem do MET, detalhes da ferrita e carbonetos das amostras com 2,64% de silício, austemperadas a 360 °C, por 15 horas.	105
Figura 80 - Mecanismo de Bain para a transformação da austenita em martensita. As imagens (a), (b) e (c) representam as três direções nas quais o eixo tetragonal pode ser acomodado na estrutura CFC original.	106
Figura 81 – Variação de dureza Brinell em função dos tempos de austêmpera. (a) Amostras com 2,27 % de silício; (b) Amostras com 2,64 % de silício.	108
Figura 82 – Variação de dureza microdureza Vickers em função dos tempos de austêmpera. (a) Amostras com 2,27 % de silício; (b) Amostras com 2,64% de silício.	110

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação do ADI, segundo a Norma ASTM A 897M.....	21
Tabela 2 – Composição química dos ferros fundidos utilizados nos experimentos.....	67
Tabela 3 – Valores calculados, a partir das Equações 7 e 8, do diâmetro crítico para as duas ligas de ferro fundido estudadas.	68

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS e SÍMBOLOS

ADI – *Austempered Ductile Iron*

ASME – *American Society of Mechanical Engineers*

ASTM – *American Society for Testing for Materials*

DIS – *Ductile Iron Society*

EBS – *Electron Backscatter Diffraction*

EI – Energia de Impacto

EN – Norma Europeia

AISI – *American Iron and Steel Institute*

JIS – *Japanese Industrial Standards*

LR – Limite de Resistência

LE – Limite de Escoamento

MET – Microscopia Eletrônica de Transmissão

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

MPa – Mega Pascal

J – Joules

HB – Dureza Brinell

HV – Dureza Vickers

TTT – Tempo, Temperatura e Transformação

Fe_3C – Cementita

α – Ferrita

γ - Austenita

γ_{ac} – Austenita de alto carbono

G - Grafita

T_a – Temperatura de austêmpera

C^0_γ – Concentração de carbono na austenita

D_c – Diâmetro crítico

FDOC – Função de distribuição de orientações cristalográficas

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
1.1	OBJETIVOS	16
1.1.1	Objetivo Geral.....	16
1.1.2	Objetivos Específicos	16
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
2.1	APLICAÇÕES DO ADI.....	17
2.2	HISTÓRICO DO ADI.....	18
2.3	PROPRIEDADES DO ADI	20
2.4	MICROESTRUTURA DO ADI.....	23
2.5	DIAGRAMA DE FASES DOS FERROS FUNDIDOS	24
2.5.1	Características do ferro nodular para obtenção do ADI	26
2.6	TRATAMENTO TÉRMICO DE AUSTÊMPERA.....	27
2.6.1	Formação da ferrita acicular	34
2.6.1.1	<i>Influência da composição química</i>	<i>36</i>
2.6.2	Influência da temperatura de austenitização.....	38
2.6.3	Influência do tempo de austenitização.....	39
2.6.4	Influência da microestrutura do ferro fundido	41
2.6.5	Influência da velocidade de resfriamento.....	42
2.6.6	Influência da temperatura de austêmpera	43
2.6.7	Efeito do Tempo de Austêmpera	49
2.7	Técnica de análise por EBSD	50
2.7.1	O funcionamento do EBSD.....	50
2.7.2	Mapa de distribuição e orientação cristalográfica	55
2.7.3	Textura cristalográfica.....	56
3	MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS	61
3.1	Materiais	61

3.2. Métodos experimentais.....	61
3.2.1. Fundição	61
3.2.2. Tratamentos térmicos.....	62
3.2.3. Microscopia ótica (MO)	63
3.2.4. Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	63
3.2.5. EBSD.....	63
3.2.5.1. <i>Preparação das amostras</i>	64
3.2.5.2. <i>Equipamento</i>	64
3.2.5.3. <i>Análises</i>	64
3.2.6. Microscopia eletrônica de transmissão (MET).....	65
3.2.6.1. <i>A preparação das amostras</i>	65
3.2.6.2. <i>Equipamento</i>	65
3.2.6.3. <i>Análises</i>	65
3.2.7. Determinação da dureza Brinell e microdureza Vickers.....	66
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	67
4.1. Análise química e microestrutural do ferro fundido antes da austêmpera	67
4.2. Análise microestrutural do ferro fundido após a austêmpera	70
4.2.1. Microscopia ótica e eletrônica de varredura.....	71
4.2.1.1. <i>Austêmpera de 15 segundos:</i>	71
4.2.1.2. <i>Austêmpera de uma hora</i>	73
4.2.1.3. <i>Austêmpera de 15 horas</i>	76
4.2.2. EBSD – Análise das fases pelo mapa de cores	78
4.2.2.1. <i>Austêmpera de 15 segundos</i>	78
4.2.2.2. <i>Austêmpera de uma hora</i>	82
4.2.2.3. <i>Austêmpera de 15 horas</i>	85
4.2.3. EBSD – Análise das funções das distribuições das orientações (ODF).....	88
4.2.3.1. <i>Austêmpera de 15 segundos</i>	90

4.2.3.1.1	Análise dos resultados das ODF para austêmpera de 15 segundos:.....	92
4.2.3.2.	<i>Austêmpera de uma hora</i>	93
4.2.3.2.1	Análise dos resultados das ODF para austêmpera de uma hora:.....	96
4.2.3.3.	<i>Austêmpera de 15 horas</i>	96
4.2.3.3.1	Análise dos resultados das ODF para austêmpera de 15 horas:.....	98
4.2.4.	Microscopia eletrônica de transmissão (MET)	99
4.2.4.	Dureza Brinell e microdureza Vickers	107
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	112
	SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	114
	REFERÊNCIAS	115

1 INTRODUÇÃO

A necessidade de desenvolvimento de produtos e processos inovadores está firmemente relacionada aos estudos da estrutura e propriedade dos materiais. Mesmo que avanços significativos já tenham sido alcançados existem ainda muitas áreas do conhecimento não exploradas que requerem investigação, especialmente que diz respeito aos ferros fundidos, usados em larga escala em todo mundo.

Exemplos típicos são os ferros fundidos nodulares austemperados, conhecidos como ADI (Austempered Ductile Iron). Estes materiais, reconhecidos pelo potencial de aplicações em engenharia desde a década de 60, possuem vantagens competitivas quando comparados com aços devido à melhor usinabilidade e por apresentarem uma boa combinação de propriedades, tais como resistência a tração e ao desgaste, similares aos aços, para mesmas aplicações.

A produção do ADI exige domínio da tecnologia de processamento, o que passa a ser um fator limitante para as indústrias do Brasil. O ADI é obtido por processo de fundição e por tratamento térmico de austêmpera. Este material possui combinações de resistência mecânica e tenacidade devido à microestrutura formada por austenita de alto teor de carbono e ferrita acicular. Esta microestrutura provém da transformação parcial da austenita, durante o patamar isotérmico da austêmpera, a partir da temperatura de austenitização.

A literatura é vasta em relação a estudos e experimentos em ADI. A maioria dos trabalhos relaciona o tratamento térmico com o comportamento mecânico. Estudos aprofundados de cinética de austêmpera, com base na morfologia, ainda são escassos.

SPEER, J. G. e colaboradores (2004), estudaram a cinética de transformação bainítica em aço de médio carbono, obtendo “bainita livre de carbonetos” e austenita retida de alto carbono. Esta combinação de microestrutura proporciona elevada resistência mecânica, tenacidade, ductilidade, resistência a abrasão e fadiga ao ferro fundido. MORROW, T. J. e colaboradores (2001), estudaram a morfologia e a cristalografia do ADI pelo EBSD, encontrando relações de orientação de Kurdjumov-Sachs entre a ferrita e a austenita.

MALLIA, J. e colaboradores (2013), realizaram estudos de tenacidade do ADI, variando silício. Verificaram que o silício tem forte efeito sobre a cinética da austêmpera, particionando carbono da ferrita para austenita e elevando as propriedades mecânicas.

Com base nestes fatos, a motivação para este trabalho foi de aprofundar os estudos sobre cinética de austêmpera, por meio de estudo da morfologia e cristalografia. Optou-se, variar, além do silício, a temperatura de austêmpera, uma vez que estes dois parâmetros combinados

são os principais responsáveis pelo particionamento e, por consequência, da microestrutura gerada.

1.1 OBJETIVOS

Nas seções abaixo estão descritos o objetivo geral e os objetivos específicos deste TCC.

1.1.1 Objetivo Geral

Estudar o efeito do silício e dos parâmetros de tratamento térmico (temperatura e tempo de austêmpera) na morfologia e dureza dos ferros fundidos dos ferros fundidos nodulares.

1.1.2 Objetivos Específicos

Para atender o objetivo geral, os objetivos específicos são:

- Obter duas ligas de ferro fundido nodular, com dois diferentes teores de silício;
- Caracterizar os ferros fundidos em relação a composição química e aspectos microestruturais;
- Tratar termicamente, pelo processo de austêmpera, os dois ferros fundidos;
- Avaliar os microconstituintes e a textura dos ferros fundidos;
- Comparar os microestrutura com os resultados de dureza;

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Inicialmente este capítulo traz uma abordagem sucinta do histórico, propriedades e aplicações do ADI. Na sequência são descritas as principais características da composição química, da microestrutura e do tratamento térmico, enfatizando os efeitos do silício e do tempo de patamar isotérmico, na cinética da austêmpera do ADI. Finalizando, são abordadas as principais características do EBSD, uma das técnicas utilizada neste trabalho para a análise qualitativa e quantitativa do ADI.

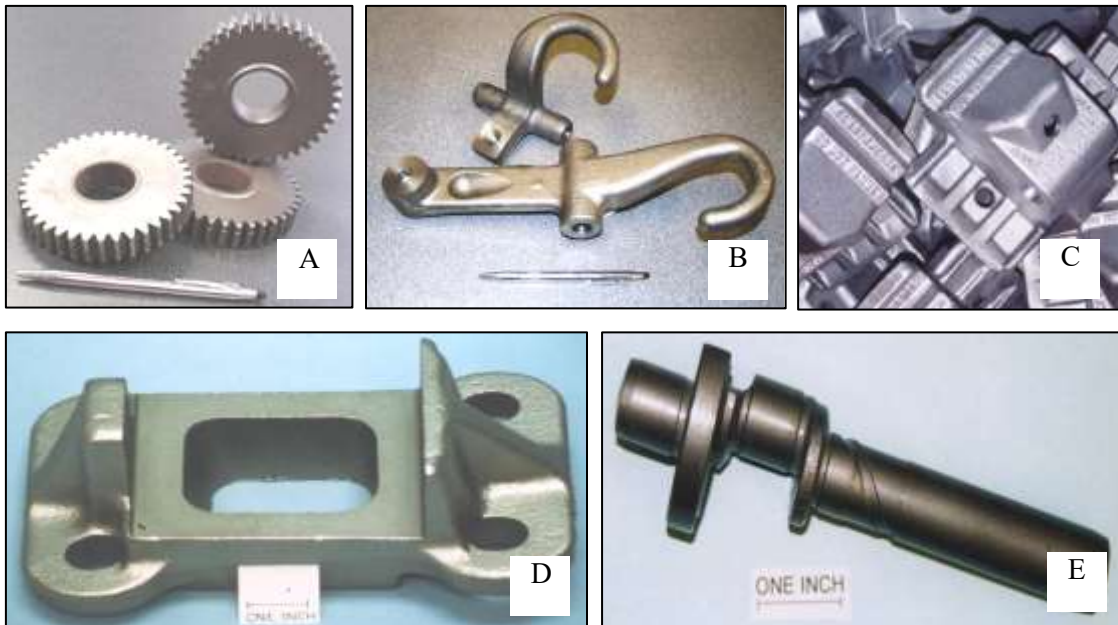
2.1 APLICAÇÕES DO ADI

ADI é uma sigla, formada pelas iniciais dos termos em inglês *Austempered Ductile Iron*, que corresponde ao ferro fundido nodular austemperado. As variações na composição química e nos parâmetros do tratamento térmico resultam em ADI com propriedades físicas e mecânicas variadas, definidas pelas normas ASTM 897M, EN 1564 e JIS 5503.

A principal característica do ADI, que o torna um material de engenharia de interesse na indústria, é a capacidade de combinar propriedades pouco comuns em materiais fundidos. No ADI é possível obter altos valores de resistência mecânica e de tenacidade. Também é possível combinar alta resistência ao desgaste e a fadiga (ZIMBA, J. et al (2004); KLOCKE, F. et al (2007); PUTATUNDA, S. K. (2010)).

Estas combinações de propriedades tornam o ADI uma opção para aplicações em engrenagens, elementos de desgaste de máquinas agrícolas e de mineração, componentes de caminhões, automóveis, e até mesmo na construção civil. É possível substituir peças forjadas e usinadas, conforme Figura 1.

Figura 1 - Aplicações do ADI: **(a)** Engrenagens para veículos com motores diesel (*Cummins Engine*), **(b)** Ganchos de reboque de caminhões leves (*General Motors*), **(c)** Componentes de suspensão (*Stucki Company*), **(d)** Suporte de feixe de molas para caminhões (*General Motors*); **(e)** Virabrequim para compressor *Tecumseh* desenvolvido em 1972.



Fonte: KEOUGH, J. R. (2002).

2.2 HISTÓRICO DO ADI

No final da década de 20 ocorreram os primeiros estudos sobre transformações isotérmicas da austenita. *Davenport e Bain*, descobriram que ao tratar um aço isotermicamente em temperaturas acima da qual há a formação de martensita e abaixo da qual há a formação de ferrita e/ou perlita, observava-se uma microestrutura nova, consistindo de um agregado de agulhas, com aparência escura ao ser atacado quimicamente, diferente da perlita e da martensita, observadas no mesmo aço ao tratá-lo em temperaturas mais altas e mais baixas. Para esta microestrutura deu-se o nome de “martensita-troostita”, pois supunha-se que o seu mecanismo de formação era o mesmo da martensita e, durante o patamar isotérmico, precipitava carbono na forma de carboneto. Esta microestrutura apresentava propriedades diferentes dos aços temperados para uma mesma faixa de dureza, despertando interesse dos pesquisadores na época. *Davenport e Bain* foram os pesquisadores que mais se aprofundaram nos estudos das transformações isotérmicas da austenita, usando técnicas de metalografia e dilatometria.

Na década de 40, *Keith Millis*, realizou seus estudos no sentido de descobrir elementos de liga que pudessem substituir o cromo na produção de ferros fundidos brancos. Durante esta investigação foi realizado, de forma eventual, o tratamento da liga de ferro fundido cinzento com magnésio, em que se obteve um ferro fundido de grafita esférica. Assim, o primeiro ferro fundido nodular havia sido produzido.

Ao mesmo tempo, *Morrogh*, um pesquisador britânico, realizava experimentos para tentar transformar as grafitas laminares em esferoidais e, em 1948, anunciou na reunião da Sociedade Americana de Fundição que havia descoberto um ferro fundido, com alta resistência, alto módulo de elasticidade e ductilidade. Este anúncio marcou formalmente a descoberta do ferro fundido nodular.

Os estudos da austêmpera em ferros fundidos nodulares ocorrem a partir do início dos anos 60, pela *Harvest International Corporation* e pela *General Motors*, nos Estados Unidos. A *Harvest*, com o desenvolvimento de sapatas de esteiras de veículos militares, foi a pioneira na aplicação do ADI, seguida pela *General Motors* que desenvolveu e iniciou a produção de engrenagens e pinhões de diferenciais para automóveis de passeio.

Em 1972, a *Tecumseh*, fabricante de compressores, passou a fabricar seus virabrequins em ADI, sendo está a sua primeira aplicação oficial fora do segmento automobilístico.

Em 1977, a *General Motors*, em parceria com a *Pontiac Motors*, usou conjuntos de engrenagens de diferenciais, em substituição ao aço AISI 8620, em uma frota de taxis, de forma experimental. O bom resultado do experimento proporcionou a *General Motors* a produção de mais de um milhão de conjuntos de engrenagens, gerando uma economia de aproximadamente 20% dos custos de produção. A produção destas engrenagens ocorreu até 1980, quando a *General Motors* lançou as juntas homocinéticas para os automóveis de tração nas quatro rodas, usados até os dias atuais. Em 1984, a *Getrag Gears*, fabricante de caixas de transmissão na América do Norte, começou a produção de engrenagens de diferenciais em ADI para automóveis com motores diesel. (CHATTERLEY, T. C. et al (1998)).

Ainda em 1984, ocorreu a Primeira Conferência Internacional sobre ADI, em Chicago, nos Estados Unidos. Neste mesmo ano o instituto de pesquisas *ASME (American Society of Mechanical Engineers)* iniciou um trabalho de desenvolvimento de engrenagens em ADI, o qual foi incluído na Segunda Conferência Internacional do ADI, em Michigan, nos Estados Unidos, em 1986 (CHATTERLEY, T. C. et al (1998)).

Durante os anos 80 os projetos para aplicações de ADI se multiplicaram e as pesquisas aumentaram significativamente. Em 1991 ocorreu a Terceira Conferência Internacional do

ADI, em Chicago, nos Estados Unidos. Em 2000, somente a produção norte americana de ADI passou de 75 mil toneladas (KEOUGH, J. R. (2002); HAYRYNEN, K. L. et al (2003));

A partir daí, vem ocorrendo uma constante evolução no desenvolvimento de ADI, especialmente para componentes de desgaste e de suspensão, na indústria de automóveis, tratores e caminhões, sendo que em 2010 a produção mundial passou de 300 mil toneladas (KEOUGH, J. R (2002); HAYRYNEN, K. L. et al (2003); NOFAL, A. 2013; LOTTRIDGE, N. M. e GRINDAHL, R. B. (1998); CHATTERLEY, T. C. et al (1998)).

2.3. PROPRIEDADES DO ADI

A variação da composição química e dos processos de obtenção, envolvendo fundição e tratamento térmico, proporcionam no ADI a presença de microconstituintes formados por combinações de ferrita, austenita, grafita e carbonetos. As proporções destes microconstituintes podem variar, resultando em produtos com ampla faixa de propriedades e, por consequência, ampla faixa de aplicações também. A Tabela 1 apresenta uma síntese da Norma ASTM A 897M, em relação as principais propriedades mecânicas do ADI.

As grades de resistência mecânica, observadas na Tabela 1, oferecem ao engenheiro ou pesquisador opções para se obter materiais com combinações de usinabilidade, tenacidade, resistência a fadiga e alta relação resistência/peso. Tais combinações de propriedades não são encontradas em outros materiais, tais como o ferro fundido nodular (sem a austêmpera) e algumas ligas de aço e alumínio fundido ou forjado.

Tabela 1 - Classificação do ADI, segundo a Norma ASTM A 897M.

Grade	LR		LE		L	EI*		D
	MPa	Ksi	MPa	Ksi	%	Joules	Ft-lb	HB**
125 - 80 - 10		125		80	10		75	269 - 321
850 - 550 - 10	850		550		10	100		269 - 321
150 - 100 - 7		150		100	7		60	302 - 363
1050 - 700 - 7	1050		700		7	80		302 - 363
175 - 125 - 4		175		125	4		45	341 - 444
1200 - 850 - 4	1200		850		4	60		341 - 444
200 - 155 - 1		200		155	1		25	388 - 477
1400 - 1100 - 1	1400		1100		1	35		388 - 477
230 - 185 -		230		185	***		***	444 - 555
1600 - 1300 -	1600		1300		***	***		444 - 555

Sendo: LR – Limite de Resistência; LE – Limite de Escoamento; L – Alongamento; EI – Energia de Impacto; D - Dureza

* Valores obtidos a partir de corpos de prova Charpy, a 20 °C. Os valores referem-se a média dos três maiores resultados em quatro amostras testadas.

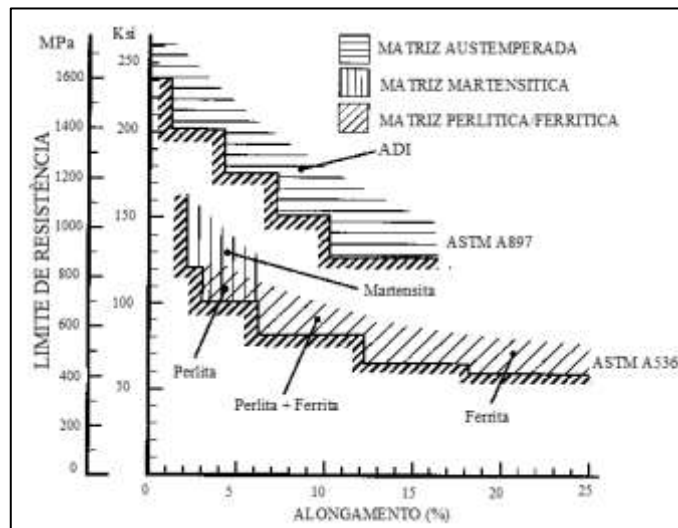
** A dureza não é uma especificação obrigatória, consta apenas a título de informação.

*** Especificação de alongamento e impacto desnecessárias.

Fonte: ASTM A897M

As Figuras 2 e 3 comparam as propriedades mecânicas do ADI com os ferros nodulares convencionais. A Figura 2 relaciona o limite de resistência e o alongamento do ADI (ASTM A 897M) e de ferros fundidos que contém na matriz os microconstituintes ferrita, perlita, ferrita e perlita, ou martensita (ASTM A536). Nota-se que o limite de resistência do ADI está sempre acima de 850 MPa, enquanto no ferro fundido ASTM A536 este limite de resistência somente é obtido no estado temperado (martensita). Porém, no ferro fundido temperado o alongamento é significativamente menor do que no ADI (DRUSCHITZ, A. P. et al (2003)).

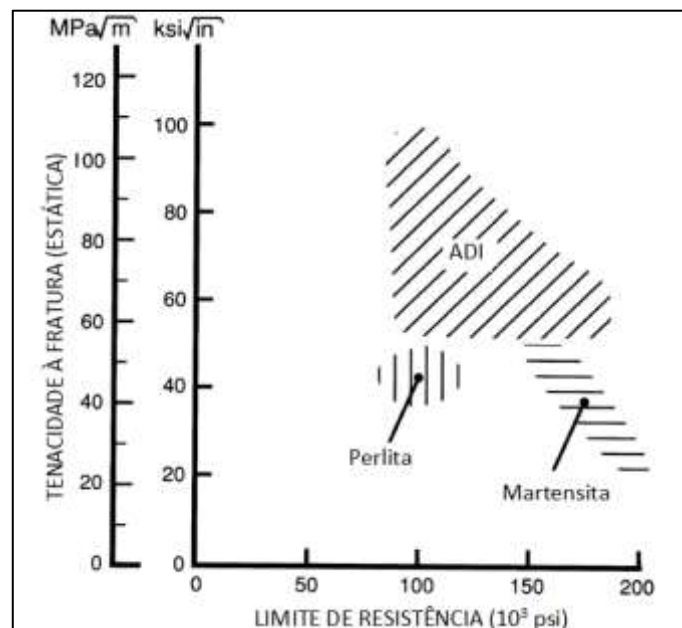
Figura 2 - Correlação entre o limite de resistência e alongamento do ADI com outros ferros fundidos nodulares convencionais.



Fonte: DRUSCHITZ, A. P. et al (2003).

A Figura 3 relaciona a tenacidade à fratura estática e o limite de resistência do ADI e de ferros fundidos que contém perlita ou martensita. Nesta comparação também se nota que, devido a microestrutura, o ADI pode conciliar os maiores valores destas propriedades (HAYRYNEN, K. L. et al (2002); ELLIOTT, R. 1997).

Figura 3 - Correlação do limite de resistência e da tenacidade à fratura do ADI com outros ferros fundidos nodulares convencionais.



Fonte: adaptado GARCIA, J. H. (2014)

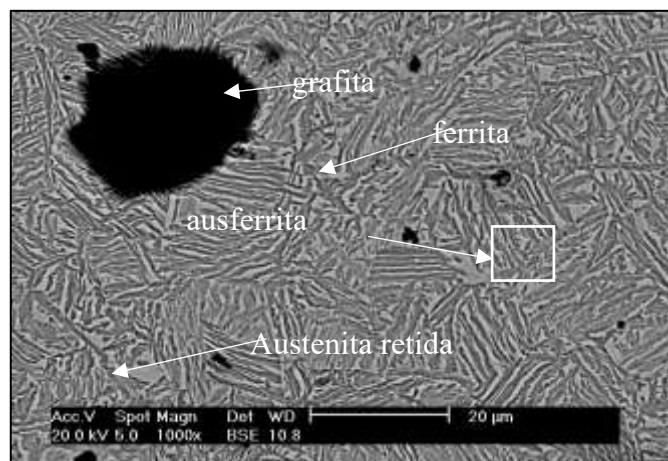
Em relação ao alumínio fundido, por exemplo, o ADI possui limite de escoamento aproximadamente três vezes maior. Por outro lado, o seu peso é 2,4 vezes maior e, a sua rigidez é 2,3 vezes maior que o alumínio, tornando-o impróprio para determinadas aplicações (RUFF, G. F. (1988)).

Em relação aos aços temperados, o ADI apresenta melhor usinabilidade e menor densidade (em torno de 10%). Estas propriedades estão relacionadas a presença da grafita que, além de reduzir a densidade, proporciona ao material um efeito lubrificante, facilitando a penetração da ferramenta e o arranque de cavaco durante a usinagem ((RUFF, G. F. (1988); GRECH, M. et al (1988); HARDING, R. A. (1986)).

2.4. MICROESTRUTURA DO ADI

A microestrutura do ADI está apresentada na micrografia da Figura 4. Antes da austêmpera, a microestrutura do ferro fundido é formada por uma mistura de perlita, ferrita e grafita. A martensita pode ser obtida por meio da têmpera, que objetiva aumentar a resistência ao desgaste, porém, em detrimento do alongamento e da tenacidade.

Figura 4 - Microestrutura do ADI, formada por grafita, ferrita acicular e austenita.



Fonte: BALZER, M. E. (2003)

Após a austêmpera a microestrutura do ADI, apresentada na Figura 2.4, é formada por grafita, ferrita acicular intercalada com austenita (ausferrita), e austenita retida. Para um mesmo

ferro fundido, a morfologia, a quantidade e distribuição de fases se alteram, conforme alteram-se as variáveis do tratamento térmico.

O ADI é frequentemente designado de "ferro nodular bainítico", porém, sua microestrutura não apresenta bainita. Esta designação incorreta ocorre porque tanto o processo de austêmpera, quanto a microestrutura da bainita e da ausferrita, são semelhantes ao serem observadas no microscópio. No entanto, a bainita, obtida na austêmpera dos aços, é formada por ferrita e carbonetos aciculares. Já a ausferrita, conforme já mencionado, é formada por austenita e ferrita acicular.

A austenita presente na ausferrita também leva a um equívoco. Não se trata de austenita retida, mas sim austenita estabilizada com alto teor de carbono. Dependendo da composição química, e do tratamento térmico, poderá haver também austenita retida no ADI, conforme mostra a Figura 4. O termo "retida" é empregado no sentido de que a austenita persiste desde a austenitização. A austenita presente na ausferrita não é a mesma existente nos aços. Na ausferrita ela é estabilizada com carbono durante o patamar isotérmico da austêmpera e não se transformará em martensita, mesmo que o ferro fundido seja submetido a temperaturas negativas (PUTATUNDA, S. K. et al (2006); WEN, D. C. (1999)).

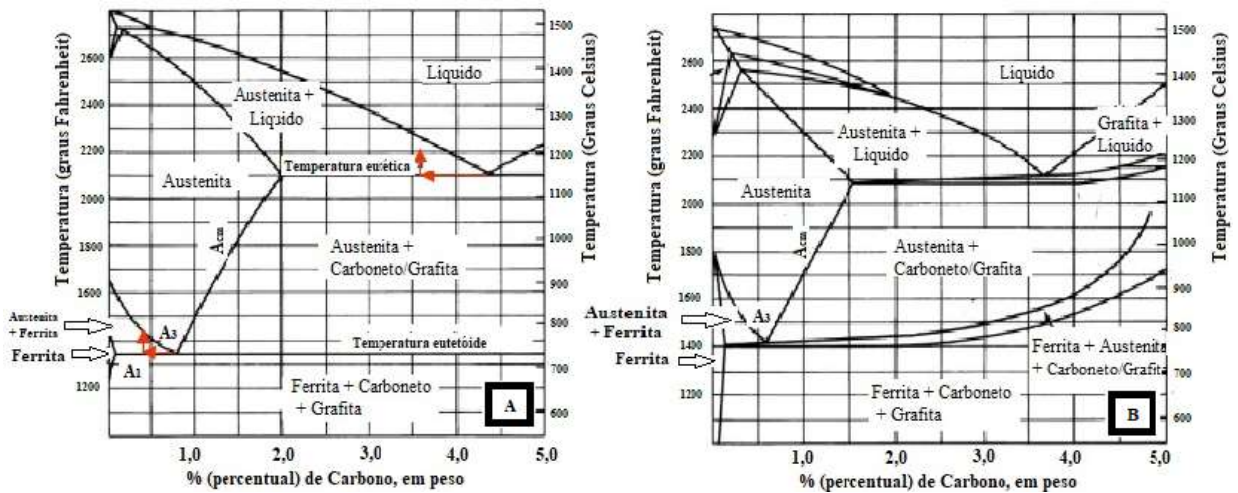
A presença de austenita estável, enriquecida em carbono, é um dos fatores responsáveis pela combinação de propriedades do ADI, muitas vezes não compreendida corretamente. Enquanto estável termodinamicamente, a austenita enriquecida por carbono pode sofrer uma transformação induzida por tensão, uma vez exposta a esforços elevados. Esta transformação é que confere ao ADI a sua notável resistência ao desgaste. Não se trata apenas de um mero "endurecimento do trabalho". Além do aumento significativo na tensão e na dureza, esta transformação induzida por deformação também produz um aumento localizado no volume e cria altas tensões de compressão nas áreas "transformadas". Estas tensões compressivas inibem a formação e o crescimento de fissuras, produzindo melhorias significativas nas propriedades de fadiga da ADI (KEOUGH, J. R. 2011; PUTATUNDA, S. K. et al (2006); WEN, D. C. 1999)).

2.5. DIAGRAMA DE FASES DOS FERROS FUNDIDOS

Para a compreensão dos mecanismos de formação da microestrutura obtida na austêmpera e das propriedades do ADI é necessário que inicialmente se compreenda as

transformações que ocorrem quando se resfriam os ferros fundidos, a partir da fase líquida, dentro e fora das condições de equilíbrio. Na Figura 5 são apresentados os diagramas de fases para as ligas de ferro-carbono e ferro-carbono-silício.

Figura 5 - (a) Diagrama de fases ferro-carbono; (b) Diagrama de fases ferro-carbono-silício, com 2% de Silício.



Fonte: Adaptado ZIVKOVIC, D. et al (2014).

Na prática, para se obter um ferro fundido com grafita, além do ferro e carbono, é adicionado o elemento silício à liga. O silício possui efeito grafitizante e, neste caso, as transformações de fase ocorrem segundo a Figura 5 (b). Este diagrama apresenta as fases obtidas a partir de uma taxa de resfriamento lento, mais próxima do que ocorre na indústria de fundição. Observa-se que nesta condição existe uma abertura nas linhas de temperatura eutética e eutetóide, e novas fases surgem.

Na temperatura eutética abre-se uma faixa contendo as fases austenita, grafita/cementita e líquida. Na temperatura eutetóide, abre-se uma faixa contendo as fases ferrita, austenita e grafita/cementita. Estas mudanças ocorrem devido ao efeito grafitizante do silício em altas temperaturas e a insolubilidade do silício na cementita em temperaturas próximas ao eutetóide (SANTOS, A. B. S. et al (1989); FAIVRE, R. et al (1974); FALLON, M. J. (1995); LATONA, M. C. et al (1984); GESSER, W. L. et al (1999)).

O silício é, portanto, um elemento de liga que proporciona alterações na solubilidade do carbono. A Figura 2 mostra que, com a adição de 2,0% de silício, há uma redução na composição do ponto eutético de 4,4 para 3,7% de carbono. Para considerar este efeito que o

silício exerce na atividade do carbono utiliza-se o conceito do carbono equivalente, representado pela Equação 1.

$$C. E. = \% C + 1/3 (\% Si + \% P) \quad (1)$$

Deixando de lado o fósforo, cuja influência não é de interesse no presente trabalho, obtemos a Equação 2.

$$C. E. = \% C + 1/3 (\% Si) \quad (2)$$

A Equação 2 indica que o efeito do silício corresponde ao de um terço do efeito do carbono. Por exemplo, tomando-se a composição representada na Figura 5 (b), com 2,0% de Silício, verifica-se que o ponto eutético corresponde a aproximadamente 3,7% de carbono. Aplicando-se a Equação 2, ter-se-ia:

$$C. E. = 3,7 + 2,0 / 3 = 4,4\%$$

À medida que a solidificação progride a composição das fases, especialmente da austenita, se altera. Assim, a concentração do silício e outros elementos de liga em regiões que solidificaram primeiro será diferente das regiões que solidificaram por último. Este fenômeno é chamado de segregação química, sendo que, regiões segregadas são consideradas partes integrantes da microestrutura do ferro fundido e exercem influência na cinética de austêmpera, conforme será apresentado mais adiante. (SANTOS, A. B. S. et al (1989); FAIVRE, R. et al (1974); FALLON, M. J. 1995; LATONA, M. J. et al (1984); GESSER, W. L. et al (1999); BJORKEGLEN, L. E. et al (1999); CALLISTER, W. D. 2003; ROULA, A. e KOSNIKOV, G. A. (2008)).

2.5.1. Características do ferro nodular para obtenção do ADI

Antes de entrar no assunto austêmpera torna-se importante ressaltar que o ADI é um material atraente por possuir propriedades para aplicações exigentes, nas quais especificações rigorosas devem ser atendidas. Embora seja um tratamento térmico que aprimore as propriedades de um ferro fundido nodular, a austêmpera não tornará o ADI um material que compense defeitos de fundição que prejudicam as propriedades mecânicas. Portanto, as peças

em ADI não podem apresentar defeitos de fundição, devendo seguir as seguintes recomendações como o grau de modularização que deve ter mais de 80% dos nódulos do tipo I ou II; a contagem de nódulos deve ser de no mínimo de 100 nódulos por mm^2 ; e essencialmente livre de carbonetos, porosidades e inclusões CARMO, D. J. (2003).

Foge do escopo deste trabalho entrar em detalhes sobre os mecanismos que envolvem a formação da grafita nodular. A morfologia nodular, ou esferoidal, é obtida a partir da adição de magnésio, cério ou níquel, durante a fundição do ferro. Tal morfologia da grafita é que deu origem ao nome ferro fundido nodular, que é o material de partida para a produção do ADI.

2.6. TRATAMENTO TÉRMICO DE AUSTÊMPERA

Neste item são apresentadas as variáveis do tratamento térmico de austêmpera e os mecanismos de formação da microestrutura do ADI.

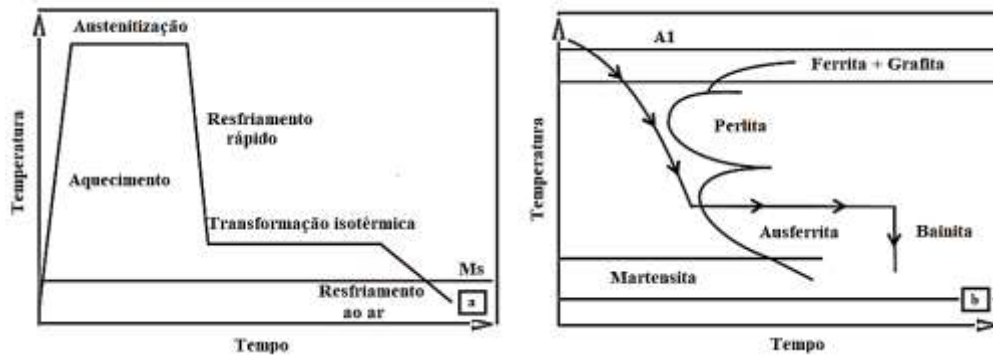
A principal diferença entre a austêmpera do aço e do ADI está relacionada aos altos teores de carbono e silício, presentes em maior quantidade no ferro nodular. O carbono mais alto aumenta a temperabilidade, permitindo que as mudanças na microestrutura ocorram em seções mais espessas do ferro fundido, sem a necessidade de adição outros de elementos de liga. Por outro lado, teores muito elevados de carbono podem promover o aparecimento de austenita retida, prejudiciais ao ADI por apresentar baixa dureza, alterando a sua resistência mecânica, e, por ser metaestável, a austenita pode se transformar em martensita durante o trabalho, causando trincas e rachaduras nas peças em ADI (KOVACS, B. V. (1990)).

A temperatura e o tempo de austenitização devem ser controladas, pois são variáveis que determinam o teor de carbono da austenita e, por consequência a força motriz para as transformações que ocorrem durante a austêmpera. A austêmpera, realizada em patamar isotérmico após o resfriamento rápido do ferro austenitizado, dá origem a ausferrita.

Durante o patamar isotérmico, a microestrutura permanece inalterada até que inicie a formação de carbonetos. A formação de carbonetos é atrasada devido a presença do silício, que, conforme mencionado, é insolúvel na cementita. O tempo em que a ausferrita permanece inalterada, e que antecede a formação de carbonetos, é denominado de período de “estase” ou de “janela de processo”.

Na Figura 6 apresenta, de forma esquemática, um ciclo completo da austêmpera (a), e as curvas de tempo, temperatura e transformação (b), do ferro fundido nodular.

Figura 6 - (a) Esquema de um ciclo de austêmpera; (b) Curva tempo, temperatura e transformação (TTT) do ferro fundido nodular.



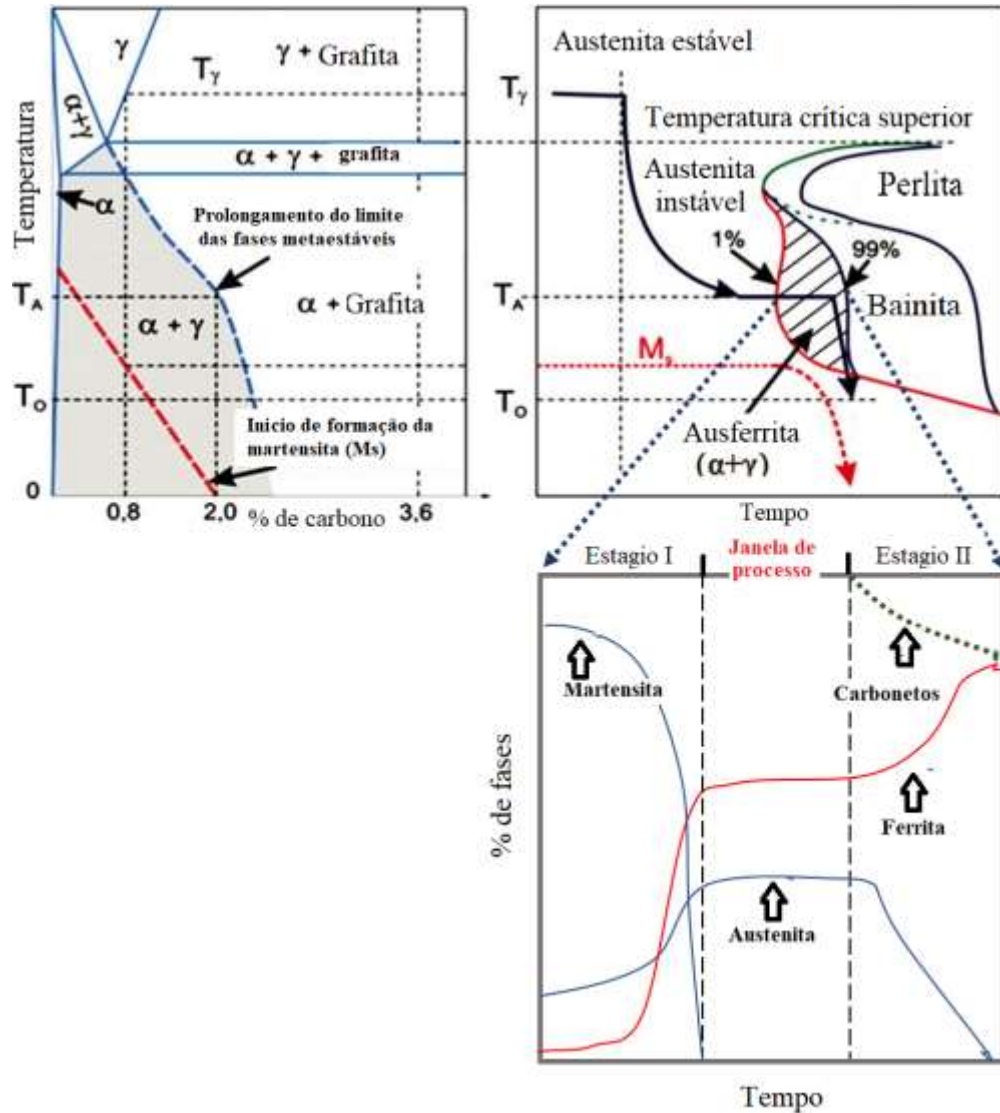
Fonte: Adaptado Kovacs, B. V. (1990).

Observa-se que o ciclo completo do tratamento térmico, representado na Figura 6 (a) consiste em aquecer o ferro fundido até a temperatura de austenitização, mantê-lo austenitizado até que a austenita torne-se enriquecida de carbono, resfriá-lo rapidamente até a temperatura do patamar isotérmico, mantê-lo neste patamar até que ocorra a formação da ausferrita e, finalmente, resfriá-lo ao ar até a temperatura ambiente.

A Figura 6 (b) mostra a curva TTT (Tempo, Temperatura, Transformação) propriamente dita. A linha A_1 representa a temperatura de austenitização. Entre a linha A_1 e a linha horizontal, localizada logo abaixo, está a faixa de temperatura crítica, representando a região onde há a formação de ferrita e grafita. Abaixo desta linha está o primeiro cotovelo, que representa o início de formação da perlita, e a seguir encontra-se o segundo cotovelo, que representa o início da formação da ausferrita. A curva com as setas, mostram que o resfriamento, a partir da temperatura de austenitização, deve ser rápido para não formar perlita e, que o patamar isotérmico deve ser interrompido, com o resfriamento até a temperatura ambiente, para não formar bainita. A Figura 2.6 indica também que se o resfriamento, a partir da temperatura de austenitização, não for interrompido pelo no patamar isotérmico, haverá a formação de martensita. (BEHERA, G. e SOHALA S. R. (2012); ELLIOT, R. (1997); HARDING, R. A. (2007); CHANDLER, H. (1995); BAYATI, H e Elliott, R. (2000)).

A Figura 7 (a) mostra parte do diagrama de fases, com um prolongamento da linha de limite de solubilidade na região das fases austenita e ferrita. Este prolongamento indica que, por não haver formação de carbonetos devido a ação do silício, a austenita transforma-se em ferrita e, por diferença de solubilidade entre as duas fases, há o particionamento do carbono da ferrita para a austenita, estabilizando-a com 2% de carbono.

Figura 7– (a) Parte do diagrama ferro-carbono-silício; (b) Curva tempo, temperatura e transformação (TTT); (c) Janela de processo.



Fonte: Adaptado ZIVKOVIC, D. et al (2014)

A Figura 7 (b) representa a curva TTT, mostrando, no patamar isotérmico (T_A), o início e final do tempo em que a ausferrita permanece estável (janela de processo).

O início de formação de carbonetos representa o final da janela de processos. A partir daí, permanecendo em patamar isotérmico, a austenita libera carbono, oportunizando a formação de cementita e ferrita (bainita), de maneira análoga ao que ocorre com os aços.

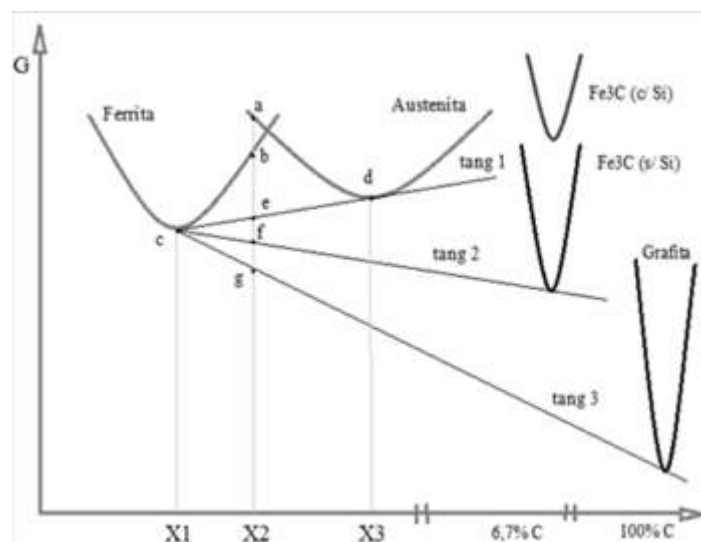
A Figura 7 (c) representa a evolução no percentual das fases durante a janela de processos. Observa-se que durante o estágio I há um aumento no percentual de austenita e ferrita

até o início da janela de processo. Durante a janela os percentuais das duas fases permanecem constantes. Após o encerramento da janela de processo há a formação de cementita e um incremento de ferrita, devido a decomposição da austenita. Ao mesmo tempo, é observado o decréscimo no percentual da austenita, caracterizando o Estágio II da austêmpera.

Quando o patamar isotérmico é interrompido e o material é resfriado até a temperatura ambiente é que se obtém o ADI propriamente dito. A alta concentração de carbono na austenita funciona como estabilizador químico, impedindo a sua decomposição em carboneto durante a janela de processo. A austenita estabilizada confere ao ADI a alta ductilidade durante a deformação. Isso ocorre porque a austenita não cliva durante os esforços mecânicos, agindo como um amortecedor na propagação de fissuras frágeis e aumentando a dureza do material. A isenção de carbonetos também contribui para a tenacidade e a resistência mecânica do ferro fundido (TRUDEL, A. e GAGNÉ M. (1997); EDMONDS, D. V. e SPEER J.G (2010), (RAINOVIC, D. (2012); SPEER, J. G. et al (2005); CLARKE, A. J. et al (2008); LUSSOLI, R.S. et al. (2003); BAYATI, H. et al (1995); PUTATUNDA, S. K. et al (2006)).

Os estágios I e II e a janela de processo podem ser explicados a partir das curvas de energia livre de Gibbs de cada fase, formada durante o patamar isotérmico. Na Figura 8 são apresentadas tais curvas.

Figura 8 – Diagrama de energia livre de Gibbs para a austêmpera do ADI.



Fonte: Adaptado BAYATI, et al (1995).

Na Figura 8 observa-se que as curvas de energia livre de Gibbs da ferrita (ponto *c*), da austenita (ponto *d*), cementita e da grafita estão representadas em função do teor de carbono do

ferro fundido. O ponto *a* representa a energia livre de Gibbs da austenita na temperatura de austêmpera para a composição X2. Esta austenita é instável porque a sua energia livre é maior que a da ferrita, representada pelo ponto *b*. Portanto, na transformação da austenita em ferrita, que caracteriza o início do Estágio I da austêmpera, há uma redução na energia livre do ponto *a* para *b*. Esta ferrita também é saturada (composição X2), oportunizando o particionamento do carbono para a austenita, até que haja um equilíbrio. Este equilíbrio é representado pela tangente das curvas de energia livre entre a austenita e a ferrita (tang.1), e a energia livre, agora da ausferrita, é dada pelo ponto *e*. O silício é insolúvel na cementita e, portanto, permanece em solução na ferrita e na austenita, tornando a auferrita estável termodinamicamente. A cementita possui energia livre de Gibbs mais alta que a ausferrita, motivo pelo qual não há a formação da mesma durante a janela de processo (MALLIA, J. et al (1998); PÉREZ, M. J. et al (2012); SIKORA, J. A. et al (1991); YESCAS, M. A. et al (2001); NASR EL-DIN, H. et al. (2006)).

Após longo tempo de patamar isotérmico, estima-se que ocorra difusão moderada de silício da ferrita para a austenita, oportunizando a precipitação de cementita, o que equivale a redução da curva de energia livre da cementita até o atingimento do equilíbrio previsto na tang. 2. A energia livre de Gibbs do sistema é reduzida então do ponto *e* para o ponto *f*, com a formação de cementita, com teor de 6,7% de carbono, e ferrita de composição X1. Neste momento tem início o estágio II da austêmpera. (BAYATI, H. et al (1997); BAYATI, H. et al (1995); HERNÁNDEZ-RIVERA, J. L. et al (2011); ERIC, O. et al (2010); ZAHIRI, et al (2005)).

Na temperatura de austêmpera não há partição de elementos substitucionais na interface entre austenita e ferrita, portanto, o particionamento do carbono da ferrita para austenita ocorre sob condição de paraequilíbrio restrito (CPE).

O paraequilíbrio restrito é definido por um requisito termodinâmico. Primeiramente, a difusão de carbono ocorre sob condições de paraequilíbrio até que o potencial químico de carbono seja igual para a ferrita e a austenita. Este requisito é representado pelo sistema binário ferro-carbono, descrito na Equação 3.

$$\chi^{\gamma}_c = \chi^{\alpha}_c \cdot e^{\frac{76,789 - 43,8T - (169,105 - 120,4T)\chi^{\gamma}_c}{RT}} \quad (3)$$

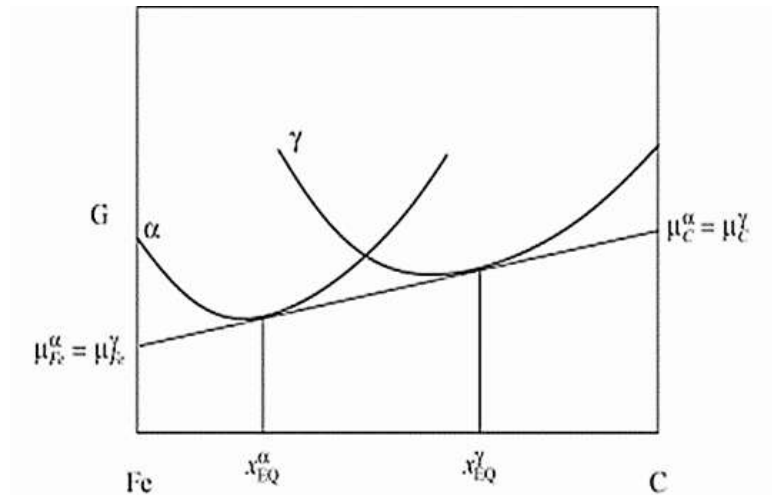
Sendo:

χ^{γ}_c e χ^{α}_c – Frações molares de carbono na austenita e ferrita

T – Temperatura de austêmpera

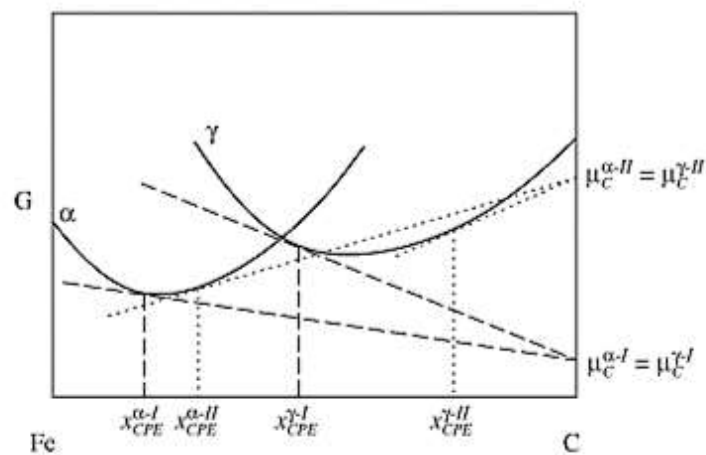
Esta condição termodinâmica pode ser entendida comparando o diagrama de energia livre de Gibbs que representa um sistema de ferro-carbono metaestável (Figura 9) com o paraequilíbrio (Figura 10).

Figura 9 – Diagrama de energia livre de Gibbs do sistema ferro-carbono metaestável.



Fonte: SPEER, J. G. et al (2005).

Figura 10 – Diagrama de energia livre de Gibbs do sistema ferro carbono com o paraequilíbrio.



Fonte: SPEER, J. G. et al (2005).

Observa-se que no paraequilíbrio restrito, a condição termodinâmica de que o potencial químico do carbono é igual em ambas as fases requer apenas que as tangentes das curvas de energia livre de ferrita e austenita devam cruzar o eixo de carbono em um único ponto. Esta condição pode ser satisfeita por um conjunto infinito de composições de fases, tendo

concentração de carbono diferente das composições de fases de equilíbrio (SPEER, J. G. et al (2005)).

As composições reais da fase no paraequilíbrio restrito também devem satisfazer a restrição de matéria associada a interface austenita-ferrita. Esta restrição requer que o número de átomos de ferro seja conservado em cada fase durante a partição do carbono. Matematicamente, este balanço de matéria pode ser representado pela Equação 4.

$$f_{cpe}^{\gamma} (1 - \chi_{cpe}^{\gamma}) = f_i^{\gamma} (1 - \chi_C^{liga}) \quad (4)$$

Onde:

χ_C^{liga} refere-se ao teor total de carbono do ferro fundido e é a fração molar da austenita retida antes do particionamento começar, f_i^{γ} é a fração de austenita retida antes do início do particionamento e, f_{cpe}^{γ} e χ_{cpe}^{γ} representam a quantidade de austenita e a concentração de carbono, respectivamente, em paraequilíbrio restrito quando a partição de carbono é completa. Uma pequena mudança na fração de austenita pode ocorrer com a transferência de átomo de carbono através da interface. O paraequilíbrio restrito é obtido quando as Equações 3 e 4 são satisfeitas, sendo que o balanço de massa do carbono é representado pela Equação 5 e o balanço de massa pela Equação 6.

$$f_{cpe}^{\alpha} \chi_{cpe}^{\alpha} + f_{cpe}^{\gamma} \chi_{cpe}^{\gamma} = \chi_C^{liga} \quad (5)$$

A relação entre as frações de fases α e γ é simplesmente:

$$f_{cpe}^{\alpha} + f_{cpe}^{\gamma} = 1 \quad (6)$$

Cálculos de CPE indicam que a maior parte do carbono deve particionar, possibilitando uma austenita com teores altos de carbono. O equilíbrio metaestável entre a ferrita e a austenita somente seria impedido se o equilíbrio mais estável entre ferrita e carboneto puder ser alcançado. Qualquer formação efetiva de carboneto “consome” carbono, uma vez que esses

átomos de carbono não estão mais disponíveis para enriquecer a austenita. Portanto é necessário controlar o processo de precipitação de carboneto que pode ocorrer durante o tratamento térmico, por meio da adição correta de silício na fundição e uso de temperaturas e tempos de austêmpera corretos. Durante a austêmpera qualquer precipitação de carboneto diminui o potencial de enriquecimento da austenita (SPEER, J. G. et al (2005)).

2.6.1. Formação da ferrita acicular

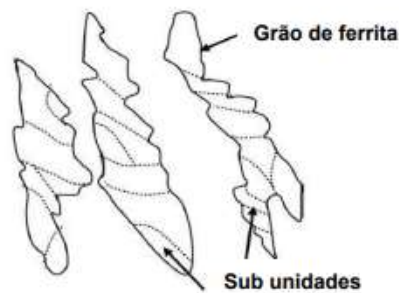
A principal diferença entre a formação da ferrita acicular e da bainita se encontra no sítio de nucleação e direção de crescimento. A bainita nucleia nos contornos de grão e cresce como um feixe de placas paralelas com a mesma direção de crescimento da austenita, permitindo a identificação ótica dos contornos de grãos da austenita original. A ferrita acicular nucleia normalmente em regiões intragranulares e seus feixes primários crescem em várias orientações não sendo possível a identificação visual dos contornos de grãos da austenita originária (MADARIAGA, I. et al, (2001)).

Considerando que as transformações bainíticas são predominantemente cisalhantes, os grãos de ferrita acicular ficam restritos aos limites dos grãos da austenita primária, uma vez que o deslocamento atômico ordenado não tem energia suficiente para ultrapassar a barreira energética dos contornos de grãos (BHADESHIA, H. K. D. (1999)). A Figura 11 mostra a ilustração de grãos irregulares de ferrita acicular que se apresentam de forma independente no interior de grãos originalmente austeníticos. Pode-se verificar, a partir da ilustração, que o grão de ferrita acicular é formado por várias subestruturas em formato de paralelogramo, o que pode ser confirmado por meio de microscopia eletrônica de transmissão, como mostrado na Figura 12.

Embora o mecanismo de formação da ferrita acicular seja cisalhante (como ocorre com a bainita), tal formação é acompanhada por uma etapa difusional. A ferrita acicular nucleia em sítios de região intergranular (por cisalhamento) e, em seguida ocorre o crescimento com a formação de núcleos. A ferrita acicular inicia a nucleação em sítios da região intragranular da austenita por meio de transformação de cisalhamento, sem secundários, a partir da interface da ferrita inicialmente formada. Como ela se forma em temperatura relativamente elevada, os átomos de carbono migram da ferrita acicular formada para a austenita remanescente, a fim de

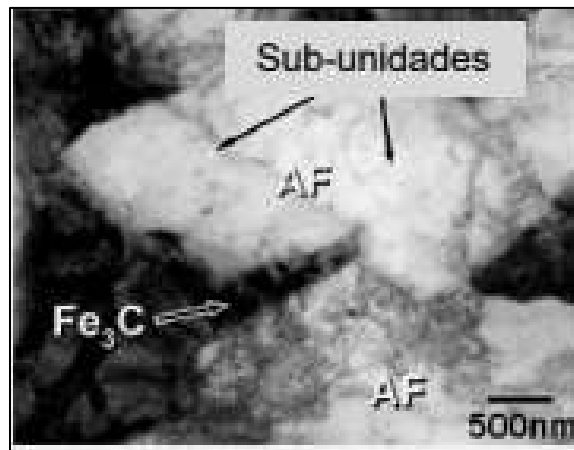
manter o equilíbrio da composição. Finalmente a reação é interrompida quando a austenita enriquecida atinge o seu equilíbrio para a temperatura na qual está ocorrendo a reação. A transformação da ferrita acicular, portanto, apresenta o fenômeno da reação incompleta, típico da reação bainítica. (BHADESHIA, 2001)

Figura 11 – Grãos de ferrita acicular e suas subunidades.



Fonte: KIM, Y. M. et al, (2008)

Figura 12 - Micrografia mostrando a ferrita acicular, em um aço, no estágio inicial de sua formação durante tratamento isotérmico.



Fonte: KIM, Y. M. et al, (2008)

A seguir são apresentadas as principais variáveis que influenciam na formação do ADI.

2.6.1.1. *Influência da composição química*

A composição química básica do ADI difere muito pouco da composição química um ferro fundido nodular convencional. Alguns elementos, tais como o cobre, níquel, manganês e molibdênio são adicionados ao ferro fundido para aumentar a sua austemperabilidade, ou seja, permitir que em peças de maior espessura seja possível a obtenção da ausferrita, sem a formação de perlita.

A seguir são apresentados, resumidamente, os principais elementos de liga utilizados, e seus efeitos no ADI:

a) Carbono – Conforme já descrito, o carbono é o principal elemento do ADI. É o elemento que “enriquece” a austenita durante a austenitização e particiona da ferrita para austenita para formar o ADI. Deve ser controlado dentro da faixa de 3,6-3,8%. Teores de carbono acima de 4% reduzem a dureza e o alongamento do ADI, principalmente devido ao favorecimento da formação de austenita retida metaestável (ELLIOT, R. (1988); JANOWAK, J. F. e GUNDLACK, R. B. (1983); KOVACS, B. V. (1990)).

A formação da microestrutura durante o patamar isotérico depende do teor de carbono da austenita. Quanto menor for o teor de carbono dissolvido na austenita maior será a força motriz para iniciar o estágio I da austêmpera. Portanto, temperaturas de austenitização mais baixas, que solubilizam menos carbono na austenita, promovem na austêmpera maior nucleação de ferrita, resultando numa ausferrita mais fina e homogênea. Por outro lado, se a temperatura de austenitização não for suficiente para saturar a austenita, haverá a formação de martensita junto à ausferrita, comprometendo as propriedades mecânicas do ADI (JANOWAK, J. F. e GUNDLACK J. R. (1983) e KOVACS, B. V. (1990)).

Caso a temperatura de austenitização seja muito elevada, a austenita poderá solubilizar mais carbono a ponto de manter a austenita estabilizada por um tempo maior. Haverá então uma redução da força motriz para o início do estágio I e a nucleação da ferrita será menor. Como resultado, obtém-se uma ausferrita com agulhas de ferrita mais espessas e de maior comprimento e ilhas de austenita retida (ELLIOT, R. (1988); JANOWAK, J. F. e GUNDLACK, R. B. (1983); KOVACS, B. V. (1990) e KOVACS, B. V. (1986)).

b) Silício - É um dos mais importantes elementos de liga dos ADI. Deve ser controlado dentro da faixa de 2,4 - 2,8%. É responsável pela formação da grafita, reduz a solubilidade do carbono na austenita, aumenta a temperatura do eutetóide e inibe a formação de carboneto durante a

reação de austêmpera. Quando se aumenta o teor de silício aumenta a energia de impacto e diminui a temperatura de transição dúctil-frágil. (KOVACS, B. V. (1986)).

c) Manganês - Aumenta a austemperabilidade do ADI, porém, durante a solidificação segrega para o contorno das células eutéticas, formando carbonetos e retardando a reação de austêmpera. Como consequência, especialmente se o ferro fundido apresentar baixo número de nódulos de grafita ou seção maior que 19 mm, poderá haver elevada contração, além da presença de carbonetos e austenita não estabilizada. O teor de manganês não deve passar de 0,3% (JANOWAK, J. F. e GUNDLACK, R. B. (1983); KOVACS, B. V. (1990) e KOVACS, B. V. (1986)).

d) Cobre - Até 0,8% pode ser adicionado ao ADI para aumentar a austemperabilidade. Acima disso, a sua segregação para as regiões próximas aos nódulos de grafita dificultam a difusão do carbono durante a austêmpera. Este elemento tem efeito de aumentar a ductilidade do ADI em temperaturas de austêmpera abaixo de 350⁰C (JANOWAK, J. F. e GUNDLACK, R. B. (1983); e KOVACS, B. V. (1986)).

e) Níquel - Até 2% pode ser utilizado para aumentar a austemperabilidade do ADI. Para temperaturas de austêmpera abaixo de 350⁰C o níquel promove redução da resistência a tração e aumenta a ductilidade e tenacidade à fratura do ADI (CARMO, D. J. 2003; KEOUGH, J. R. (2002)).

f) Molibdênio – É o elemento mais eficaz para aumentar a austemperabilidade do ADI, utilizado em peças mais espessas. Porém, quando adicionado acima de 0,2% segrega para os limites das células eutéticas, aumentando a resistência a tração e reduzindo a ductilidade (KEOUGH, 1998; CARMO, D. J. 2003; KEOUGH, J. R. (2002)).

g) Fósforo – É um elemento que forma carbonetos eutéticos frágeis, reduzindo a tenacidade.

h) Enxofre - É um elemento que reduz o ponto de fusão eutética da liga, formando entre os nódulos de grafita uma fina casca, aumentando a probabilidade de o fundido desenvolver fissuras e trincas. Além disso, gera sulfetos de magnésio no processo de nodularização, consumindo magnésio, reduzindo a nodularização da grafita e promovendo o aparecimento de escórias no ferro fundido (CARMO, D. J. (2003)).

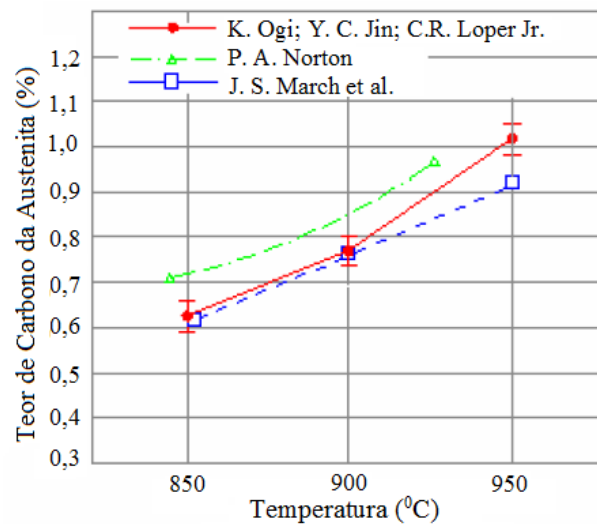
A adição de pequenas quantidades de cobre, níquel e molibdênio ao ferro fundido pode aumentar o refinamento de grão e a austemperabilidade do ferro fundido. No entanto, o excesso pode segregar para os contornos de grão, formando carbonetos e aumentando a tendência à retração do ferro fundido (WENBANG, et al (2012)).

2.6.2. Influência da temperatura de austenitização

A solubilidade do carbono na austenita está diretamente ligada a temperatura de austenitização e a composição do ferro fundido.

Na Figura 13 relaciona a temperatura de austenitização com o teor de carbono em equilíbrio na austenita. Observa-se que temperaturas de austenitização entre 850 °C e 950 °C produzem austenita com concentração de carbono que variam de 0,6 a 1,0%.

Figura 13 - Variação do teor de carbono na austenita para diferentes temperaturas de austenitização.



Fonte: OGI, K. et al (1988).

O principal fator que afeta a solubilidade do carbono na austenita é a presença de elementos de liga, tais como o silício, manganês e molibdênio. Ao serem adicionados ao ferro fundido, estes interferem aumentando ou reduzindo a temperatura de austenitização

As Equações 7 e 8 foram desenvolvidas no sentido de determinar a concentração de carbono em equilíbrio na austenita, considerando a temperatura de austenitização e a composição química (VOIGT (1984) Apud (ERDOGAN, et al (2007))).

$$C^{\circ}\gamma = (T\gamma / 420) - 0,17 (\% \text{ Si}) - 0,95 \quad (7)$$

$$C^{\circ}\gamma = - 0,435 + 0,335 \times 10^{-3} T\gamma + 1,61 \times 10^{-6} (T\gamma)^2 + 0,006 (\% \text{ Mn}) \\ - 0,11(\% \text{ Si}) - 0,07 (\% \text{ Ni}) + 0,014 (\% \text{ Cu}) - 0,3 (\% \text{ Mo}) \quad (8)$$

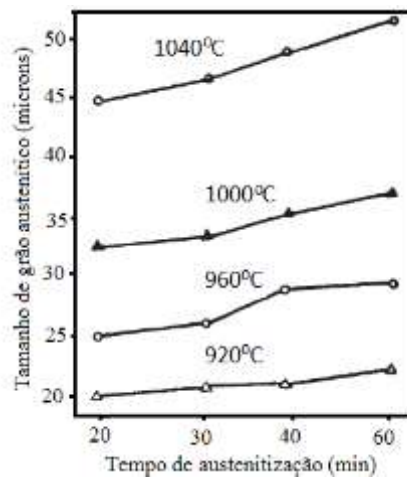
Onde:

C^γ : Concentração de carbono na austenita

T_γ : Temperatura de austenitização

Com o aumento da temperatura de austenitização ocorre ainda o aumento do tamanho de grão austenítico. A Figura 14, mostra que o tamanho de grão é afetado pela temperatura e pelo tempo de austenitização.

Figura 14 – Efeito da temperatura e do tempo de austenitização no tamanho de grão austenítico.



Fonte: HERFURT, K. 2003.

Observa-se que o incremento do tamanho de grão, devido ao aumento de temperatura, é maior do que o incremento do tamanho de grão com o tempo a uma mesma temperatura. Para temperatura de austenitização de 920 °C, o tamanho de grão é pouco afetado com o tempo. Para temperaturas de 960 °C, 1000 °C e 1040 °C, o tamanho de grão aumenta de forma mais acentuada com o tempo. Segundo HERFURT, K. 2003, é preferível trabalhar com temperatura de austenitização mais baixa (em torno de 92 0°C) por um tempo maior do que optar por temperaturas de austenitização mais elevadas, levando o ferro fundido, após o tratamento térmico, não atingir as propriedades desejadas.

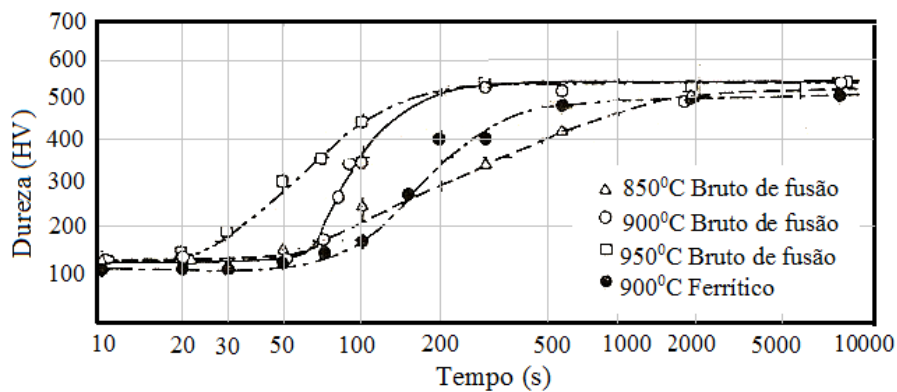
2.6.3. Influência do tempo de austenitização

A transformação de fase durante a austenitização ocorre por nucleação e crescimento. A austenita nucleia nas interfaces ferrita/cementita e ferrita/grafita. O crescimento dos núcleos depende da difusão do carbono na austenita e é influenciado pela distância de difusão e pela presença de elementos de liga.

Em relação à distância de difusão, tanto a nucleação quanto o crescimento da austenita ocorre mais rapidamente em matriz perlítica do que em matriz ferrítica. Na matriz perlítica as distâncias de difusão são as lamelas de cementita, enquanto na matriz ferrítica as distâncias de difusão são os nódulos de grafita (BAYATI, H. et al (1995)).

A Figura 15 apresenta o efeito da matriz no tempo de austenitização para ocorrer a saturação de carbono na austenita.

Figura 15 - Influência da temperatura de austenitização, da matriz e do tempo de austenitização na microdureza Vickers.

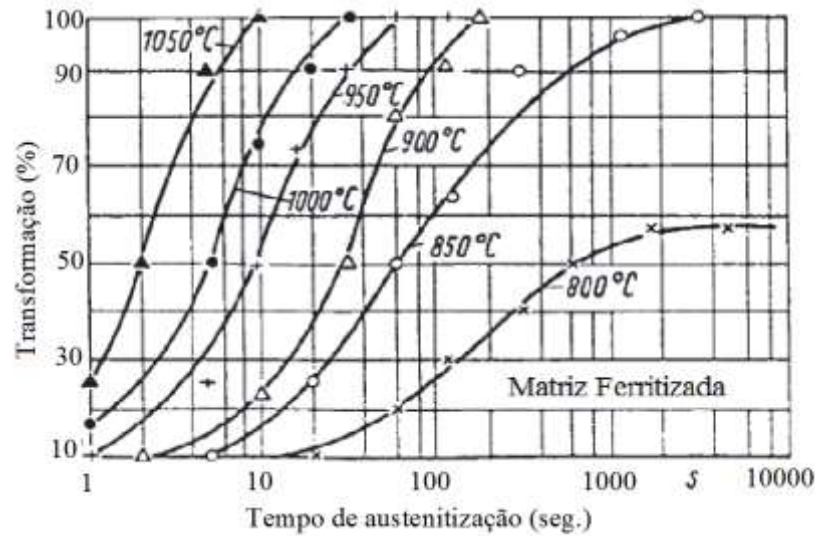


Fonte: OGI, K. et al. (1988).

No experimento da Figura 15, o patamar isotérmico de austenitização foi interrompido por têmpera em água. Assim, a dureza retrata uma medida indireta do teor de carbono presente na matriz no momento da têmpera. Nota-se que a dureza evolui até um patamar onde se atinge o equilíbrio (maior solubilidade de carbono na austenita). As amostras com matrizes inicialmente perlíticas (ferro fundido bruto de fusão) entraram em equilíbrio em tempos mais curtos que a amostra de matriz ferrítica.

Na Figura 16 encontra-se os tempos de austenitização para que ocorra a transformação de fase, de acordo com a temperatura de austenitização.

Figura 16 – Influência da temperatura e do tempo de austenitização na formação da austenita.



Fonte: HERFURT, K. (2003).

Para temperaturas de austenitização mais altas (acima de 1000 °C) o tempo para formação da austenita é baixo, porém, ocorre o aumento do tamanho de grão. Para temperaturas de austenitização mais baixas o tempo para que ocorra a transformação de fase pode ser demasiadamente longo e, em casos de temperaturas abaixo de 850 °C o material encontra-se na zona crítica, não havendo formação total de austenita.

2.6.4. Influência da microestrutura do ferro fundido

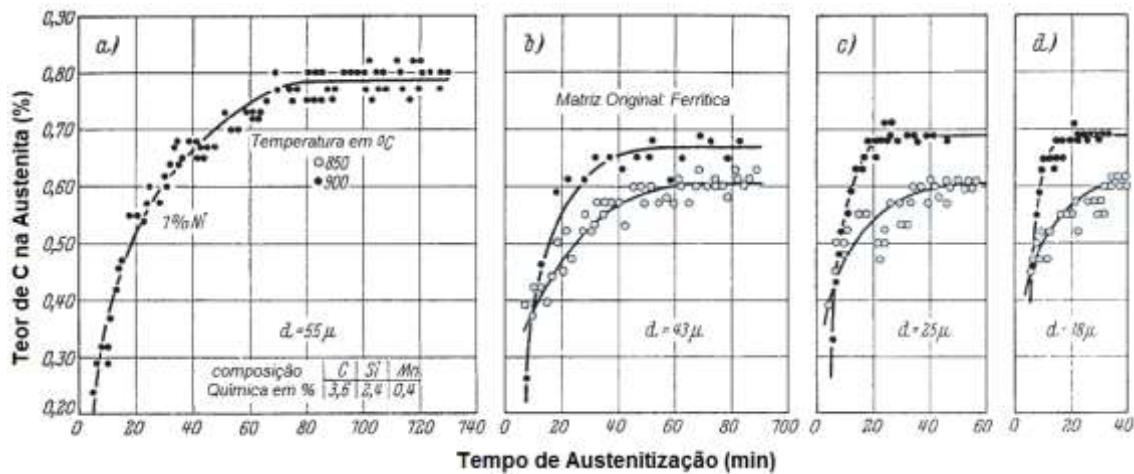
O alto desempenho do ADI depende, além das variáveis de tratamento térmico, de um ferro fundido bruto de fusão de composição química e microestrutura controlada, no que diz respeito a nodularização das grafitas, a mínima presença de carbonetos eutéticos e de defeitos de fundição.

A boa circularidade dos nódulos de grafita, assim como a redução de carbonetos e defeitos de fundição são importantes para garantir a qualidade do ADI. A flotação da grafita ocorre quando o carbono equivalente é elevado. Já as porosidades e o aparecimento de carbonetos ocorrem quando o carbono equivalente é baixo. Para evitar esses problemas recomenda-se que o teor de carbono esteja entre 3,4 e 3,5% (em massa).

Os nódulos de grafita, que chegam a compor 10% da fração volumétrica da microestrutura do ferro fundido nodular, afetam diretamente o tempo de austenitização para que ocorra o equilíbrio (saturação de carbono na austenita). Considerando uma mesma fração

volumétrica, o ferro fundido que apresenta maior número de nódulos (e por consequência de menor tamanho) possui uma menor distância entre os nódulos e, conseqüentemente, menor trajeto de difusão do carbono durante a austenitização. A Figura 17 apresenta, a partir dos estudos de HERFURT, K. (2003), que os ferros fundidos com menores diâmetros médios da grafita alcançam a saturação da austenita, para a mesma temperatura de austenitização, em tempos menores.

Figura 17 – Influência do diâmetro médio das grafitas no tempo de austenitização para saturação da austenita com carbono.



HERFURT, K. 2003

2.6.5. Influência da velocidade de resfriamento

A capacidade do ferro fundido ser resfriado desde a temperatura de austenitização até a temperatura de austêmpera, sem que passe pelo cotovelo de formação da perlita, da curva tempo, temperatura e transformação (TTT), chama-se austemperabilidade. Quanto maior for o tempo para formação da perlita (mais afastada a curva TTT) maior é a austemperabilidade do material. Os fatores que influenciam neste afastamento da curva TTT são a composição química, o diâmetro médio da peça e as temperaturas de austenitização e austêmpera empregadas.

Voigt (1984) Apud (ERDOGAN, M. e KILICLI, V., 2007) e Neumann (1965) Apud (ERDOGAN, M. e KILICLI, V., 2007) desenvolveram uma equação que correlaciona a composição química do ferro fundido, a temperatura de austêmpera (T_a) e o teor de carbono dissolvido na austenita,

para determinar o diâmetro crítico, sendo este o maior diâmetro de uma barra capaz de formar somente ausferrita durante a austêmpera, sem formação de perlita (Equação 9) (ERDOGAN, M. e KILICLI, V. (2007)).

$$D_c = 124 * C_{\gamma}^o + 27 (\% \text{ Si}) + 22 (\% \text{ Mn}) + 16 (\% \text{ Ni}) + 25 (\% \text{ Mo}) - 1,68 * 10^{-4} (T_a)^2 + 12 (\% \text{ Cu}) (\% \text{ Ni}) + 62 (\% \text{ Cu}) (\% \text{ Mo}) + 88 (\% \text{ Ni}) (\% \text{ Mo}) + 11 (\% \text{ Mn}) (\% \text{ Cu}) + 127 (\% \text{ Mn}) (\% \text{ Mo}) - 20 (\% \text{ Mn}) (\% \text{ Ni}) - 137 \quad (9)$$

Sendo:

D_c – Diâmetro crítico da peça

C_{γ}^o – Concentração de carbono na austenita

T_a – Temperatura de austêmpera

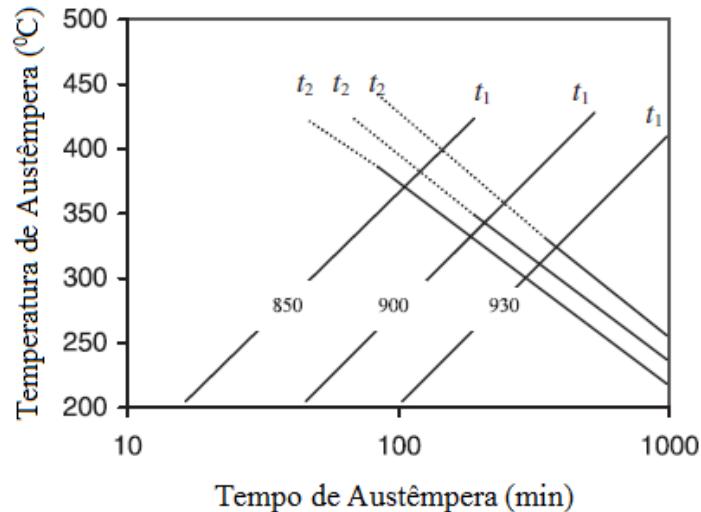
Quando se aumenta a temperatura de austenitização aumenta-se o teor de carbono em solução na austenita. Uma vez que a austenita está com maior teor de carbono em solução, a energia livre de Gibbs para o início da reação é menor e, maior será o tempo para que inicie a nucleação e crescimento da ferrita. Portanto, o aumento da temperatura de austenitização aumenta a austemperabilidade do ferro fundido.

2.6.6 – Influência da temperatura de austêmpera

Durante a janela de processo é que o ADI possui as melhores combinações de propriedades mecânicas. Esta pode variar com a temperatura de austenitização utilizada e com a composição química do ferro fundido.

A Figura 18 mostra, de forma esquemática, os tempos do final do estágio I (t_1) e o início do estágio II (t_2), ou seja, a janela de processo, para várias temperaturas de austêmpera e de austenitização (850 °C, 900 °C e 930 °C). Observa-se que o aumento da temperatura de austêmpera provoca o aumento do tempo do final do estágio I (t_1) e uma diminuição do tempo de início do estágio II, ou seja, o aumento da temperatura de austêmpera resulta numa redução de tempo da janela de processo.

Figura 18 - Deslocamento da janela de processo com a variação da temperatura de austêmpera e da temperatura de austenitização.

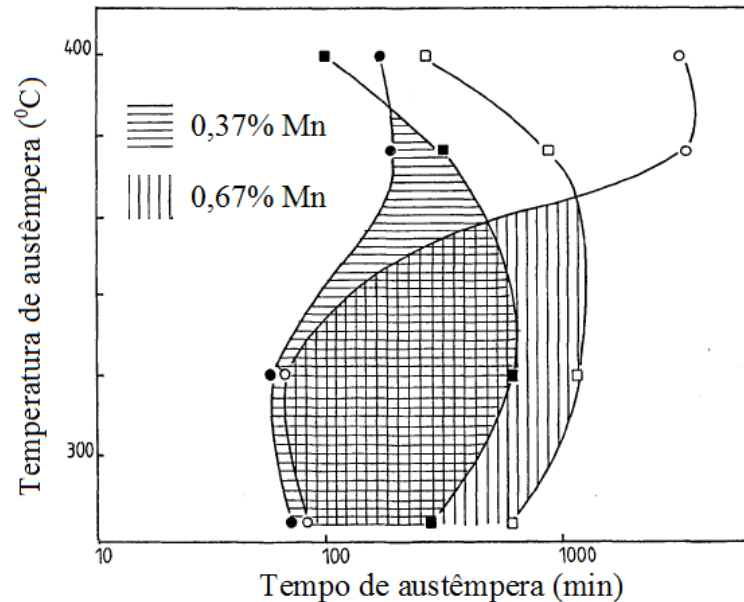


Fonte: BOSNJAK, B. et al (2004).

As linhas mostram ainda que um aumento na temperatura de austenitização provoca um aumento do tempo t_1 (final do estágio I) e de t_2 (início do estágio II), deslocando a janela de processos para a direita. Este atraso promovido na janela de processo é devido a maior saturação de carbono na austenita durante a austenitização em temperaturas mais elevadas. Sendo assim, a força motriz para o início da reação é menor.

Outro fator que afeta os tempos entre t_1 e t_2 (janela de processo) é a presença de elementos de liga. De modo geral os elementos de liga também atrasam a janela de processos. Por exemplo, se o manganês for aumentado de 0,37% para 0,67% (em massa), num ferro fundido austenitizado a 920 °C por 120 minutos haverá um deslocamento relativamente grande da janela de processos para a direita, conforme mostra a Figura 19.

Figura 19 - Variação da janela de processo em dois ferros fundidos, com 0,37 e 0,67% de manganês, austenitizados a 920 °C por 120 minutos.

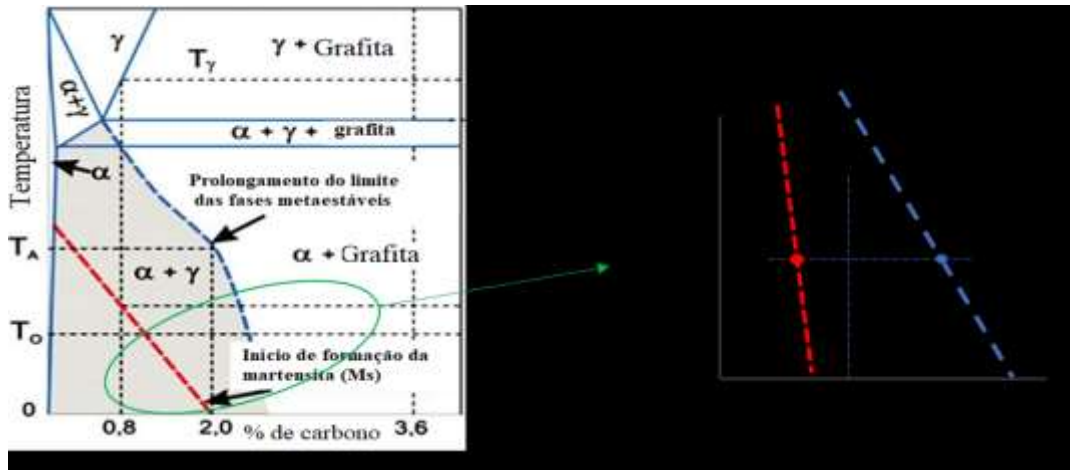


Fonte: HAMID, A. e ELLIOT, R. (1996).

Observa-se ainda na Figura 19 que o ponto de intersecção das curvas de início e final da janela de processo também é reduzido em função do aumento no teor de manganês.

A temperatura de austêmpera influencia ainda na fração volumétrica de austenita retida durante o período de austêmpera, assim como no teor de carbono na austenita. A Figura 20 mostra que durante o período de austêmpera as composições da ferrita e austenita acompanham o prolongamento das linhas de solubilidade do campo ($\alpha + \gamma$). Portanto, quando se aumenta a temperatura de austêmpera há uma elevação da linha $a - c - b$. Os pontos a e b se deslocam para a esquerda, enquanto o ponto c não se altera. Aplicando-se a regra da alavanca observa-se que o aumento da temperatura de austêmpera aumenta a fração volumétrica da austenita e reduz o teor de carbono dela.

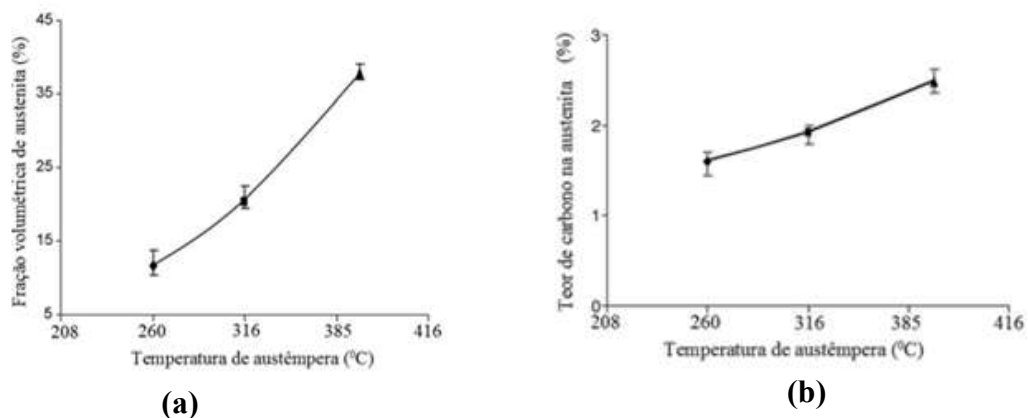
Figura 20 – Valores de saturação de carbono na austenita e na ferrita, em função das temperaturas de austêmpera.



Fonte: Adaptado KUTSOV, A. et al (1999).

Os estudos de PUTATUNDA, S. K e YANG, J. (2006), mostram o contrário do observado na Figura 20. Quando se aumenta a temperatura de austêmpera, aumenta-se a fração volumétrica de austenita e também o teor de carbono na mesma, conforme mostra a Figura 21 (a) e (b).

Figura 21 - (a) Variação da fração volumétrica de austenita com a temperatura de austêmpera; (b) Variação do teor de carbono na austenita com a temperatura de austêmpera.



Fonte: PUTATUNDA, S. K. et al (2006).

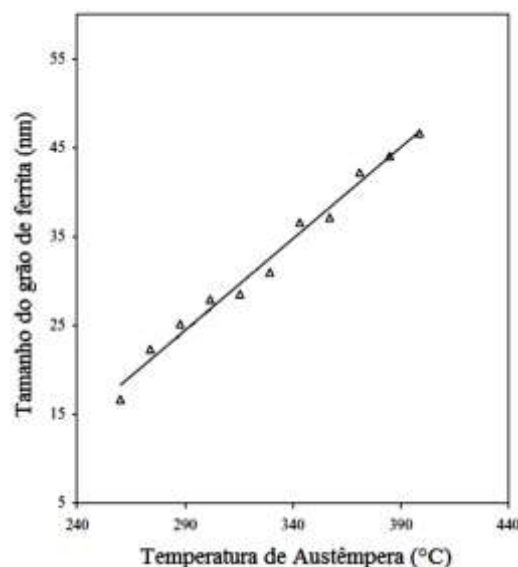
Observa-se a partir da Figura 21 que o aumento da temperatura de austêmpera de 260 até 385 °C resulta num incremento de 12 para 38% de austenita (a), enquanto para a mesma condição o teor de carbono sobe de aproximadamente 1,7 para 2,3% de carbono (b).

Alguns autores como DARWISH, N. e ELLIOT, R. (1993) e RUNDMAN, K. B. et al (1987), argumentam que em temperaturas de austêmpera mais baixas existem formação de cementita juntamente com a formação da ausferrita no estágio I da reação de austêmpera. Assim sendo, parte do carbono que estaria dissolvido na austenita é utilizado para a formação da cementita. Na medida que se aumenta a temperatura de austêmpera reduz-se a formação da cementita e o teor de carbono em solução tende a aumentar (conforme Figura 20). Para temperaturas de austêmpera superiores a 350 °C já se percebe o decaimento do teor de carbono em solução na austenita.

O aumento da porcentagem de austenita após a austêmpera em temperaturas mais elevadas (acima de 350 °C), assim como o atraso no final do estágio I da austêmpera, faz com que a microestrutura obtida a essas temperaturas tenha um aspecto mais grosseiro. A exemplo do que ocorre nos aços, onde a bainita formada durante a austêmpera recebem a denominação de superior ou inferior, nos ferros fundidos esta denominação também é usual. Ausferrita superior é aquela formada em temperaturas mais elevadas (acima de 350 °C), onde a microestrutura possui além dos nódulos de grafita, somente austenita e ferrita. Ausferrita inferior é aquela formada em temperaturas mais baixas (abaixo de 350 °C), onde além da austenita e da ferrita já ocorre também a formação de cementita.

A Figura 22 apresenta, a partir do estudo de PUTATUNDA, S. K. e YANG, J. (2004), a influência da temperatura de austêmpera no tamanho das ripas de ferrita.

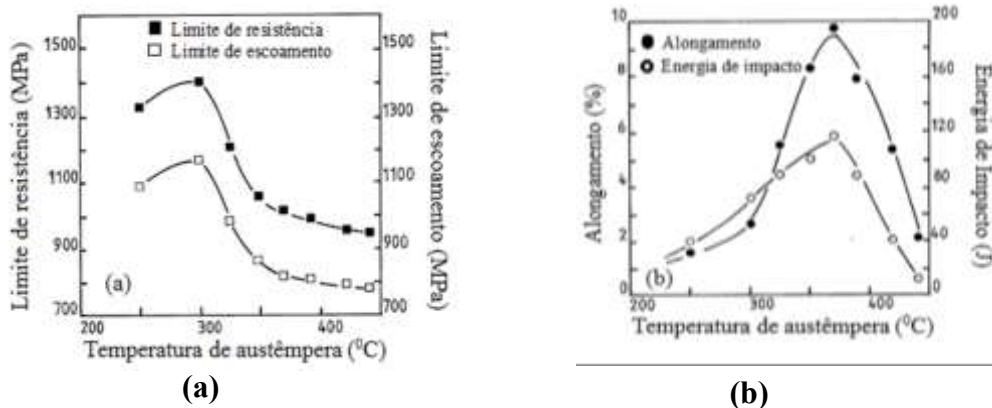
Figura 22 – Influência da temperatura de austêmpera no tamanho das ripas de ferrita



Fonte: Adaptado PUTATUNDA, S. K. e YANG, J. (2004).

Este aumento do tamanho no tamanho das ripas de ferrita e da quantidade de austenita, que ocorre com o aumento da temperatura de austêmpera, interfere diretamente nas propriedades mecânicas do ADI. Ausferrita mais refinada proporciona menores valores de alongamento e resistência ao impacto e maiores valores de limites de resistência e escoamento, conforme apresentado na Figura 23.

Figura 23 - (a) Relação entre os limites de resistência e escoamento com a temperatura de austêmpera; (b) Relação entre o alongamento e a resistência ao impacto com a temperatura de austêmpera.



Fonte: DARWISCH, N. e ELLIOT, R. (1993).

O baixo alongamento e resistência ao impacto observado na Figura 23 (b) se deve principalmente à baixa quantidade de austenita e possivelmente pela presença de austenita não estabilizada que, durante o ensaio, transformou-se em martensita. Cabe salientar ainda que temperaturas mais baixas de austêmpera produzem uma ferrita mais saturada de carbono, portanto com o reticulado mais distorcido e, por consequência, mais tensionados. Outro fator que contribui para este comportamento é que nestas temperaturas já ocorre, simultaneamente com a formação de ausferrita, o aparecimento de cementita.

Na medida em que a temperatura de austêmpera aumenta o volume de austenita aumenta, a ferrita aumenta e ao mesmo tempo reduz o teor de carbono em solução. A austenita é totalmente estabilizada, não havendo, portanto, formação de martensita e, por fim, nestas temperaturas não ocorre formação de cementita. Por estas razões, a auferrita superior apresenta maior tenacidade e alongamento, em detrimento dos limites de resistência e escoamento, conforme observado na Figura 23 (a) e (b) (DARWISH, N. e ELLIOT, R. (1993); YAZDANI, S. e ELLIOT, R. (1999); NILI AHMADABADI, M. e FARJAMI, S. (2003)).

2.6.7. Efeito do Tempo de Austêmpera

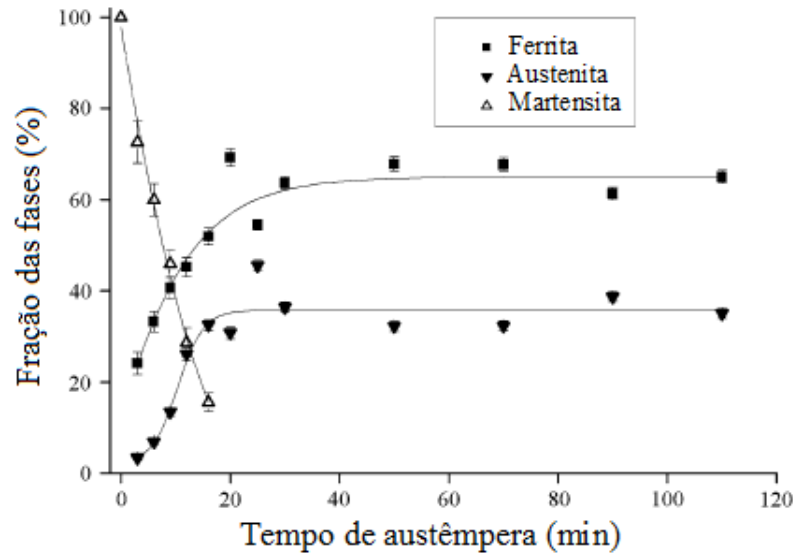
O tempo de manutenção em temperatura de austêmpera é que determina os seus estágios e os microconstituintes a serem formados. Tempos curtos são insuficientes para saturar a austenita com carbono e conseqüentemente parte da austenita não estabilizada se transforma em martensita. A austenita não estabilizada e que não se transforma em martensita durante o resfriamento poderá se transformar posteriormente, por esforços mecânicos, provocando a fragilização do material. Se o tempo de manutenção for muito longo ocorrerá o início do estágio II da transformação, ou seja, a decomposição da austenita em carbonetos (bainita), fragilizando o material. A bainita formada em ferro fundido é mais frágil que a dos aços devido ao maior teor de carbono.

Portanto, a melhor combinação de microestrutura, que oferece as melhores combinações de propriedades ao ADI, é obtida em um tempo de austêmpera suficiente para completar o primeiro estágio da reação, saturando a austenita com carbono, sem que inicie o segundo estágio, ou seja, na janela de processo (BATRA, U. et al (2004); MEYER, L. et al (2012)).

A Figura 24 apresenta a evolução da formação das fases ferrita, austenita e martensita, com o tempo de austêmpera para um ADI austenitizado a 950 °C e austemperado a 400 °C.

Observa-se na Figura 24 que a fração volumétrica da martensita reduz-se drasticamente logo nos instantes iniciais da austêmpera. Já as frações volumétricas de austenita e ferrita aumenta até atingir um patamar máximo, o que significa que o sistema se encontra no final do estágio I, ou seja, na janela de processo. A evidência de que o material alcançou estágio II da austêmpera é o decaimento da fração volumétrica de austenita e o crescimento da fração volumétrica de ferrita. No trabalho de AMRAN, Y. et al (2010), os tempos de austêmpera estudados não foram suficientes para que a reação chegasse ao estágio II.

Figura 24 - Frações das fases ferrita, austenita e martensita em função do tempo de austêmpera.



Fonte: AMRAN, Y. et al (2010).

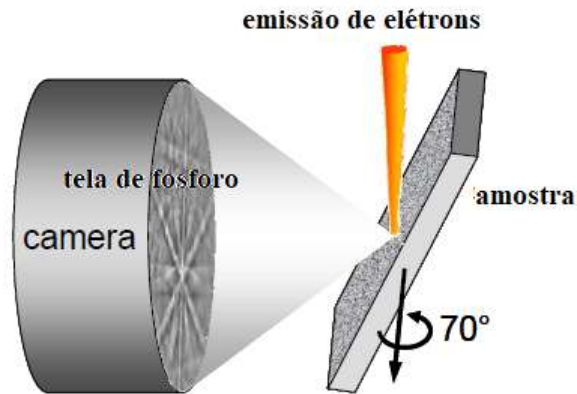
2.7. TÉCNICA DE ANÁLISE POR EBSD

A sigla EBSD vem do inglês, Electron Backscatter Diffraction - Difração de elétrons retroespalhados. Trata-se de uma técnica de caracterização microestrutural em que uma fonte de captação e análise de elétrons retroespalhados é acoplada ao microscópio eletrônico de varredura, permitindo analisar a superfície de materiais cristalinos, trazendo informações sobre a textura, tamanho de grão, identificação e quantificação de fases e a desorientação entre dois ou mais grãos (SCHWARTZ, A. J. *et al.*, (2009)).

2.7.1 O funcionamento do EBSD

A Figura 25 mostra os padrões EBSD, gerados sobre uma tela coberta com uma fina camada de fósforo, por difração retroespalhada de um feixe de elétrons de alta energia (gerado pelo próprio microscópio eletrônico de varredura) que incide sobre a superfície de uma amostra de material cristalino.

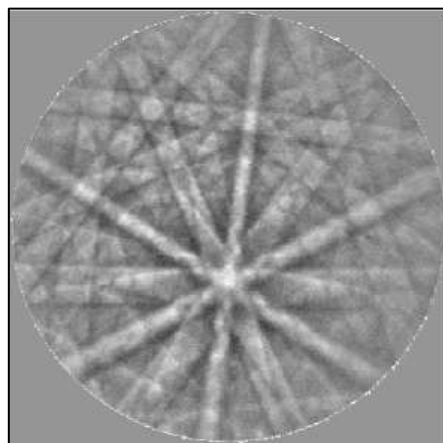
Figura 25 – Padrão de EBSD gerado sobre a tela de fósforo a partir do feixe de elétrons de alta energia.



Fonte: Burge, H. J. (1982)

O padrão de retroespalhamento, formado na tela de fósforo, é conhecido como linhas de Kikuchi. Trata-se de um arranjo regular de bandas brilhantes e paralelas sobre um fundo escuro. Este arranjo é dependente dos parâmetros de rede do cristal, do comprimento de onda do feixe de elétrons, pela orientação do cristal no espaço e pela proximidade da câmera em relação a amostra. A Figura 26 mostra um padrão de Kikuchi.

Figura 26 – Padrão de Kikuchi formado em câmera de vídeo analógica.



Fonte: Burge, H. J. (1982)

A trajetória dos elétrons difratados, para cada plano de difração, pode ser medida quando o ângulo θ satisfazer a Lei de Bragg, conforme Equação 10.

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \text{sen } \theta \quad (10)$$

Onde:

n – Ordem de reflexão

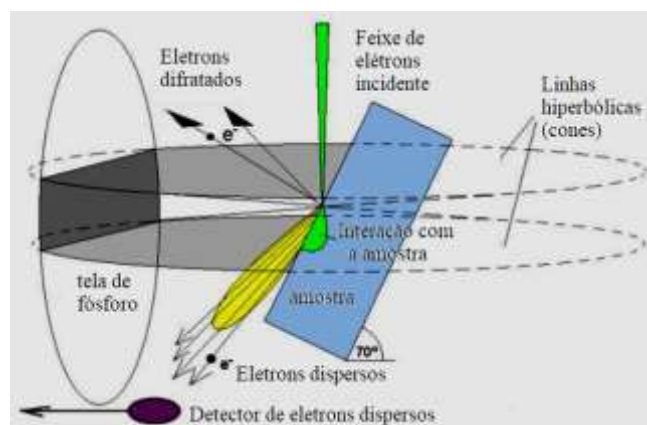
λ – Comprimento de onda do feixe de elétrons incidente

d – Distância interplanar (hkl)

θ – Ângulo de Bragg

Quando o feixe de elétrons atinge os planos do cristal da amostra, satisfazendo a Equação 6, surgem os padrões de Kikuchi na tela de fósforo. Os limites para as bandas deste padrão são duas linhas hiperbólicas (ou cônicas), conforme mostra a Figura 27.

Figura 27 – Esquema mostrando a formação das linhas hiperbólicas.

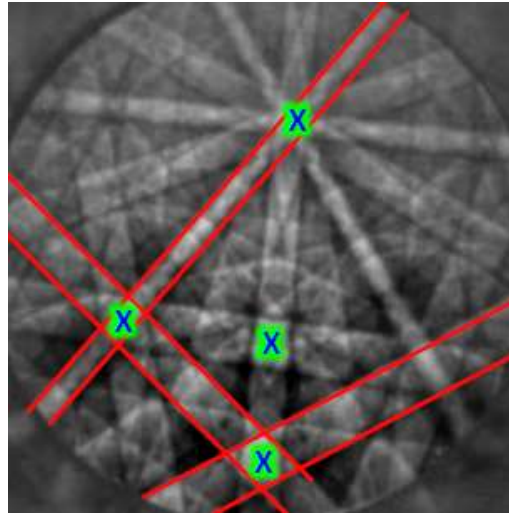


Fonte: Burge, H. J. (1982)

Próximo ao centro da imagem estas linhas hiperbólicas se apresentam como retas, devido ao seu grande ângulo de abertura. Ao serem observadas mais distantes do centro do padrão a forma hiperbólica ainda pode ser vista, conforme mostra a Figura 28.

Sob esta ótica é que são conhecidas como linhas de Kikuchi. Quando várias ordens de difração são significativas, várias bandas serão visíveis, sendo cada uma representativa de um plano de difração. Quanto maior a quantidade de bandas a serem reconhecidas na amostra, melhor é a confiabilidade da futura indexação (GRAJALES, D. H. M. (2010)).

Figura 28 – Esquema mostrando a formação das linhas de Kikuchi.



Fonte: Burge, H. J. (1982)

O esquema apresentado na Figura 28 mostra a tela de fosforo paralela ao feixe de elétrons incidente. Esta tela pode ser rotacionada em 20 graus a partir deste plano, em qualquer direção. A Figura mostra também que a amostra é posicionada a 70° em relação ao horizonte. Neste ângulo reduz o percurso dos elétrons retroespalhados e diminui a fração de elétrons absorvidos na amostra, ou seja, aumenta a interação do feixe de elétrons com a amostra. A imagem gerada no microscópio eletrônico de varredura serve como ponto de partida para a análise.

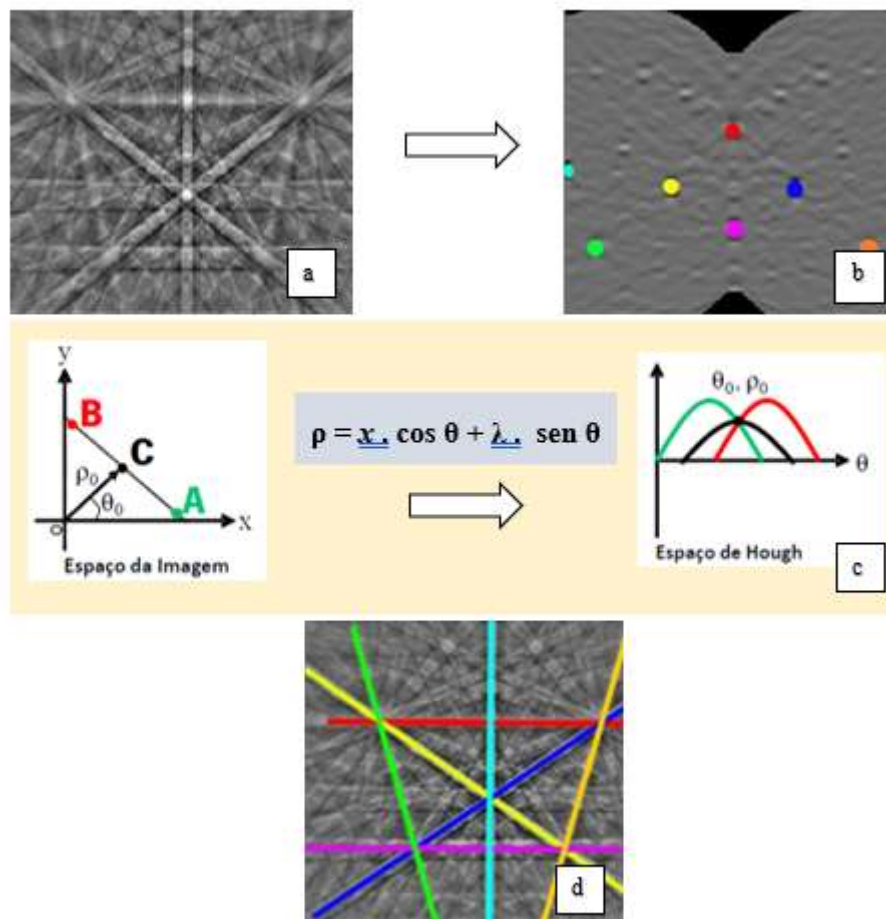
Uma vez obtidas as bandas do padrão de Kikuchi é necessário que seja feita a indexação. Esta indexação é feita a partir da comparação das medidas dos ângulos interplanares (que são os ângulos formados entre as bandas do padrão Kikuchi) e os espaçamentos interplanares (largura das bandas do padrão de Kikuchi). Porém, o software necessita selecionar as posições das bandas que serão analisadas e, para tanto, transforma as coordenadas x e y dos padrões de difração em posições das bandas de Kikuchi. Esta transformação é chamada de transformada de Hough (SCHWARTZ A. J. et al., 2009).

A Figura 29 mostra o esquema de indexação das bandas de Kikuchi usando a transformações de Hough. (a) e (b) mostram os pontos onde se encontram os eixos de interseção dos planos, (c) mostra como se aplica a transformação por uma equação simplificada, e (d) mostra as posições conhecidas (ρ, θ) das bandas de Kikuchi (OXFORD INSTRUMENTS PLC, 2014).

Uma vez conhecidos os valores de (ρ, θ) para cada banda de Kikuchi, o *software* compara automaticamente com uma tabela de ângulos teóricos dos planos difratores do sistema cristalino

em questão, e por meio de uma metodologia de votação, indexa-se as bandas mais prováveis como índices de Miller (hkl) (OXFORD INSTRUMENTS PLC, 2014).

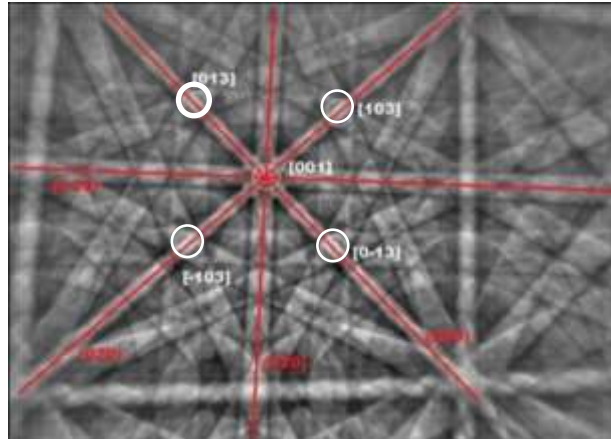
Figura 29 – Esquema de indexação das bandas de Kikuchi usando a transformações de Hough.



Fonte: Adaptado OXFORD INSTRUMENTS (2014) e GARCIA, C. B. et al., (2012).

A Figura 30 mostra a indexação de bandas de Kikuchi já com os índices de Miller do plano do cristal que o gerou (vermelho), e os eixos de interseções dos planos indexados como direções do cristal (círculo branco-eixo de zonas).

Figura 30 – Representação das bandas de Kikuchi rotuladas com índices de Miller

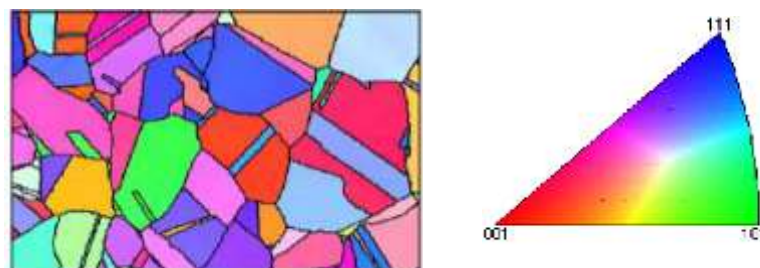


Fonte: Adaptado OXFORD INSTRUMENTS, 2014.

2.7.2. Mapa de distribuição e orientação cristalográfica

O método mais conhecido para analisar e compreender os dados gerados pelo EBSD é o mapa de distribuição de orientação cristalográfica OIM (*Orientation Imaging Microscopy*) que apresenta através de um mapa cristalográfico a textura da superfície analisada, sempre acompanhada da Figura de Polo Inversa (do inglês IPF - Inverse Pole Figures). A Figura 31 mostra um mapa de distribuição de orientação cristalográfica (OIM) com a Figura de polo inversa.

Figura 31 – Mapa de distribuição cristalográfica (OIM) de um aço inoxidável austenítico.



Fonte: Adaptado GRAJALES, D. H. M. (2010).

A orientação dos grãos representados pelas cores da figura de polo inversa é representada em relação à superfície da amostra (chamada de IPF ND – normal da superfície).

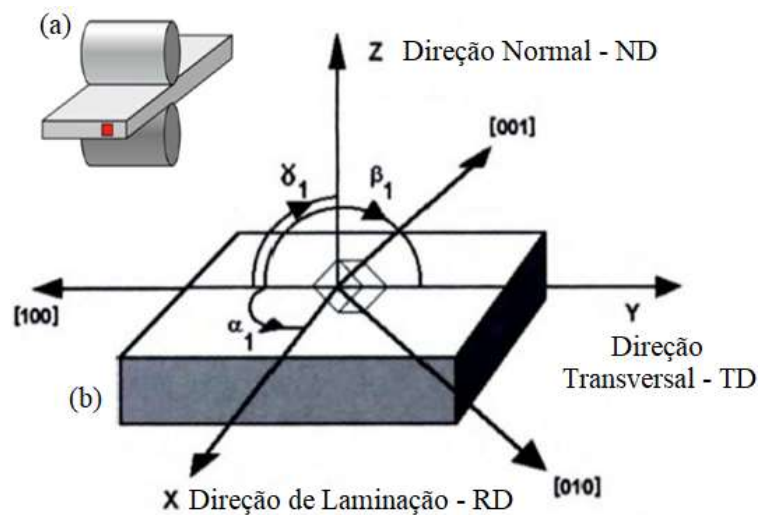
Portanto, como exemplo, um grão que se encontra com a cor vermelha no vértice 001 do IFP, está com a estrutura cúbica cristalina posicionada paralelamente a superfície da amostra.

A identificação dos polos do IPF pode ser avaliada como os planos das famílias $\{001\}$, $\{101\}$ e $\{111\}$, ou também, como as famílias das direções $\langle 001 \rangle$, $\langle 101 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$. Para os cristais com simetria cúbica as direções são ortogonais aos planos.

O sistema EBSD usa no seu sistema de referências, o exemplo de uma amostra fabricada por laminação, considerando 3 eixos ortogonais segundo as direções, conforme mostra a Figura 32.

Além dos mapas de cores, a demonstração da orientação da amostra, via EBSD, pode ser realizada utilizando os ângulos de Euler e pelas figuras de polo.

Figura 32 – Sistema de referência para análise via EBSD.



Fonte: Adaptado GARCIA, C. B. et al., 2012.

2.7.3. Textura cristalográfica

A textura cristalográfica é definida como a distribuição das orientações cristalográficas dentro de determinado volume de material. As orientações e a intensidade da textura variam de acordo com composição, temperatura, tipo de conformação, tamanho de grão, entre outros, durante a transformação do material.

Em um material cristalino, a textura é descrita pela função da distribuição de orientações (FDO ou ODF). Esta função descreve o quanto é provável encontrar determinada orientação em determinada região do material em relação a um sistema de coordenadas usado como

referência, definida pela Equação 11 (CULLITY, B. D.; STOCK, S. R (2001), RANDLE, E.; ENGLER, O. (2000)).

$$f(g) = dV(g) / V \quad (11)$$

Onde:

g é uma orientação cristalina;

V é o volume total de interesse;

$dV(g)$ é o volume de uma específica gama de orientações dg em torno de g .

A obtenção de uma orientação (g), necessita de um sistema de coordenadas para a amostra

Para se definir a orientação g , utiliza-se de um sistema de coordenadas para a amostra (K_A) e outro sistema de coordenadas para o material, K_B , conforme mostra a Figura 33.

Figura 33 – Sistema coordenado da amostra (K_A) e sistema coordenado do cristal (K_B)



Fonte: Adaptado GALEGO, E. (2004).

Assim, define-se textura, onde a orientação cristalina (g) é a rotação necessária para levar o sistema de coordenada K_A para o sistema de coordenada K_B . O raciocínio segue a Equação 12.

$$K_B = g \cdot K_A \quad (12)$$

Sendo g a rotação necessária para que os sistemas de coordenadas da amostra e do cristal passem a ser coincidentes.

Existe várias maneiras de identificar a orientação (g), entre as quais se destacam pela rotação do eixo e ângulo, pelos índices de duas direções cristalográficas paralelas a direções escolhidas como referência na amostra e pelos índices de Miller.

Quando um material não apresenta orientação preferencial, ou seja, os cristais estão distribuídos aleatoriamente, a textura é definida pela Equação 13.

$$f(g) = 1 \quad (13)$$

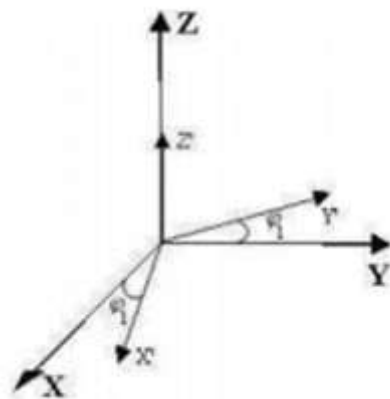
A ODF - função distribuição de orientação $f(g)$ representa uma textura. Ela é quantificada por múltiplos da $f(g)$ aleatória. Portanto a ODF expressa a probabilidade de encontrar determinadas orientações g em uma amostra. Por exemplo, quando se tem intensidade dois em determinada orientação, diz-se que esta orientação é duas vezes mais provável de ser verificada na amostra do que a aleatoriedade. A unidade utilizada para indicar a intensidade de cada orientação é a TR, que significa Times Random.

Na ODF, a orientação de um cristal pode ser definida segundo ângulos, denominados ângulos de Euler, os quais constituem três rotações consecutivas, que aplicadas aos eixos [100], [010] e [001] da célula unitária, que tornam os mesmos coincidentes com os eixos DL, DT e DN de uma chapa laminada, ou seja, relacionam os eixos macroscópicos do material com os eixos da célula do cristal. (VIANA, 2001).

Os ângulos de Euler (ϕ_1 , ϕ , ϕ_2) são definidos da seguinte forma:

1^o - Rotação de ϕ_1 em torno de Z' , conforme mostra a Figura 34.

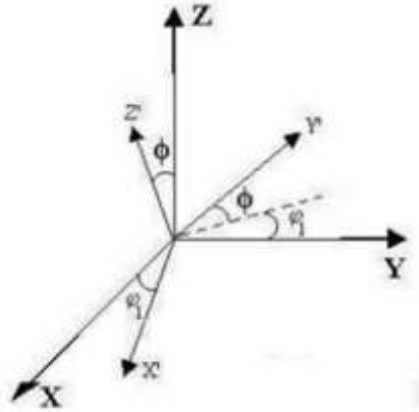
Figura 34 – Ângulo de Euler. Rotação do ângulo ϕ_1 em torno do eixo Z' .



Fonte: Adaptado SOUZA, J. C. (2008).

2^o - Rotação de ϕ em torno de X' , conforme mostra a Figura 35.

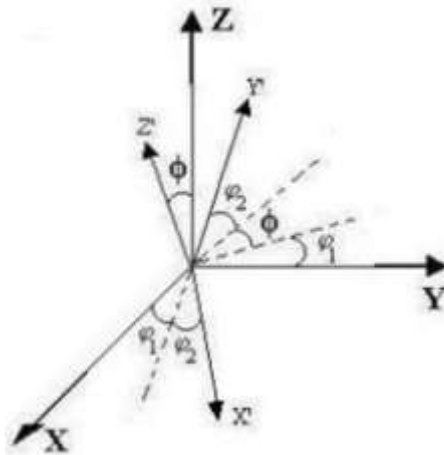
Figura 35 – Ângulo de Euler. Rotação do ângulo ϕ em torno do eixo X' .



Fonte: Adaptado SOUZA, J. C. (2008).

3^o - Rotação de ϕ_2 em torno de Z' , conforme mostra a Figura 36.

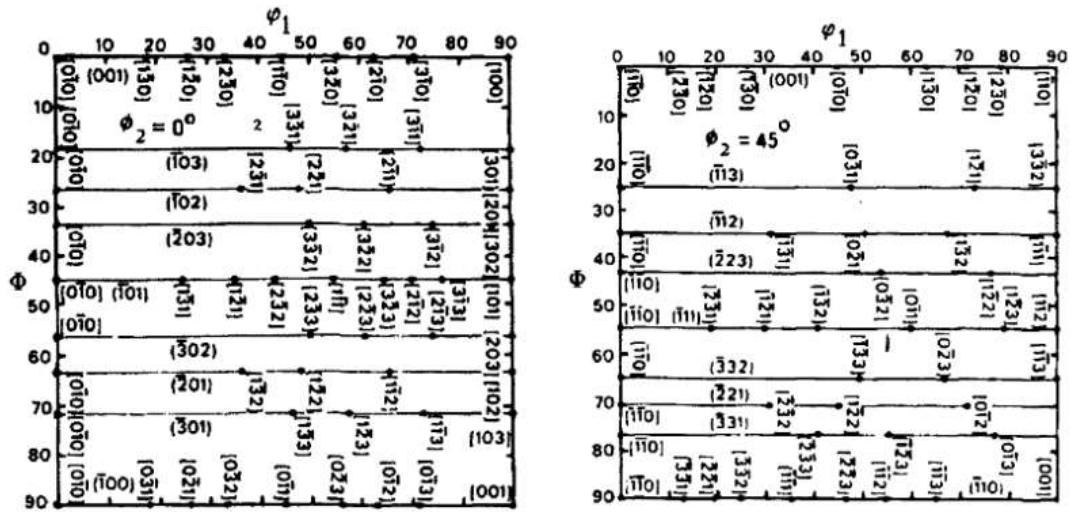
Figura 36 – Ângulo de Euler. Rotação do ângulo ϕ_2 em torno de Z' .



Fonte: Adaptado SOUZA, J. C. (2008).

Os ângulos de Euler podem ser expressos em coordenadas cartesianas. A função (Equação 9) e sua intensidade n podem ser desenhadas em forma de gráfico de superfície ou na forma de mapa por isolinhas em segmentos fixos, conforme mostra a Figura 37.

Figura 37 - Ábaco da localização das principais orientações no caso das seções $\phi_2=0^\circ$ e $\phi_2=45^\circ$.



Fonte: Adaptado BUNGE, H. J. (1982).

3 MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

Neste capítulo serão descritos os materiais e os métodos experimentais utilizadas no presente trabalho.

3.1. MATERIAIS

Os materiais utilizados nos experimentos foram duas ligas de ferro fundido nodular, de composições básicas, sendo que uma continha 2,27% de silício e a outra 2,64% de silício.

As duas ligas foram obtidas na mesma fusão, sendo que os ajustes nos teores de silício foram realizados no próprio forno, instantes antes do metal fundido ser vazado nos moldes. Primeiramente foi ajustada a liga para obtenção do ferro fundido com 2,27% de silício, seguido do vazamento. Na sequência o banho metálico foi ajustado, utilizando-se de liga de ferro-silício, para obtenção do ferro fundido com 2,64% de silício. O controle da composição química foi realizado por espectroscopia de emissão ótica LECO CS 230, disponibilizado pela Unisociesc.

3.2. MÉTODOS EXPERIMENTAIS

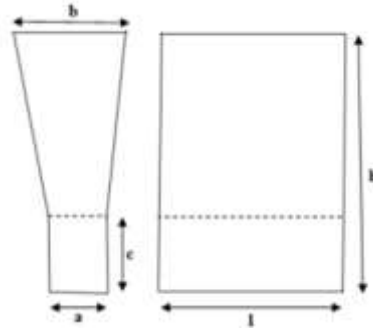
3.2.1. Fundição

Os moldes, para obtenção dos blocos Y (Figura 38), foram obtidos pelo processo de cura a frio. A fusão da liga ocorreu em um forno elétrico à indução, marca InductoTerm, com capacidade de carga de 350 Kg.

A inoculação do banho metálico foi realizada durante a transferência do metal líquido para a panela refratária, com adição da liga FeSi75 granulada. A nodularização foi realizada durante o vazamento do metal do forno para a panela refratária, com a adição da liga FeSiMg granulada.

A composição química foi determinada por espectroscopia de emissão ótica e a análise microestrutural do material bruto de fusão por microscopia ótica.

Figura 38 – Esquema do Bloco Y utilizado obtido no vazamento das ligas estudadas.



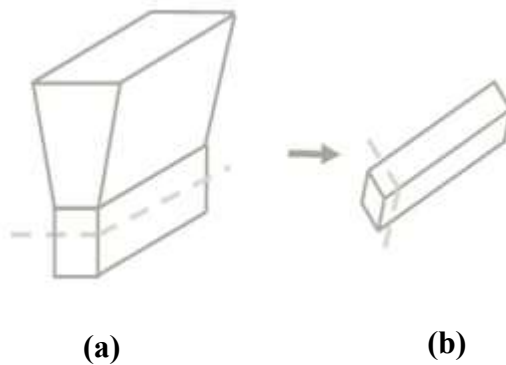
Dimensões: $a = 25 \text{ mm}$, $b = 55 \text{ mm}$; $c = 40 \text{ mm}$; $h = 140 \text{ mm}$; $l = 150 \text{ mm}$.

Fonte: NBR 6916 :1981

3.2.2. Tratamentos térmicos

Para a realização dos tratamentos térmicos foram cortados, da área útil dos blocos Y, amostras com dimensões de $10 \times 10 \times 5$ milímetros. As amostras foram retiradas por corte transversal, conforme esquema apresentado na Figura 39.

Figura 39 – Esquema mostrando a retirada das amostras dos blocos Y em ferro fundido. (a) bloco Y; (b) corte das amostras.



Fonte: O autor

Os tratamentos térmicos de austêmpera foram realizados em fornos com banhos de sais, com todas as amostras em triplicata, de acordo com as seguintes etapas.

- a) Pré-aquecimento em câmara aberta a $450 \text{ }^{\circ}\text{C}$, por duas horas;
- b) Austenitização a $910 \text{ }^{\circ}\text{C}$, por uma hora;

- c) Austêmpera a 320 °C e 370 °C, em tempos de 5; 10; 15 e 30 segundos; 1; 2; 3; 5; 15 e 30 minutos; 1, 1,5; 2, 2,5; 3; 4; 5; 9; 10; 11; 15 horas;
- d) Resfriamento em água até a temperatura ambiente.

3.2.3. Microscopia ótica (MO)

Para as análises por microscopia ótica utilizou-se um microscópio Olympus BX-51. A técnica foi utilizada para obtenção das imagens das microestruturas dos ferros fundidos brutos de fusão austemperados. A preparação metalográfica foi realizada de acordo com os métodos convencionais, envolvendo as etapas de corte, embutimento a quente em resina fenólica, lixamento (granos 320, 400, 600, 1000 e 1200), polimento com pastas de diamante de 3 e 1 µm. A revelação das microestruturas foi realizada através do ataque químico com Nital a 4%.

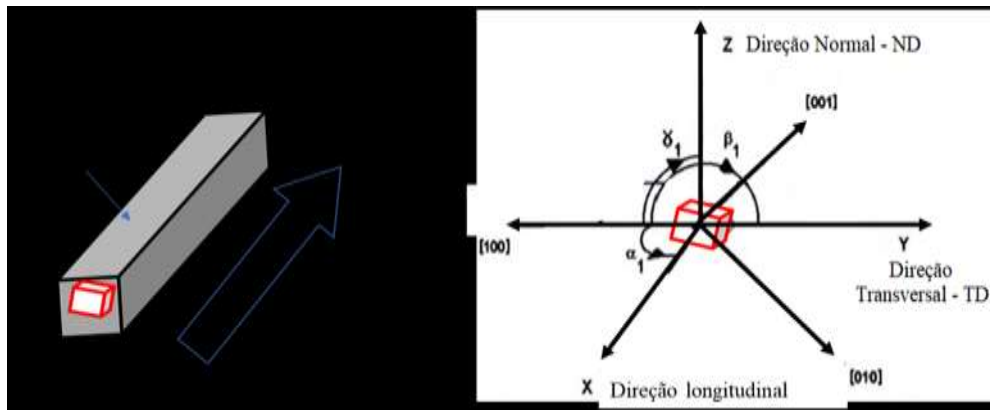
3.2.4. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para as análises por microscopia eletrônica de varredura utilizou-se um microscópio Jeol, modelo JS-6360. A preparação metalográfica seguiu os mesmos passos da microscopia ótica. O objetivo desta análise foi obter um melhor detalhamento da microestrutura, diferenciando aspectos importantes das fases presentes nas amostras.

3.2.5. EBSD

Os blocos Y foram serrados longitudinalmente na parte inferior, sendo que a área útil possuía o formato de um paralelepípedo. Este formato foi considerado como ponto de partida para a definição do sistema de referência das análises de textura. A Figura 40 mostra, esquematicamente, a direção longitudinal do ferro fundido (análoga à direção de laminação, para efeito de análise) e a superfície externa (análoga a superfície de uma chapa laminada, para efeito de análise).

Figura 40 – Sistema de referência das amostras, obtidas a partir dos blocos Y.



Fonte: O Autor

3.2.5.1. Preparação das amostras

As amostras foram embutidas a quente em resina fenólica, lixadas (granos 320, 400, 600, 1000 e 1200), polidas com pasta de diamante de 6, 3 e 1 μm . Por fim, as amostras foram polidas em sílica coloidal em tempos que variaram de 4 a 10 horas.

3.2.5.2. Equipamento

O equipamento utilizado para análise em EBSD foi uma câmara Oxford/HKL Channel, acoplado a um microscópio eletrônico de varredura Philips XL-30, instalado no Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM), da Universidade Federal do Ceará (UFC). As amostras foram fixadas na câmara a uma inclinação de 75° , com uma distância de trabalho de 20 mm. A tensão de aceleração do feixe foi de 20 kV e o passo de leitura fixado em 0,2 μm .

3.2.5.3. Análises

- a) Identificação das fases presentes e suas quantidades, através da análise dos mapas de cores;
- b) Análise de textura, através das ODF – distribuição de orientações cristalográficas.

3.2.6. Microscopia eletrônica de transmissão (MET)

A técnica de microscopia eletrônica de transmissão foi utilizada para identificação e caracterização das fases presentes e identificação de carbonetos precipitados em cada estágio da austêmpera.

3.2.6.1. A preparação das amostras

A preparação das amostras para a microscopia de transmissão envolveu as seguintes etapas:

- a) Usinagem dos corpos de prova em formato cilíndrico, com 3 mm de diâmetro;
- b) Corte dos cilindros com disco de diamante, com baixa velocidade e lubrificação constante, obtendo-se lâminas com espessura entre 0,2 e 0,3 mm;
- c) Lixamento mecânico com lixa de grana 600 até a obtenção de uma espessura de 0,1 mm (100 μm);
- d) Remoção de material da área central das amostras com polimento em pasta de diamante de 1 μm até uma espessura de 10 a 20 μm . Para tanto foi utilizado um equipamento da marca Gatan;
- e) Afinamento final da amostra até o aparecimento de uma perfuração central através de polimento por feixe iônico sob ângulos de 15 e 10⁰, utilizando um equipamento da marca Gatan.

3.2.6.2. Equipamento

A microscopia eletrônica de transmissão foi realizada num equipamento JEM-1011 TEM, no Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME) da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), em Florianópolis – SC.

3.2.6.3. Análises

Para a avaliação da microestrutura e identificação das fases foram empregados campo claro, campo escuro e difração de elétrons.

3.2.7. Determinação da dureza Brinell e microdureza Vickers

Medidas de dureza Brinell e microdureza Vickers foram realizadas em todas as amostras tratadas termicamente com objetivo de identificar as mudanças de fases durante o tempo de austêmpera para as duas temperaturas e os dois teores de silício utilizados.

Para a determinação da dureza Brinell (ISO 6506-1:10) utilizou-se um durômetro Wolpert, modelo D-6700. Em cada amostra foram feitas três calotas de medições, com esferas de 5 mm e a carga utilizada foi de 750 Kg.

Para a determinação da microdureza Vickers (ASTM E 384:10) utilizou-se um durômetro Mitutoyo, modelo HV-112. Em cada amostra foram realizadas três medições e a carga utilizada foi de 2,5 Kg.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados os resultados e as discussões dos experimentos realizados a partir dos dois ferros fundidos, austemperados conforme descrito no capítulo anterior. Inicialmente são abordados os aspectos da composição química e microestrutura dos ferros fundidos antes do tratamento térmico, seguido dos aspectos microestruturais dos ferros fundidos austemperados com a variação de silício e temperatura de austêmpera.

4.1. ANÁLISE QUÍMICA E MICROESTRUTURAL DO FERRO FUNDIDO ANTES DA AUSTÊMPERA

A Tabela 2 apresenta os percentuais em massa dos elementos de liga dos dois ferros fundidos nodulares, obtidos por espectroscopia de emissão ótica.

Tabela 2 – Composição química dos ferros fundidos utilizados nos experimentos.

Elementos de liga	Si (%)	C (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)	Mg (%)	Fe (%)
Liga 1	2,27	3,57	0,187	0,076	0,035	0,042	93,82
Liga 2	2,64	3,69	0,160	0,086	0,032	0,035	93,36

Fonte: O autor

Os percentuais de carbono, silício e manganês estão dentro dos limites utilizados pelas indústrias de fundição. Os percentuais de fósforo, enxofre e magnésio são considerados teores residuais, não interferindo nos resultados dos experimentos (DARWISH, N. e ELLIOT, R. (1993) e HAYRYNEN, K. L. e KEOGH, J. R. (2007)).

Para avaliar a austemperabilidade, ou seja, o diâmetro crítico necessário para a formação da ausferrita, foram utilizadas as Equações 7 e 8, apresentadas no capítulo II.

Concentração de carbono em equilíbrio na austenita:

$$C^{\circ\gamma} = (T \gamma/420) - 0,17 (\%Si) - 0,95$$

Sendo:

$C^{\circ\gamma}$ - concentração de carbono na austenita

T_γ – temperatura de austenitização

Diâmetro crítico:

$$D_c = 124 * C^\circ \gamma + 27(\% \text{ Si}) + 22 (\% \text{ Mn}) + 16 (\% \text{ Ni}) + 25 (\% \text{ Mo}) - 1,68 * 10^{-4} (T_a)^2 + 12 (\% \text{ Cu}) (\% \text{ Ni}) + 62 (\% \text{ Cu}) (\% \text{ Mo}) + 88 (\% \text{ Ni}) (\% \text{ Mo}) + 11 (\% \text{ Mn}) (\% \text{ Cu}) + 127 (\% \text{ Mn}) (\% \text{ Mo}) - 20 (\% \text{ Mn}) (\% \text{ Ni}) - 137$$

Sendo:

D_c – Diâmetro crítico da peça

T_a – Temperatura de austêmpera

A Tabela 3 apresenta os resultados dos cálculos, considerando os percentuais de elementos de liga da Tabela 2. A temperatura de austenitização foi de 910 °C.

Tabela 3 – Valores calculados, a partir das Equações 7 e 8, do diâmetro crítico para as duas ligas de ferro fundido estudadas.

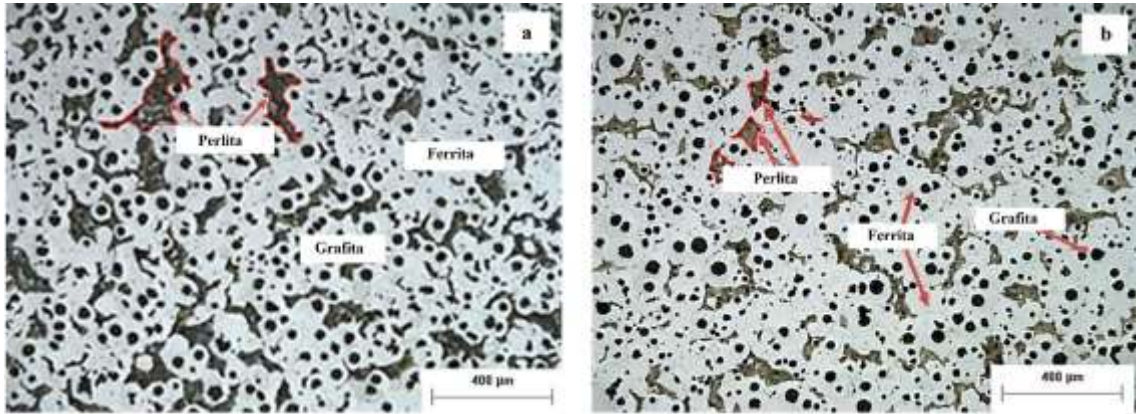
Percentual de silício (%)	$C^\circ \gamma$ - concentração de carbono na austenita (%)	T_a - temperatura de austêmpera (°C)	D_c – diâmetro crítico (mm)
2,27	0,94	320	24
		370	18
2,64	0,88	320	26
		370	20

Fonte: O autor

Os resultados mostraram que as amostras de ferro fundido utilizadas no experimento apresentavam diâmetro crítico suficiente para formação da ausferrita, considerando que os corpos de prova possuíam dimensões inferiores aos valores calculados (Figura 3).

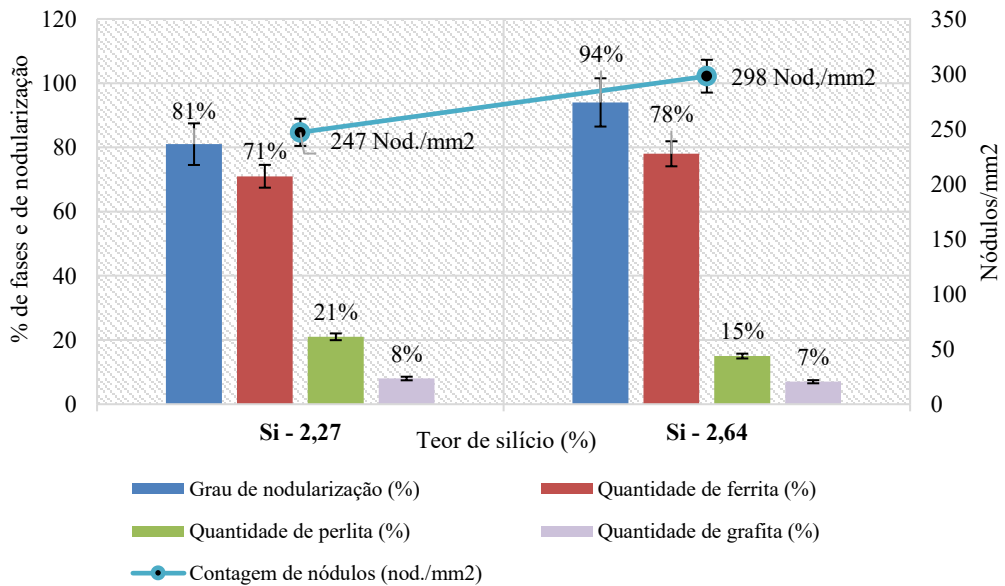
A Figura 41 refere-se as micrografias, obtidas por microscopia ótica, e a Figura 42 refere-se a análise quantitativa das fases dos dois ferros fundidos.

Figura 41 – Micrografias dos dois ferros fundidos nodulares, antes da austêmpera. (a) com 2,27% de silício. (b) com 2,64% de silício.



Fonte: O Autor

Figura 42 – Análise quantitativa das fases dos dois ferros fundidos (2,27 e 2,64 % de silício).



Fonte: O Autor

A análise mostrou que o ferro fundido com 2,27% de silício apresentou uma quantidade de 7% a mais de perlita em relação ao ferro fundido com 2,64% de silício. Esta diferença ocorre devido ao efeito grafitizante do silício. Percentuais mais baixos de silício resultam em maior

nucleação e crescimento de cementita durante o resfriamento, formando maior quantidade de perlita.

Os ferros fundidos com 2,27 e 2,64% de silício apresentaram, respectivamente, 247 e 298 nódulos/mm². A maior contagem de nódulos no ferro fundido com maior percentual de silício também é explicada pelo efeito grafitizante deste elemento. Durante o resfriamento do ferro fundido ocorre maior nucleação e crescimento de grafitas.

Segundo MALLIA, J. et al (1998), o efeito grafitizante do silício está relacionado com a capacidade deste elemento retirar oxigênio no banho de fusão, pela formação de óxido de silício. Durante o resfriamento do ferro fundido, ainda acima da temperatura de solidificação, o oxido de silício torna-se instável e reage com o carbono, formando o gás monóxido de carbono. As bolhas deste gás atuam como locais de nucleação e, posteriormente, crescimento da grafita, justificando o maior número de nódulos.

Os resultados obtidos a partir das micrografias do ferro fundido foram utilizados para definir o tempo de austenitização para o presente experimento. Segundo HERFURT, K. (2003), o tempo de austenitização necessário para saturar a austenita de carbono, em um ferro fundido com o diâmetro médio de nódulos de 43 µm, é inferior a uma hora. O tamanho médio dos nódulos de grafita dos ferros fundidos utilizados neste experimento foi de 20 µm. Como grau de nodularização ficou acima de 80% e o número de nódulos/mm² ficou acima de 150, que são os valores recomendados por DEFOIRDT, I. F. (1991), pode-se afirmar que os dois ferros fundidos utilizados possuíam quantidade e distribuição de grafita suficientes para saturar a austenita com carbono em uma hora de austenitização.

4.2. ANÁLISE MICROESTRUTURAL DO FERRO FUNDIDO APÓS A AUSTÊMPERA

As análises micrográficas obtidas após austêmpera possibilitaram observar os aspectos gerais das microestruturas dos dois ferros fundidos, com austêmpera interrompida antes de iniciar o estágio I (15 segundos), durante a janela de processos (1 hora), e após o início do segundo estágio (15 horas). Por meio da microscopia ótica (MO) e eletrônica de varredura (MEV) foi possível identificar, para cada variável estudada, as regiões de nucleação e morfologia da ferrita acicular e granulação da ausferrita. Observações mais detalhadas foram feitas por meio da técnica EBSD e pela Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET). Pelo EBSD foram identificadas as fases e suas quantidade. A textura foi avaliada pela função de

distribuição de orientações (ODF). Pela microscopia de transmissão foram identificadas subunidades de ferrita acicular no início do patamar isotérmico, as fases presentes nos distintos estágios e a precipitação de carbonetos após o estágio II da austêmpera.

Inicialmente serão apresentados e discutidos os resultados obtidos pela microscopia ótica e eletrônica de varredura, que estão descritas a seguir.

4.2.1. Microscopia ótica e eletrônica de varredura

4.2.1.1. Austêmpera de 15 segundos:

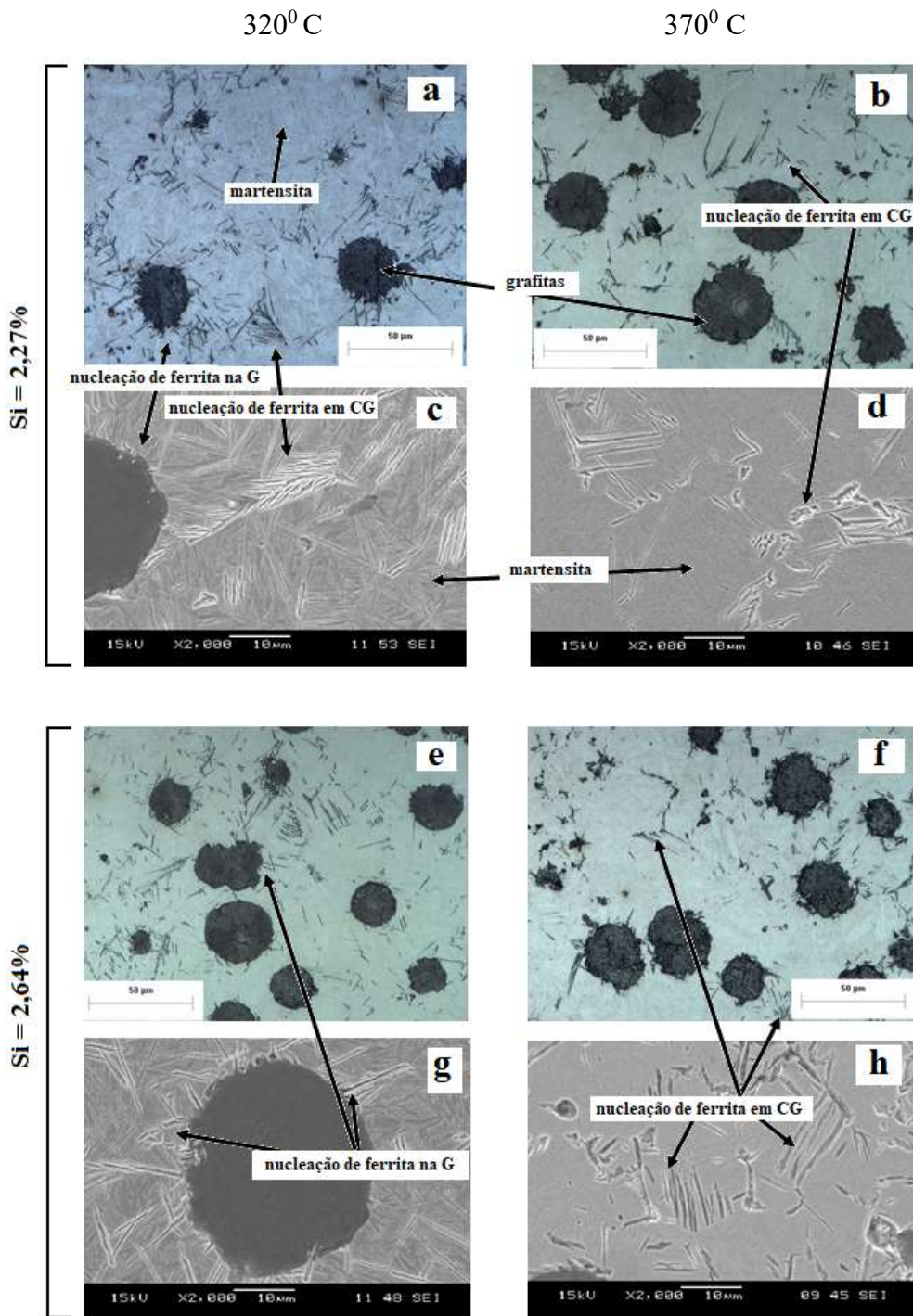
Na Figura 43 são apresentadas as micrografias, obtidas por microscopia ótica e eletrônica, das amostras cuja austêmpera foi interrompida aos 15 segundos. Observou-se os seguintes resultados:

- a) Constatou-se que a partir das micrografias, que o estágio I da austêmpera ocorre nos primeiros instantes do patamar isotérmico. A observação da ferrita no seu início de crescimento torna possível identificar os seus pontos de nucleação. Comparando as Figuras 43 (c) e (d), por exemplo, observou-se que na temperatura de 370 °C, a nucleação ocorreu de maneira mais esparsa e em menor quantidade, enquanto na temperatura de 320 °C a nucleação ocorreu em maior quantidade e concentrada nos contornos de grãos e nódulos de grafita.

- b) Nas mesmas condições de temperatura, observou-se que nas micrografias das amostras com 2,64% de silício, havia um menor volume de ferrita nucleada.

- c) Pelas técnicas de microscopia utilizadas não foi possível observar variação volumétrica da austenita, especialmente para as amostras austemperadas a 360 °C.

Figura 43 – Micrografias obtidas por microscopia óptica e eletrônica, das amostras austemperadas por 15 segundos.



Fonte: O autor

Análise:

a) Durante a austêmpera, os grãos de ferrita são nucleados nos limites dos grãos da austenita primária, sendo que a força motriz para nucleação é o superesfriamento. Portanto, quanto mais

rápido o resfriamento, maior volume de núcleos é formado, justificando o maior volume de núcleos observado na austêmpera a 320 °C. Após, o crescimento da ferrita ocorre na medida que o carbono particiona para a austenita.

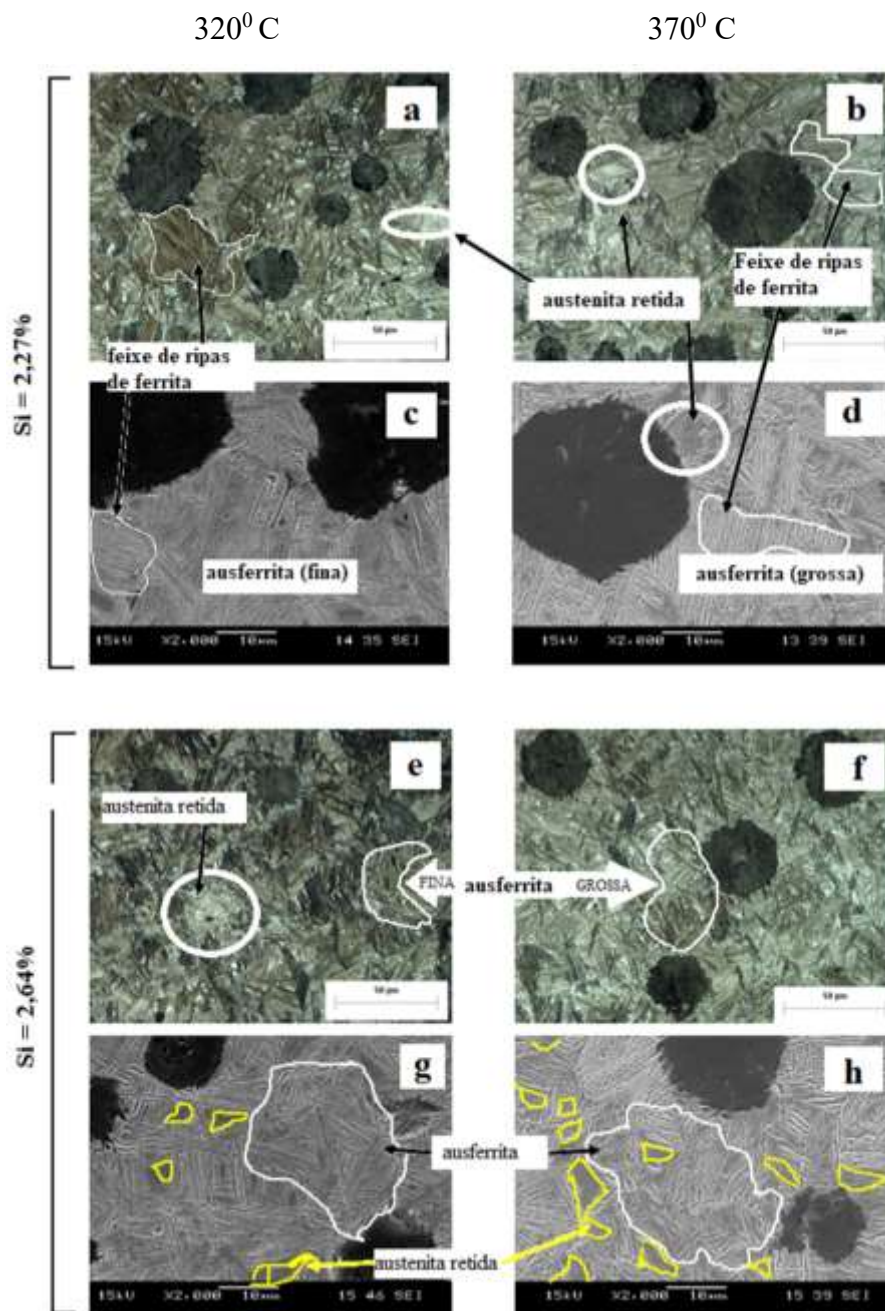
b) O menor volume de ferrita nucleada, observada para as amostras com 2,64% de silício, ocorre devido a ação do silício em atrasar o estágio I da austêmpera. Se o silício for mais baixo, menor será a saturação da austenita com carbono durante a austenitização (conforme comprovado com o resultado apresentado na Tabela 4.2) e, portanto, maior será a força motriz de nucleação, prevista nas curvas de energia livre de Gibbs para a austêmpera dos ferros fundidos.

c) O ferro fundido, nos seus instantes iniciais da austêmpera, possui na microestrutura uma austenita instável, ou seja, de baixo carbono. Como a transformação que ocorre no estágio I da austêmpera é predominantemente difusional, em tempos iniciais não há suficiente partição de carbono da ferrita a ponto de estabilizá-la. Como consequência, ao ser interrompida e resfriada até a temperatura ambiente, a austenita transforma-se em martensita quase que na sua totalidade, razão pela qual não é visualizada ao microscópio. Os volumes de martensita, assim como medidas de dureza, são indicativos que podem levar a uma previsão da quantidade de austenita que existia no momento da interrupção da austêmpera.

4.2.1.2. Austêmpera de uma hora

Na Figura 44 são apresentadas as micrografias, obtidas por microscopia ótica e eletrônica, das amostras cuja austêmpera foi interrompida a uma hora. Observou-se os seguintes resultados:

Figura 44 – Micrografias obtidas por microscopia ótica e eletrônica, das amostras austemperadas por uma hora.



Fonte: O autor

Resultados:

a) A presença da ausferrita em todas as micrografias, demonstrando que o tempo de austêmpera de uma hora se encontra dentro da janela de processo do ADI.

- b) A martensita, observada em grande quantidade para a austêmpera de 15 segundos, praticamente inexistente para esta condição.
- c) As amostras austemperadas a 320 °C se apresentaram mais refinadas, enquanto as austemperadas a 370 °C possuem maior fração volumétrica da austenita e das ripas de ferrita.
- d) Nas amostras com 2,64% de silício, observou-se menor volume de ferrita acicular para as duas temperaturas de austêmpera.
- e) Observou-se que, para as amostras com 2,27% de silício, os feixes de ferrita acicular nucleiam preferencialmente em regiões intergranulares da austenita.

Análise:

- a) Por meio das técnicas de microscopia utilizadas não se evidenciou, na microestrutura do material austemperado a 320 °C, refino de microestrutura que pudesse denotar a presença de carbonetos precipitados, embora autores como RUNDMAN, K. B e ROUNS, T. (1987) afirmem que temperaturas abaixo de 350 °C contribuem para precipitação de ferrita, já no estágio I da austêmpera.
- b) A janela de processo é o patamar de temperatura que precede o estágio I. Durante a austêmpera todo particionamento do carbono da ferrita para austenita deve ocorrer no estágio I. Portanto, a austenita (da ausferrita) é estável durante a janela de processo, ou seja, não se transforma em martensita. Embora não tenha ocorrido no presente trabalho, há casos em que é observado martensita durante a janela de processo. Esta martensita se forma no estágio I, nas situações em que a austenita não enriquece completamente de carbono por desvio de composição química ou por baixa contagem de nódulos (HERFURT, K. (2003)).
- c) A temperatura de austêmpera influencia na fração volumétrica da austenita e da ferrita. Este efeito pode ser comprovado ao ser aplicada a regra da alavanca a partir da linha de prolongamento dos limites das fases metaestáveis, proposto por KUTSOV, A. e colaboradores (1999), apresentado no Capítulo 2 deste trabalho. Além da variação volumétrica, a regra mostra também a redução no percentual de carbono com temperaturas mais altas. As ripas de ferrita são mais largas e alongadas no ADI obtido a temperatura de austêmpera de 370 °C devido ao

menor número de pontos de nucleação que ocorre no estágio I, nesta temperatura. Quando a temperatura é baixa, maior é o superesfriamento e, por consequência, há a formação de um maior número de núcleos de ferrita, ao mesmo tempo que crescem rapidamente. Neste caso, mais rapidamente ocorre o fechamento do estágio I, e, inicia-se a janela de processo. Como resultado, a ferrita formada é fina, mais curta e em maior quantidade. Na temperatura de austêmpera mais elevada, o superesfriamento é menor, ocorrendo a formação de um menor número de núcleos, oportunizando-os um maior crescimento. Por esta razão as ripas de ferritas são mais largas e alongadas. Nestas temperaturas o carbono apresenta maior mobilidade, oportunizando a precipitação de carbonetos em tempos mais curtos, ou seja, reduzindo o tempo de janela de processo (BOSNJAK, B. et al (2004)).

d) A menor quantidade de ferrita acicular observada nas amostras com maior teor de silício ocorre devido ao efeito que este elemento promove na cinética de austêmpera. A curva de energia livre de Gibbs (Figura 8) prevê que quanto menor for o teor de carbono na austenita (na temperatura de austêmpera) maior será a força motriz para que ocorra a nucleação da ferrita. O silício exerce influência sobre a concentração de carbono (carbono equivalente). Utilizando os valores percentuais dos elementos carbono e silício, da Tabela 2 e aplicando-os na Equação 2, conclui-se que o carbono equivalente do ferro fundido com 2,27% de silício é igual a 4,33% e do ferro com 2,64% de silício é 4,84 %. Esta diferença de 0,5% no carbono equivalente faz com que as amostras com maior teor de silício apresentem a menor quantidade de ferrita acicular.

e) Os contornos de grãos são regiões de menor organização atômica, caracterizado pela descontinuidade da rede cristalina do metal. Portanto, são regiões energeticamente mais propícias para a nucleação de uma nova fase. A maior nucleação observada nas amostras de ferro fundido de baixo silício (2,27%) ocorre porque, nesta condição a austenita possui menor carbono equivalente em relação as amostras de silício mais alto. Assim sendo, menor é a energia necessária para que a nucleação ocorra.

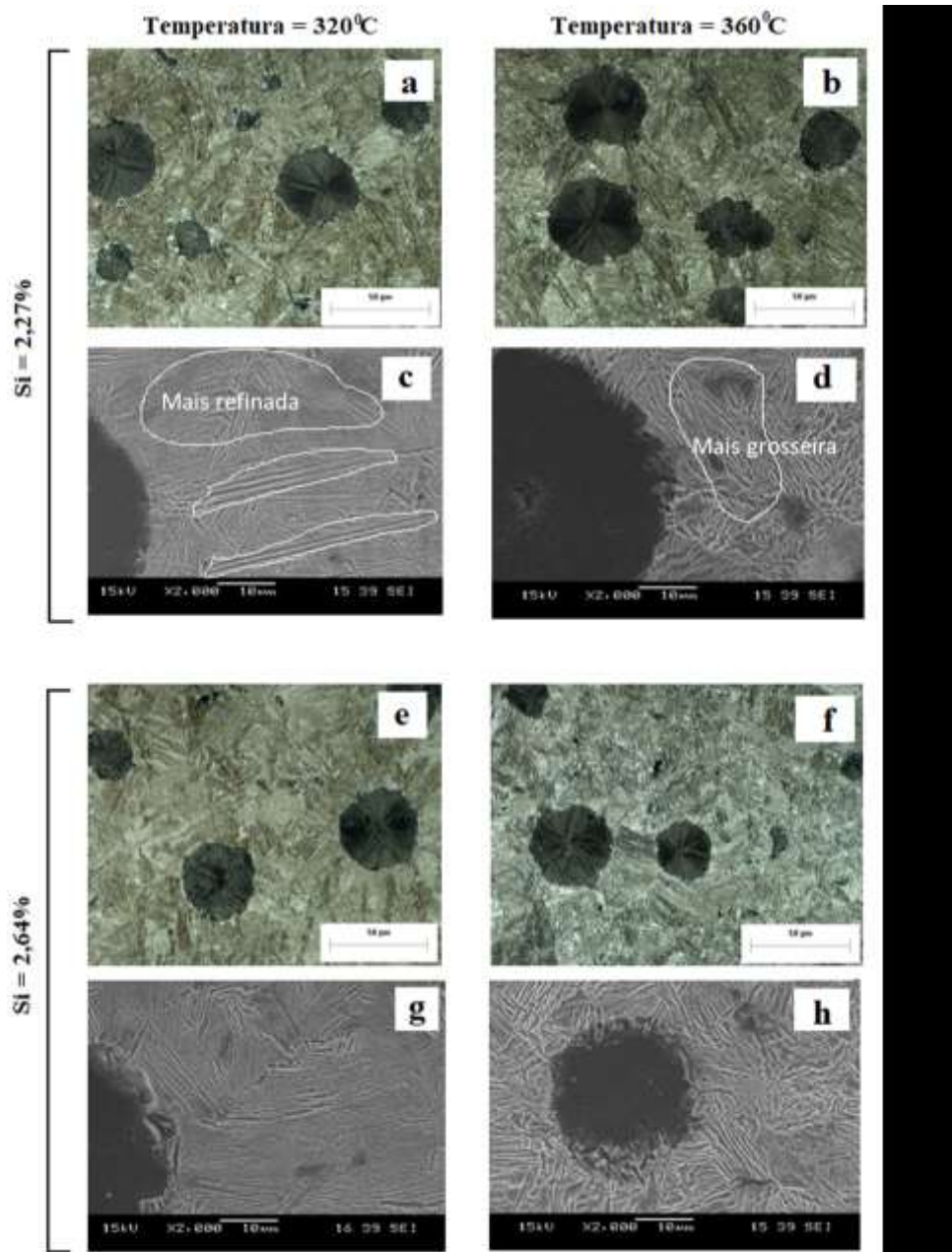
4.2.1.3. Austêmpera de 15 horas

Na Figura 45 são apresentadas as micrografias, obtidas por microscopia ótica e eletrônica, das amostras cuja austêmpera foi interrompida a 15 horas. Observou-se os seguintes resultados:

Resultados:

a) A aparência das micrografias é semelhante às micrografias das amostras austemperadas por uma hora. As amostras austemperadas a 320 °C, apresentaram, aparentemente, microestrutura mais refinada em relação as amostras austemperadas em uma hora.

Figura 45 – Micrografias obtidas por microscopia ótica e eletrônica, das amostras austemperadas por 15 horas.



Fonte: O autor.

Análise:

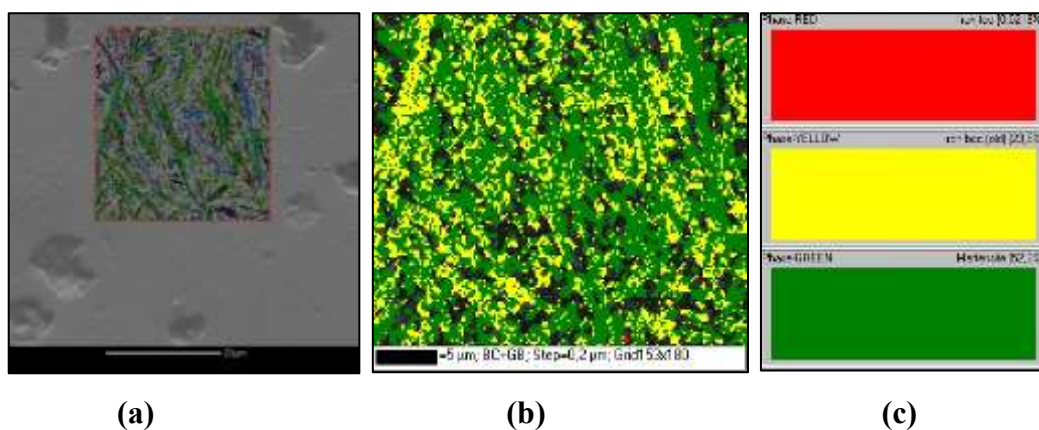
a) O refinamento da microestrutura demonstra que para 15 horas de austêmpera já se iniciou o estágio II. Estudos de BAYATTI, et al (1997), mostram que, em ferros fundidos austenitizados a 920 °C e austemperados a 375 °C, o estágio II da austêmpera inicia com um tempo de austêmpera em torno de oito horas, ou seja, nesta condição já existem carbonetos precipitados e dispersos pela microestrutura. Estes carbonetos não são facilmente visíveis pela microscopia ótica e eletrônica, por se confundirem com a ferrita acicular. Os carbonetos foram evidenciados pela microscopia eletrônica de transmissão, conforme será analisado mais adiante.

4.2.2. EBSD – Análise das fases pelo mapa de cores

4.2.2.1. Austêmpera de 15 segundos

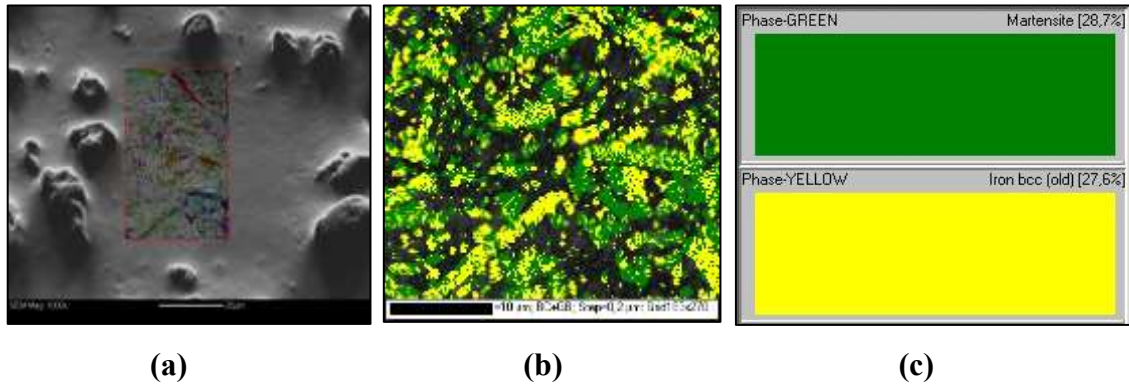
Nas Figuras 46 a 49 são apresentados os mapas de cores, obtidas pelo EBSD, das amostras cuja austêmpera foi interrompida a 15 segundos.

Figura 46 – Mapa de cores da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 320 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.



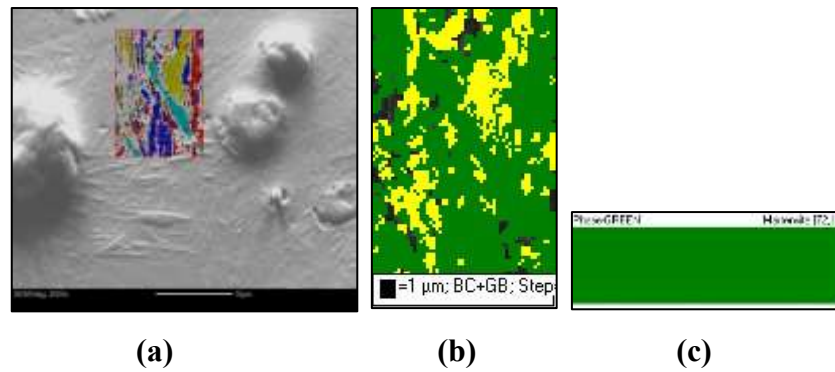
Fonte: O autor

Figura 47 – Mapa de cores da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 370 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.



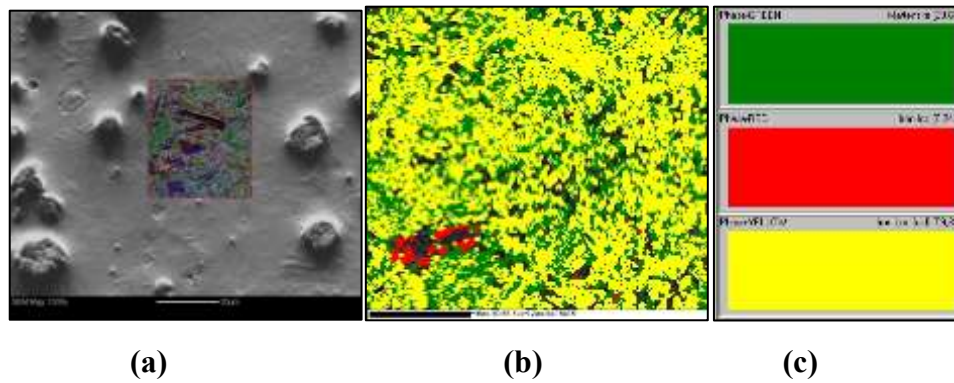
Fonte: O autor

Figura 48 – Mapa de cores da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 320 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.



Fonte: O autor

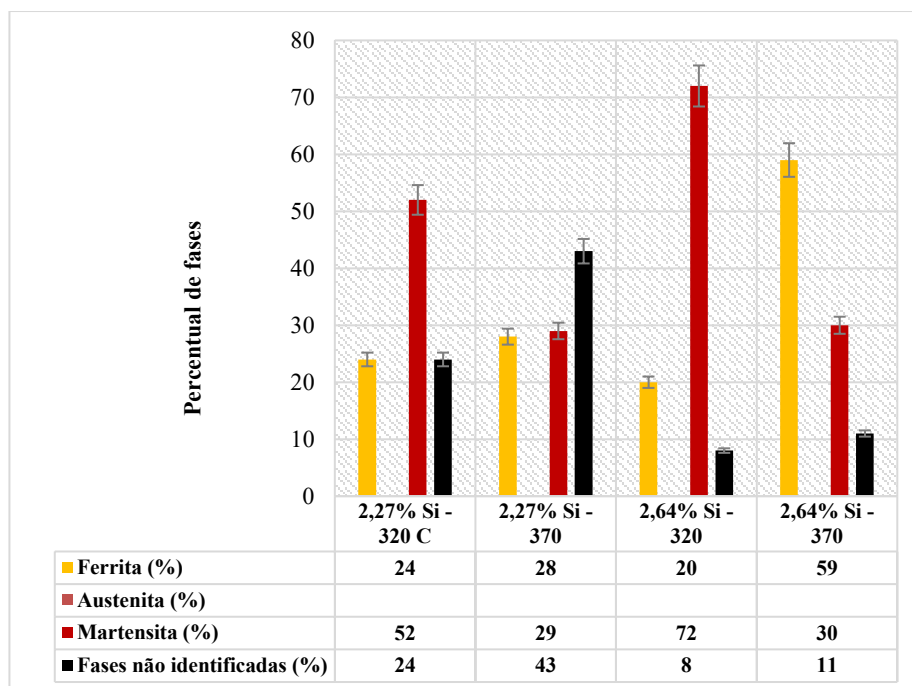
Figura 49 – Mapa de cores da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 370 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.



Fonte: O autor

A Figura 50 apresenta o gráfico das fases presentes de ferrita, perlita, martensita entre outras fases não identificadas e seus diferentes percentuais, para as amostras com austêmpera interrompida a 15 segundos.

Figura 50 – Gráfico com as fases presentes de ferrita, perlita, martensita entre outras fases não identificadas e seus percentuais, para as amostras com austêmpera interrompida a 15 segundos.



Fonte: O autor

Resultados:

- a) Para o teor de 2,27% de silício, a variação de temperatura de 320 °C para 370 °C causou 4% de aumento na nucleação da ferrita e 23% de redução de martensita.
- b) Para o teor de 2,64% a variação foi de 30% na nucleação da ferrita e 43% na redução da martensita.
- c) Para a temperatura de austêmpera de 320 °C, a variação de 2,27% para 2,64% de silício causou uma redução de 4% de ferrita e um aumento de 20 % de martensita.
- d) Para a temperatura de austêmpera de 370 °C, a variação de 2,27% para 2,64% de silício causou um aumento de 31% de ferrita e não ocorreu variação no percentual de martensita.

Análise:

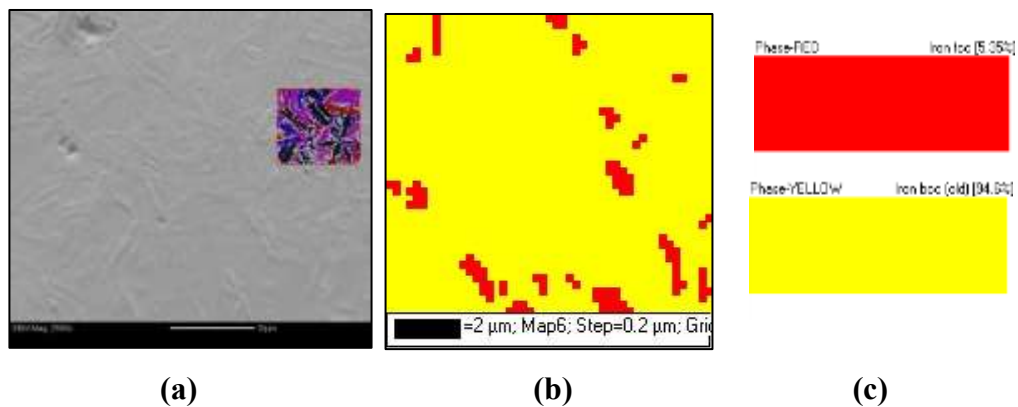
- a) O resultado mostra que, para baixos teores de silício, a variação de temperatura de austêmpera não afeta significativamente a nucleação da ferrita acicular. A redução de 23% de martensita demonstra que, ao aumentar a temperatura de austêmpera, reduz-se o superesfriamento e a reação torna-se mais lenta. O percentual de martensita representa o percentual de austenita não estabilizada, na temperatura de austêmpera.
- b) Este resultado demonstra que, com teores mais elevados de silício, o aumento da temperatura de austêmpera promove significativo aumento de nucleação da ferrita no estágio I. A redução no teor de martensita demonstra que, com a maior nucleação de ferrita, devido ao maior teor de silício, maior é a taxa de estabilização da austenita (devido a partição do carbono) e, por consequência a redução da martensita, que é formada a partir da austenita não estabilizada.
- c) Este resultado demonstra que em temperaturas mais baixas, o aumento no teor de silício não é tão significativo no deslocamento do estágio I para tempos mais longos. Portanto, a variação no percentual de ferrita é pouco significativa. Este aumento de martensita comprova que o silício mais alto desloca o início do estágio I para tempos mais longos. O percentual de martensita reflete o percentual que havia de austenita, antes do resfriamento até a temperatura ambiente.

d) Em temperaturas mais altas, o silício tem um efeito mais pronunciado sobre a atividade do carbono no particionamento entre ferrita e austenita. Portanto, é esperado que o aumento no percentual de ferrita seja maior do que no percentual de martensita.

4.2.2.2. Austêmpera de uma hora

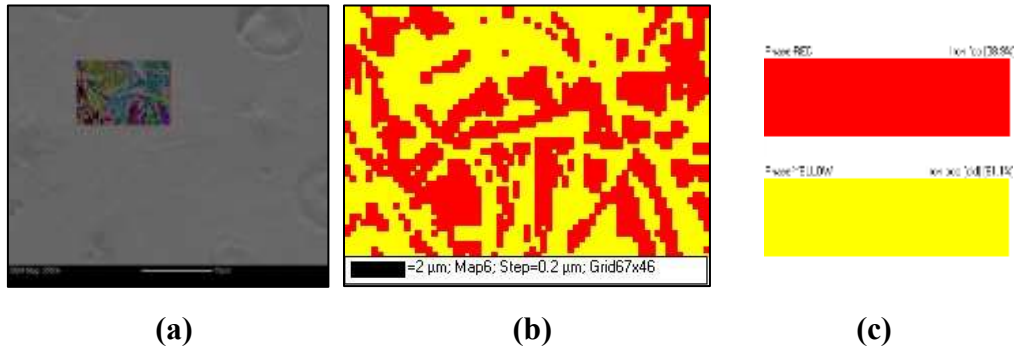
Nas Figuras 51 a 54 são apresentados os mapas de cores, obtidas pelo EBSD, das amostras cuja austêmpera foi interrompida a uma hora.

Figura 51 – Mapa de cores da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 320 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.



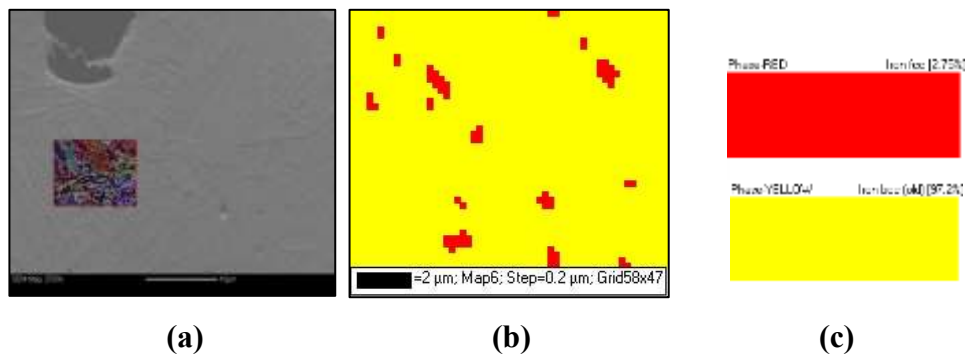
Fonte: O autor

Figura 52 – Mapa de cores da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 370 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.



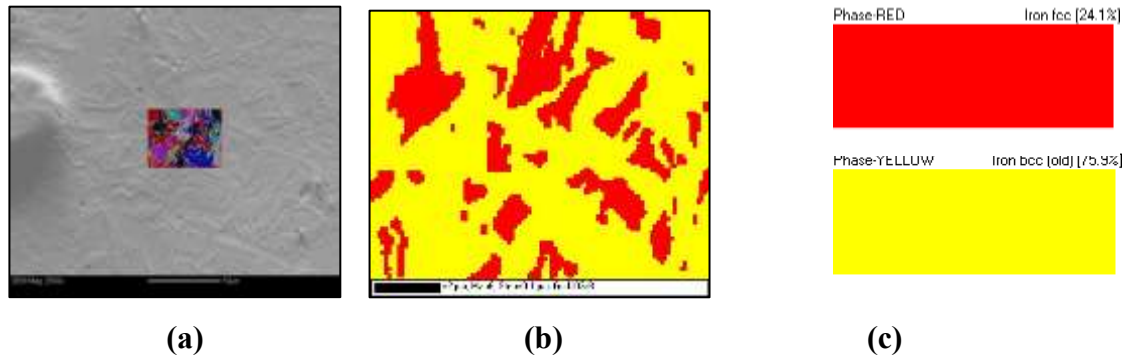
Fonte: O autor

Figura 53 – Mapa de cores da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 320 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.



Fonte: O autor

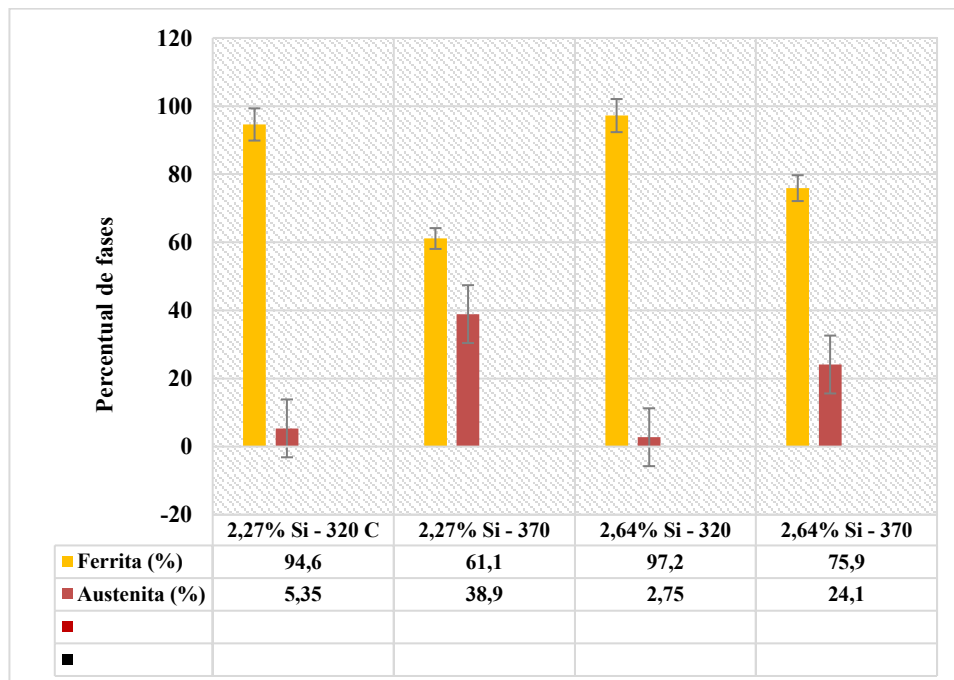
Figura 54 – Mapa de cores da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 320 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.



Fonte: O autor

A Figura 55 apresenta o gráfico das fases presentes de austenita e ferrita e de seus percentuais.

Figura 55 – Gráfico com as fases presentes de austenita e ferrita e seus percentuais, para as amostras com austêmpera interrompida a uma hora.



Fonte: O autor

Resultados:

a) Para o teor de 2,27% de silício, a variação de temperatura de 320 °C para 370°C causou 33,5% de redução na fração volumétrica da ferrita acicular e 33,5% de aumento na fração volumétrica de austenita. Para o teor de 2,64% de silício, a variação de temperatura de 320 °C para 370°C causou a redução de 21,3% na fração volumétrica de ferrita acicular e aumento de 21,3% na fração volumétrica da austenita.

b) Para a temperatura de austêmpera de 320 °C, a variação de 2,27% para 2,64% de silício causou um aumento de 2,6% na fração volumétrica de ferrita e uma redução de 2,6% na fração volumétrica de austenita. Para a austêmpera de 370 °C, a variação de 2,27% para 2,64% de silício causou um aumento de 14,8% na fração volumétrica de ferrita e uma redução de 24,1% na fração volumétrica de austenita.

Análise:

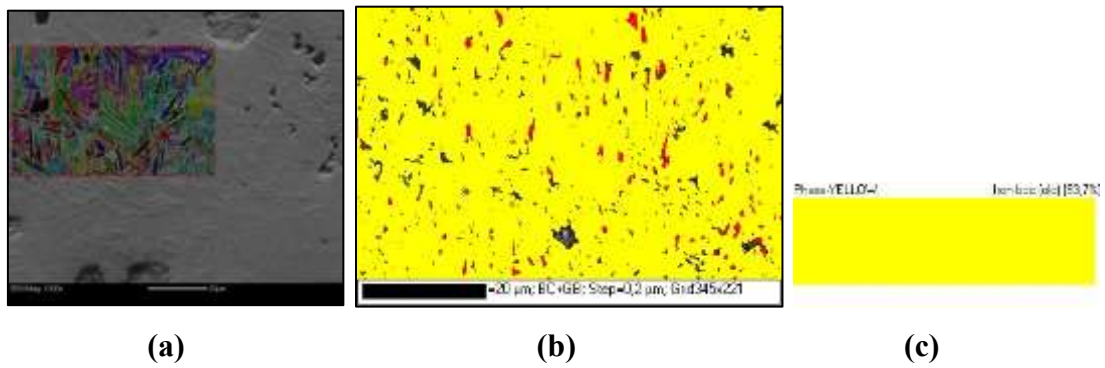
a) A temperatura de austêmpera mais alta reduz a fração volumétrica de ferrita e aumenta a fração volumétrica de austenita, conforme já discutido na análise das micrografias.

b) Com o aumento do percentual do silício era esperada a redução da fração volumétrica da ferrita e aumento da austenita. Em temperaturas de austêmpera mais elevadas estas variações ocorrem em escala maior, conforme já discutido na análise das micrografias.

4.2.2.3. Austêmpera de 15 horas

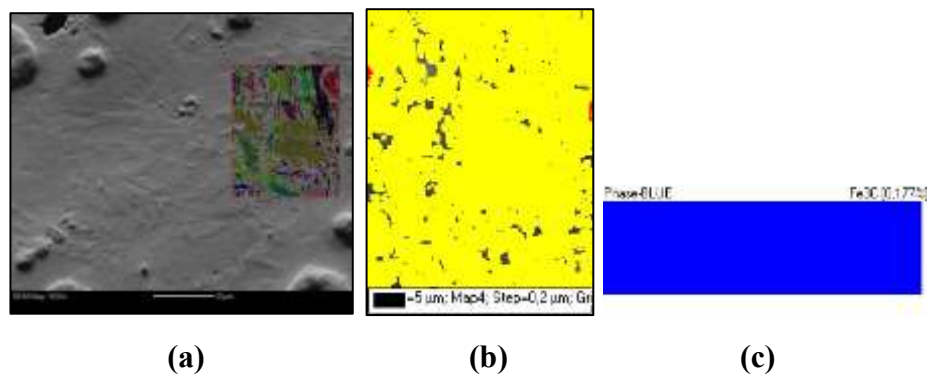
Nas Figuras 56 a 59 são apresentados os mapas de cores, obtidas pelo EBSD, das amostras cuja austêmpera foi interrompida a 15 horas.

Figura 56 – Mapa de cores da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 320 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.



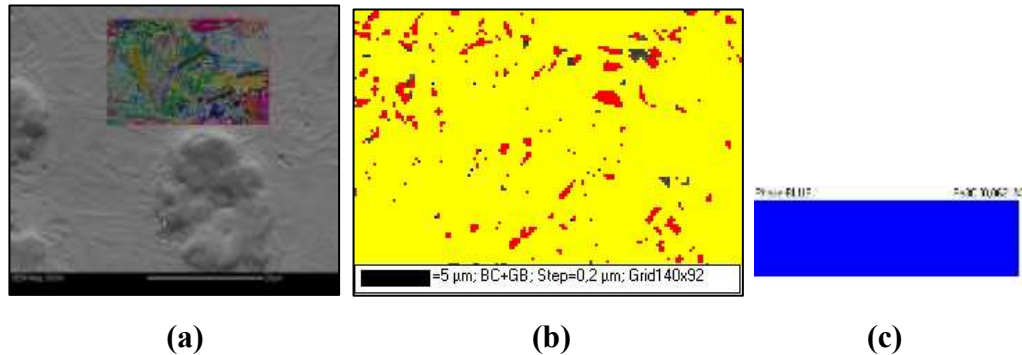
Fonte: O autor

Figura 57 – Mapa de cores da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 370 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.



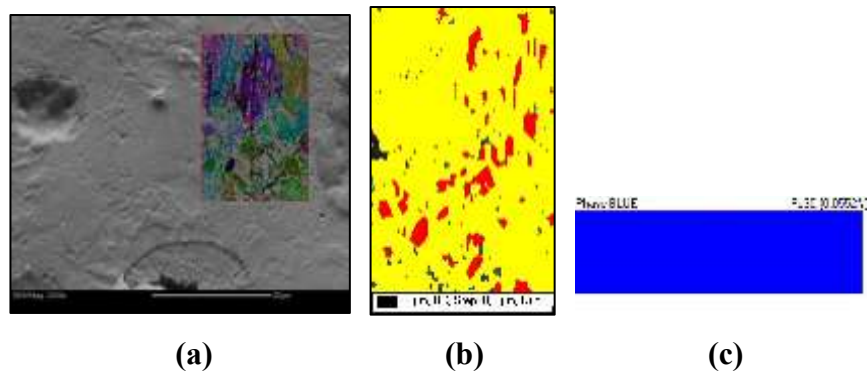
Fonte: O autor

Figura 58 – Mapa de cores da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 320 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.



Fonte: O autor

Figura 59 – Mapa de cores da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 320 °C. (a) Região analisada; (b) mapa de fases em cores; (c) legenda das cores referente as fases presentes e seus percentuais.



Fonte: O autor

Resultados:

a) Observou-se que nas amostras com 2,27% de silício não ocorreu aumento na fração volumétrica de ferrita, quando comparado ao tempo de austêmpera de uma hora. Nas amostras com 2,64% de silício verificou-se aumento significativo na fração volumétrica de ferrita.

b) Observou-se a presença de cementita (Fe_3C) (pontos azuis) em todas as amostras.

Análise:

a) O aumento na fração volumétrica de ferrita para as amostras com 2,64% de silício era esperado, uma vez que a decomposição da austenita em bainita ocorre após o término da janela de processo. Nas amostras com 2,27% de silício já havia sido observado um volume alto de ferrita (acima de 90%) para uma hora de austêmpera.

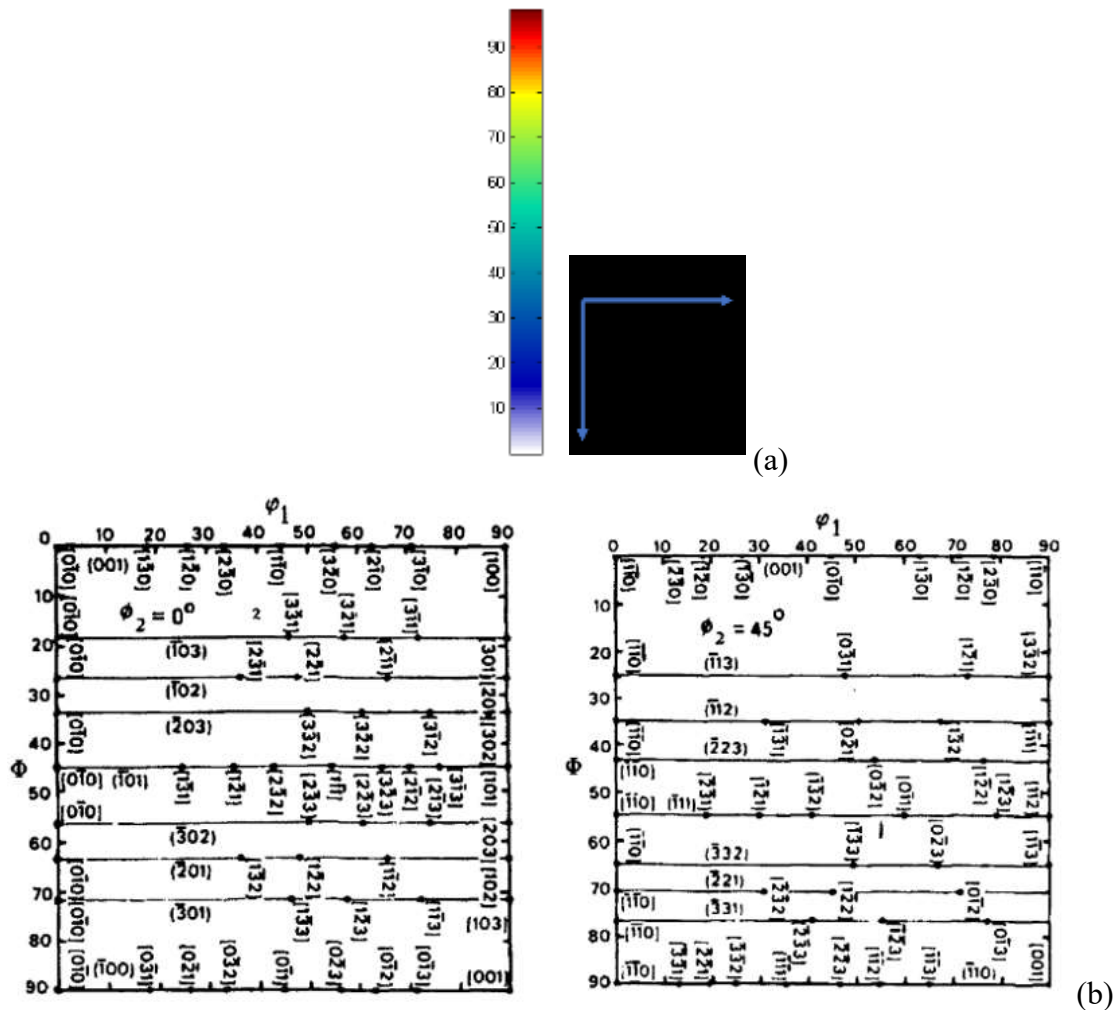
b) Pode-se afirmar que, pelo mapa de fases do EBSD, foi possível quantificar a cementita. Isso ocorreu porque para as indexações realizadas a partir dos padrões de Kikuchi, obtidos para as amostras, foram realizadas comparações com medidas de ângulos interplanares de células cúbicas, uma vez que os principais elementos do ferro fundido são formados por células cúbicas de corpo centrado e cúbicas de face centrada.

4.2.3. EBSD – Análise das funções das distribuições das orientações (ODF)

Através dos mapas de função da distribuição de orientações (ODF) foram analisadas as frequências das diferentes orientações das amostras. A Figura 60 mostra a escala de cores de intensidade das orientações e o ábaco da localização das principais orientações das seções $\phi_2=0^\circ$ e $\phi_2=45^\circ$.

Na Figura 60 (a), cada unidade de valor da escala de cores corresponde a intensidade de orientação aleatória do material. Portanto, o valor de intensidade contido a escala de cores corresponde a quantas vezes a intensidade da região analisada é maior que a intensidade na região aleatória.

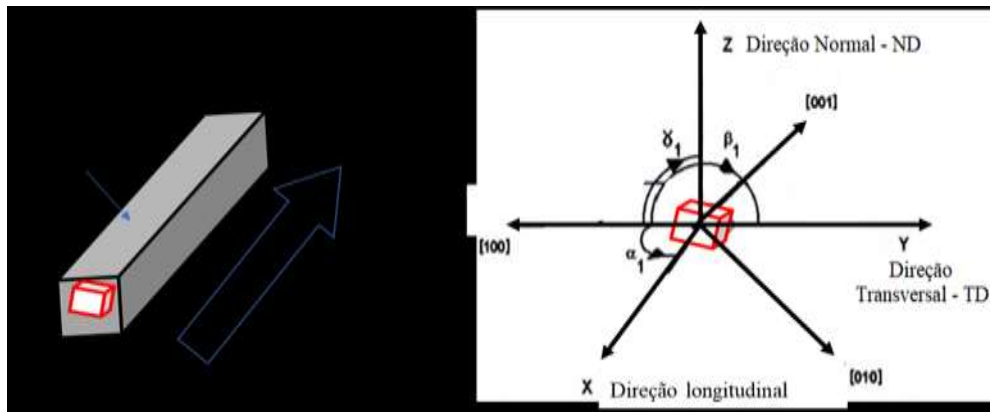
Figura 60 – (a) Escala de cores com os valores que representam as intensidades das orientações; (b) ábaco da localização das principais orientações das seções $\phi_2=0^\circ$ e $\phi_2=45^\circ$.



Fonte: Adaptado BUNGE, H. J. (1982).

Os ferros fundidos utilizados nos experimentos foram obtidos na forma de blocos Y. Os blocos Y foram serrados longitudinalmente na parte inferior, sendo que a área útil possuía o formato de um paralelepípedo. Este formato foi considerado como ponto de partida para a definição do sistema de referência das análises de textura. A Figura 61 mostra, esquematicamente, a direção longitudinal do ferro fundido (análoga à direção de laminação, para efeito de análise) e a superfície externa (análoga a superfície de uma chapa laminada, para efeito de análise).

Figura 61 – Sistema de referência usados com para as análises dos mapas ODF.



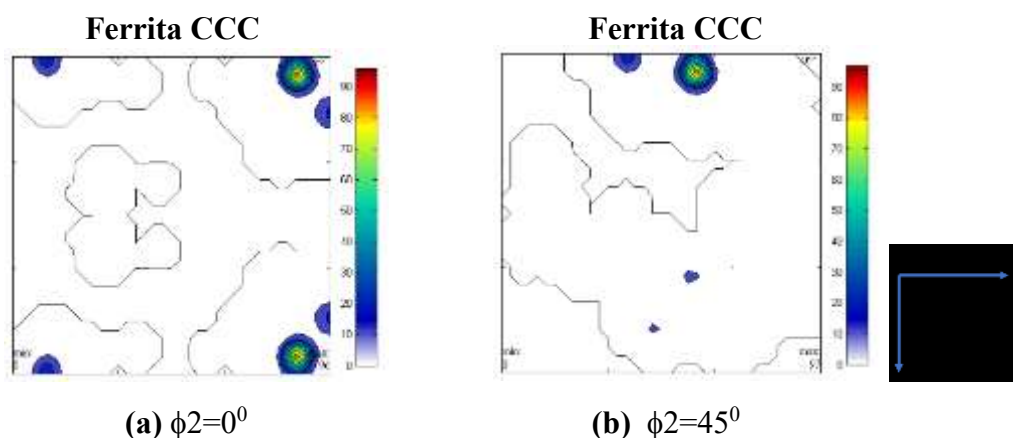
Fonte: O Autor

Para a análise das ODF foram consideradas somente as orientações de maior intensidade e pertencentes a planos e direções de maior interesse para o presente estudo.

4.2.3.1. Austêmpera de 15 segundos

Nas Figuras 62 a 65 são apresentados os mapas de ODF, obtidas pelo EBSD, das amostras cuja austêmpera foi interrompida a 15 segundos.

Figura 62 - ODF da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 320 °C, por 15 segundos.



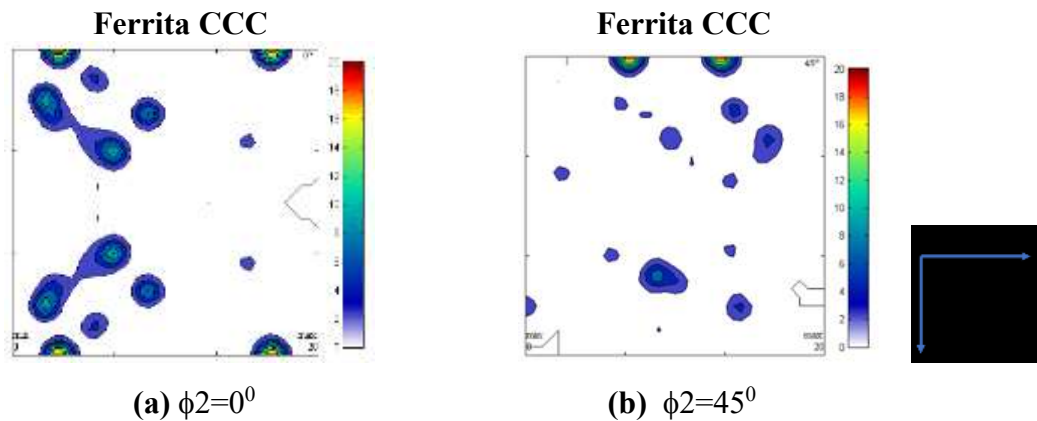
Fonte: O autor

Resultados:

a) (001) [001]: orientação com dois eixos paralelos a direção longitudinal do ferro fundido, intensidade máxima igual a 90, localizada na posição $\phi_2=0^\circ$ e $\phi_1 = 90^\circ$.

b) [101]: orientação com direção paralela a superfície externa do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 90, localizada na posição $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_1 = 45^\circ$.

Figura 63 - ODF da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 370 °C, por 15 segundos.



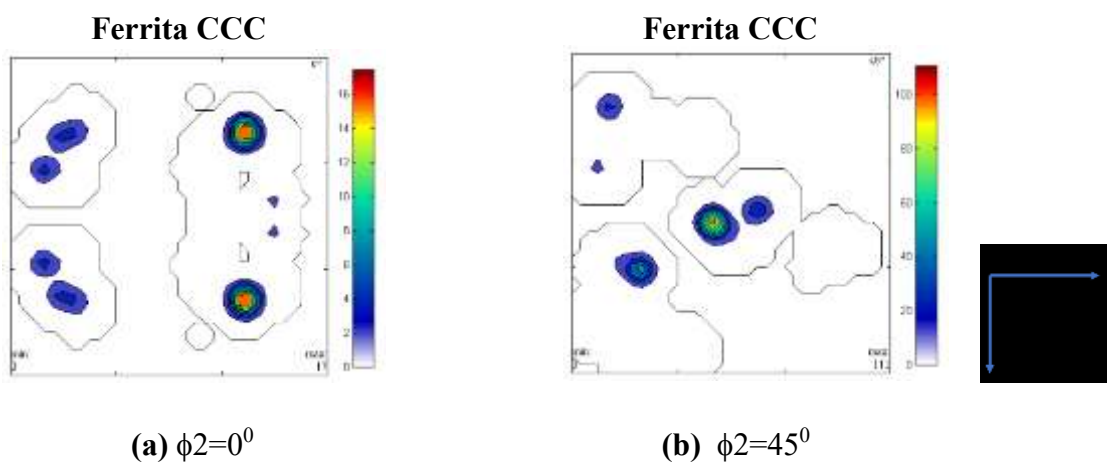
Fonte: O autor

Resultados:

a) (001) [001]: orientação com dois eixos paralelos a direção longitudinal do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 20, localizada na posição $\phi_2=0^\circ$ e $\phi_1 = 90^\circ$.

b) (001): orientação paralela à superfície externa do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 20, localizada na posição $\phi_2=45^\circ$, $\phi_1 = 10^\circ$.

Figura 64 - ODF da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 320 °C, por 15 segundos.

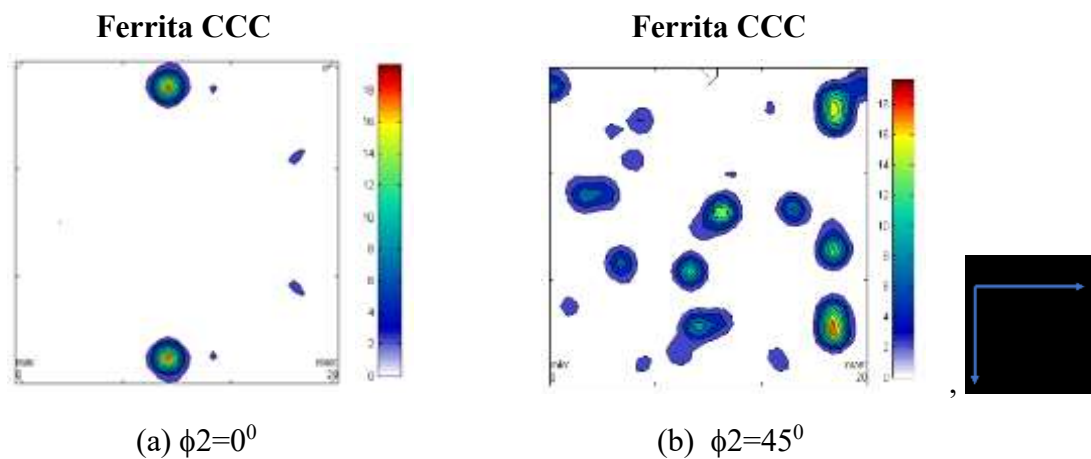


Fonte: O autor

Resultados:

- a) [-111]: orientação é normal à superfície externa do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 60, localizada na posição $\phi_2 = 45^\circ$ e $\Phi = 15^\circ$.
- b) [0-11]: orientação normal à direção longitudinal do ferro fundido, com intensidade igual a 100, localizada na posição $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_1 = 60^\circ$.

Figura 65 - ODF da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 370 °C, por 15 segundos.



Fonte: O autor

Resultados:

- a) [011]: orientação é normal à direção longitudinal do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 18, localizada na posição $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_1 = 45^\circ$.

4.2.3.1.1 Análise dos resultados das ODF para austêmpera de 15 segundos:

Para a amostra com 2,27% de silício, foi observado que a variação de temperatura não alterou significativamente a textura do ferro fundido. Ambas apresentam ferrita com orientação (001) [001], de mesma intensidade e paralela à direção longitudinal do ferro fundido. Observou-se ainda ferrita com orientação [101], paralelo à superfície do ferro fundido, para as duas temperaturas, porém a 370 °C esta orientação apresenta intensidade 4,5 vezes menor.

Para o teor de 2,64% de silício, foram identificadas duas orientações nas amostras austemperadas a 320 °C ([-111] – intensidade 60, e [0-11] – intensidade 100) e uma orientação

na amostra austemperada a 370 °C ([011] – intensidade 18). Embora de intensidades diferentes, todas são orientações com direção normal à direção longitudinal ou à superfície do ferro fundido.

Para as duas temperaturas de austêmpera, a variação do teor de silício de 2,27% para 2,64%, alterou significativamente o sentido das orientações. Com 2,27% de silício, na austêmpera a 320 °C, por exemplo, as orientações apresentaram-se paralelas à direção longitudinal e à superfície do ferro fundido, enquanto com teor de 2,64% de silício, as orientações apresentaram-se normais à direção longitudinal e à superfície do ferro fundido.

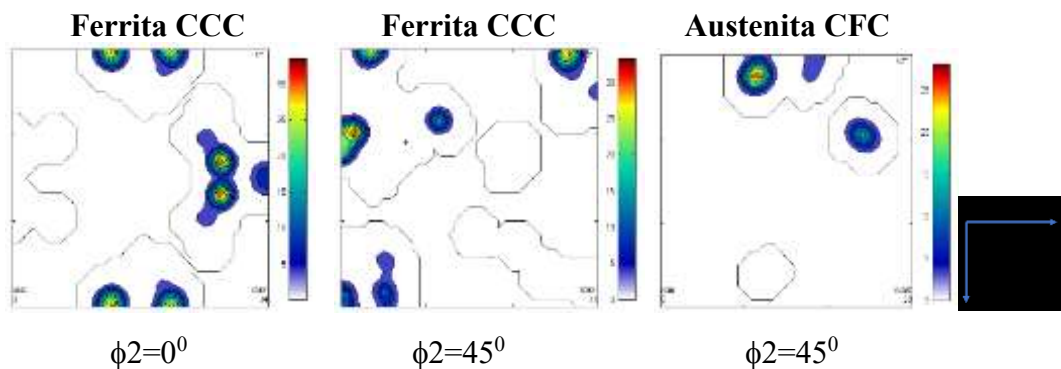
Em síntese, para um ferro fundido com teor de silício mais baixo (2,27%), a austêmpera promove, no início do estágio I, ferritas de texturas semelhantes, de intensidade em torno de 90, e, com direção preferencial longitudinal à superfície do ferro fundido. Estas texturas pouco se alteram com a variação da temperatura de austêmpera. Para o ferro fundido com teor de silício mais alto (2,64%) também existem texturas semelhantes, com direção normal a superfície do ferro fundido, com intensidade que varia de 18 a 100.

Constata-se, portanto, que no início do estágio I da austêmpera do ferro fundido, a variação do teor de silício é mais significativa na mudança de orientações do que a alteração de temperatura.

4.2.3.2. Austêmpera de uma hora

Nas Figuras 66 a 69 são apresentados os mapas de ODF, obtidas pelo EBSD, das amostras cuja austêmpera foi interrompida a uma hora.

Figura 66: ODF da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 320 °C, por uma hora.



Fonte: O autor

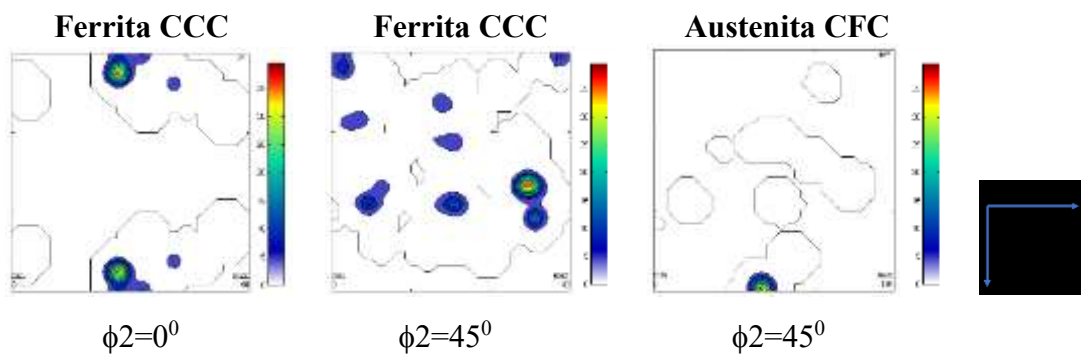
Resultados:

a) Ferrita - [011]: orientação normal a direção longitudinal do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 30, localizada na posição $\phi_1 = 45^\circ$ e $\phi_2 = 0^\circ$.

b) Ferrita - [011]: orientação normal à direção longitudinal do ferro fundido, com intensidade igual a 100, localizada na posição $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_1 = 0^\circ$.

c) Austenita - [001]: orientação é normal direção longitudinal do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 25, localizada na posição $\phi_1 = 45^\circ$, e $\Phi = 0^\circ$.

Figura 67 - ODF da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 370 °C, por uma hora.



Fonte: O autor

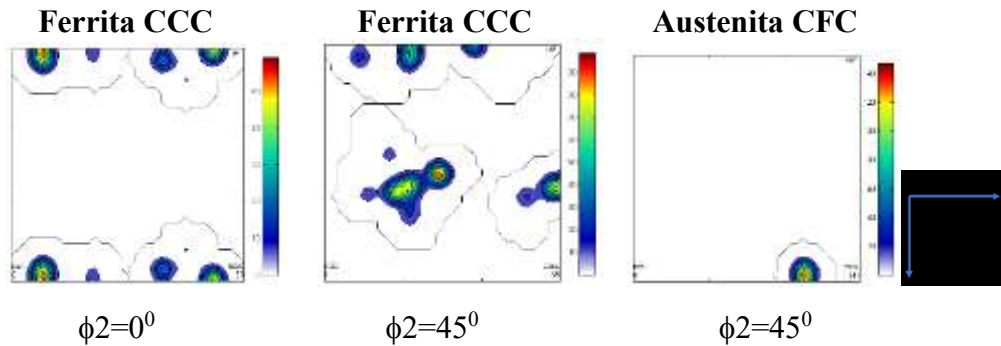
Resultados:

a) Ferrita - [011]: orientação normal direção longitudinal do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 30, localizada na posição $\phi_1 = 45^\circ$ e $\phi_2 = 0^\circ$.

b) Ferrita - [011]: orientação normal à direção longitudinal do ferro fundido, com intensidade igual a 30, localizada na posição $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_1 = 0^\circ$.

c) Austenita - [111]: orientação é normal à superfície do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 30, localizada na posição $\phi_1 = 45^\circ$ e $\phi_1 = 30^\circ$.

Figura 68 - ODF da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 320 °C, por uma hora.

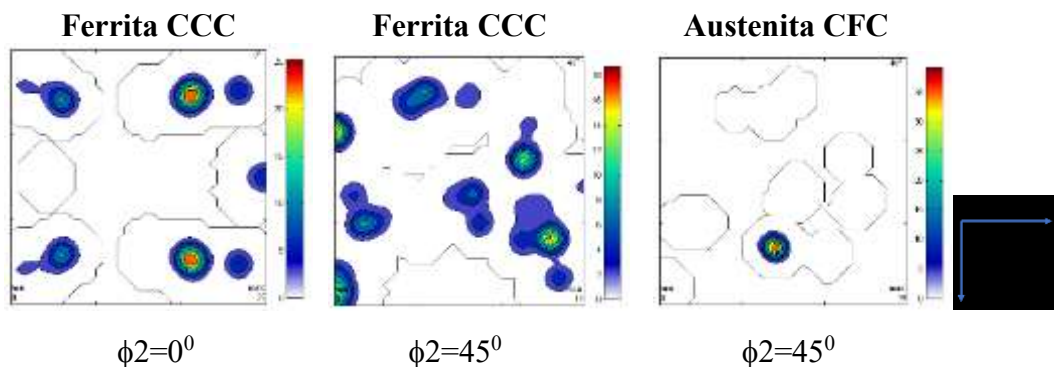


Fonte: O autor

Resultados:

- a) Ferrita - (011): orientação paralela à direção da superfície do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 50, localizada na posição $\Phi = 0^\circ$ e $\phi_2 = 0^\circ$.
- b) Ferrita - [100]: orientação normal à direção longitudinal do ferro fundido, com intensidade igual a 50, localizada na posição $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_1 = 90^\circ$.
- c) Austenita - (110): orientação paralela a superfície externa do ferro fundido do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 40, localizada na posição $\phi_2 = 45^\circ$ e $\Phi = 80^\circ$.

Figura 69 - ODF da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 370 °C, por uma hora.



Fonte: O autor

Resultados:

- Ferrita - [011]: orientação paralela a direção longitudinal do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 18, localizada na posição $\phi_1 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 0^\circ$.

4.2.3.2.1 Análise dos resultados das ODF para austêmpera de uma hora:

Para ambas temperaturas de austêmpera, 320 °C e 370 °C, observou-se variações nas orientações da ferrita e da austenita, com a alteração do teor de silício. Para 2,27% de silício as orientações são preferenciais na direção longitudinal do ferro fundido, enquanto para 2,64% varia entre paralela à superfície, normal a direção longitudinal e à superfície do ferro fundido. Isso demonstra que, para temperatura as duas temperaturas de austêmpera, a variação de silício provoca alterações na textura do ADI, uma vez que com o tempo de austêmpera de uma hora, o ferro fundido encontra-se na janela de processo.

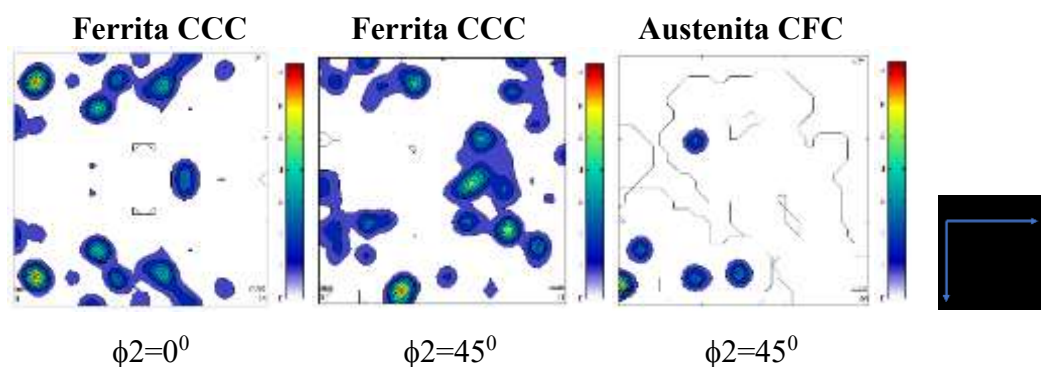
Para o mesmo teor de silício, a variação de temperatura não acarreta grandes variações de textura. Para 2,27% de silício, por exemplo, em ambas temperaturas de austêmpera identificou-se orientações [011] para a ferrita, com direção normal à longitudinal do ferro fundido (intensidade 30). Para 2,64% de silício, em ambas temperaturas de austêmpera identificou-se orientação [011] paralelas à superfície do ferro fundido.

Constata-se, portanto, que durante a janela de processo do ADI, as mudanças mais significativas de textura ocorrem com a variação do silício e não com a temperatura de austêmpera.

4.2.3.3. Austêmpera de 15 horas

Nas Figuras 70 a 73 são apresentados os mapas de ODF, obtidas pelo EBSD, das amostras cuja austêmpera foi interrompida a uma hora.

Figura 70 - ODF da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 320°C, por 15 horas.

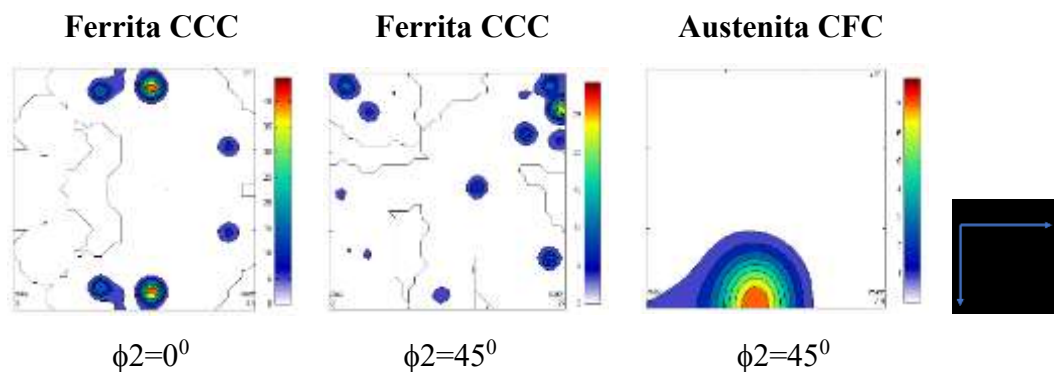


Fonte: O autor

Resultados:

- a) Ferrita - (001): orientação de plano paralelo a superfície do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 7, localizada na posição $\Phi = 0^\circ$ e $\phi_2 = 0^\circ$.
- b) Ferrita - [111]: orientação de direção normal à superfície externa do ferro fundido, com intensidade igual a 7, localizada na posição $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_1 = 35^\circ$.

Figura 71 - ODF da amostra com 2,27% de silício, austemperada a 370°C , por 15 horas.

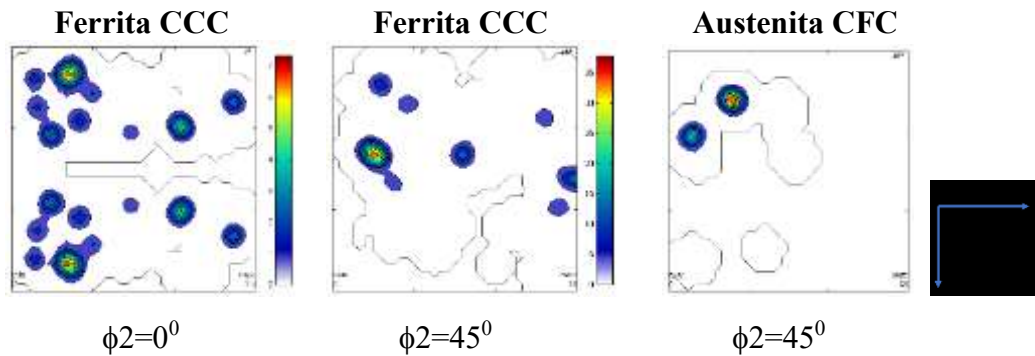


Fonte: O autor

Resultados:

- a) Ferrita - [001]: orientação de direção paralela à direção longitudinal do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 40, localizada na posição $\phi_1 = 45^\circ$ e $\phi_2 = 0^\circ$.
- b) Austenita - [111]: orientação de direção é normal a superfície do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 7, localizada na posição $\phi_1 = 35^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$.

Figura 72 - ODF da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 320 °C, por 15 horas.

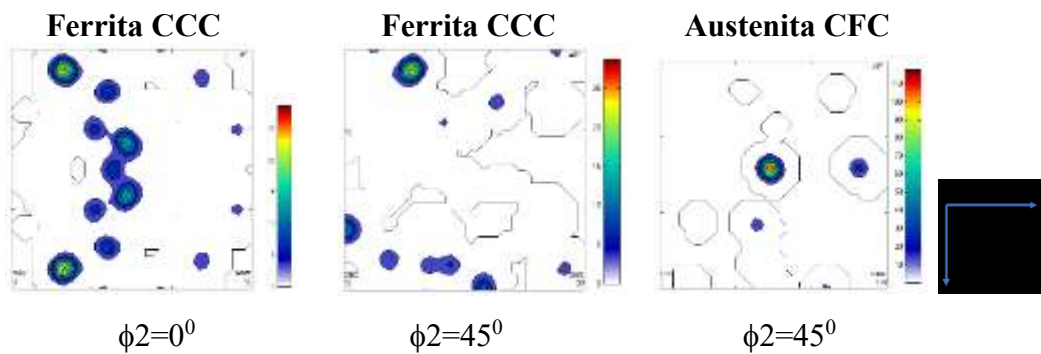


Fonte: O autor

Resultados:

a) Ferrita - [011]: orientação de direção paralela à direção longitudinal do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 35, localizada na posição $\phi_1 = 10^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$.

Figura 73 - ODF da amostra com 2,64% de silício, austemperada a 370 °C, por 15 horas.



Fonte: O autor

Resultados:

a) Ferrita (001): orientação paralela a direção longitudinal do ferro fundido, com intensidade máxima igual a 25, localizada na posição $\Phi = 10^\circ$ e $\phi_2 = 0^\circ$

4.2.3.3.1 Análise dos resultados das ODF para austêmpera de 15 horas:

Os resultados mostram que, para ambas condições de temperatura de austêmpera e teor de silício, há formação de orientações preferenciais. Porém, quando comparado aos resultados de 15 segundos e 1 hora de austêmpera, nota-se que as orientações são de baixa intensidade e

alteram-se de direção com as variações de temperatura de austêmpera e teor de silício. A presença dos carbonetos, precipitados neste estágio da austêmpera, podem ter causado as mudanças. Não foi possível identificar a quantidade e, por consequência, a textura desses carbonetos, uma vez que por possuírem parâmetro de rede diferente do ferro, não sendo considerados na indexação das linhas de Kikuchi.

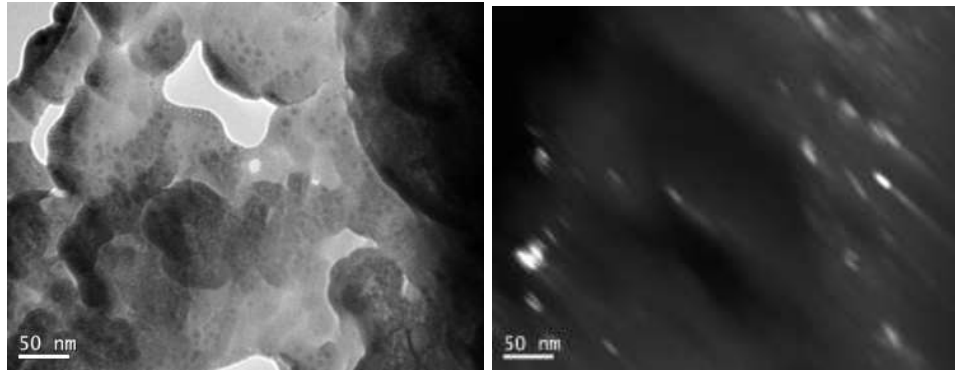
4.2.4. Microscopia eletrônica de transmissão (MET)

As análises no MET foram realizadas nas amostras de ferro fundido com 2,64% de silício, austemperadas a 370 °C. Por meio da difração de elétrons nas áreas selecionadas no microscópio de transmissão, observou-se a presença da martensita ao início da austêmpera (15 segundos), da ferrita e austenita (uma hora) e precipitados de cementita (15 horas).

A identificação das fases foi realizada por meio da indexação de pontos difratados nos padrões obtidos. A Figura 74 apresenta as micrografias e o padrão de difração referente a amostra de ferro fundido com 2,64% de silício, austemperado a 370 °C, por 15 segundos.

Figura 74 - Resultados obtidos pela microscopia eletrônica de transmissão para as amostras com 2,64% de silício, austemperadas a 360⁰C, por 15 segundos. (a) Imagem em campo claro; (b) Imagem de contraste em campo escuro; (c) Imagem de difração da ferrita e martensita; (d)

Padrão de difração da ferrita e da martensita.



(a)

(b)



(c)



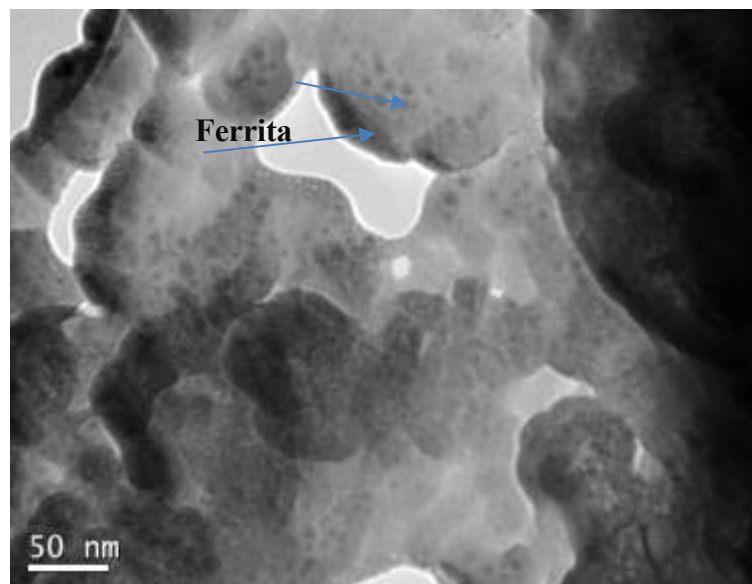
(d)

Fonte: O autor.

Observa-se que na análise por microscopia eletrônica de transmissão para as amostras austemperadas em 15 segundos obteve-se martensita e ferrita. Na região analisada não foi encontrado padrão de difração de austenita. A martensita, conforme já discutido anteriormente deve-se a transformação da austenita, não saturada de carbono, durante o resfriamento em água. A Figura 75 mostra, em detalhe, o início da formação da ferrita no topo e na borda da região furada da amostra.

Não se encontrou na literatura estudos de austêmpera em ferros nodulares em tempos tão curtos (15 segundos) com caracterização da microestrutura identificando a presença de cementita. AHMADABADI, M. N. e colaboradores (1995) estudaram a precipitação de carbonetos em ADI, porém, em tempos mais longos de austêmpera, conforme será visto mais adiante.

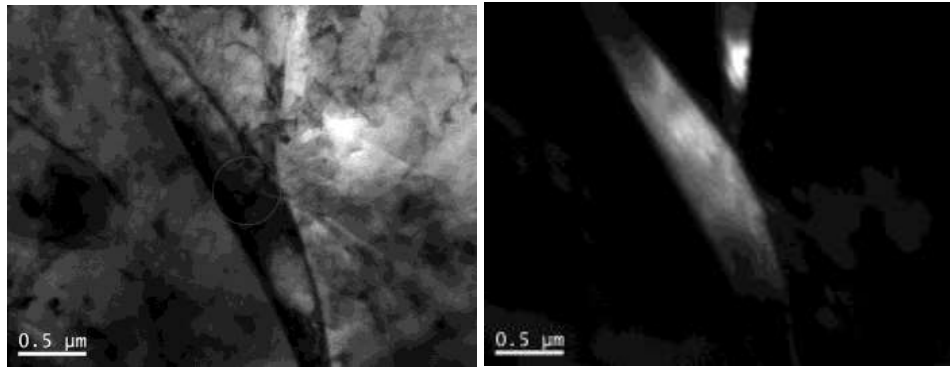
Figura 75 - Imagem do MET, com detalhe da nucleação da ferrita das amostras com 2,64% de silício, austemperadas a 360⁰C, por 15 segundos.



Fonte: O autor.

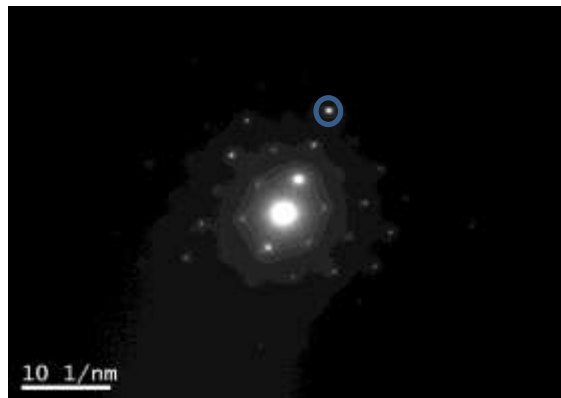
A Figura 76 apresenta as micrografias e o padrão de difração referente a amostra de ferro fundido com 2,64% de silício, austemperado a 370⁰C, por uma hora.

Figura 76 – Resultados obtidos pela microscopia eletrônica de transmissão para as amostras com 2,64% de silício, austemperadas a 360⁰C, por 15 segundos. (a) Imagem em campo claro; (b) Imagem de contraste em campo escuro; (c) Imagem de difração da ferrita e martensita; (d) Padrão de difração da ferrita e da austenita.

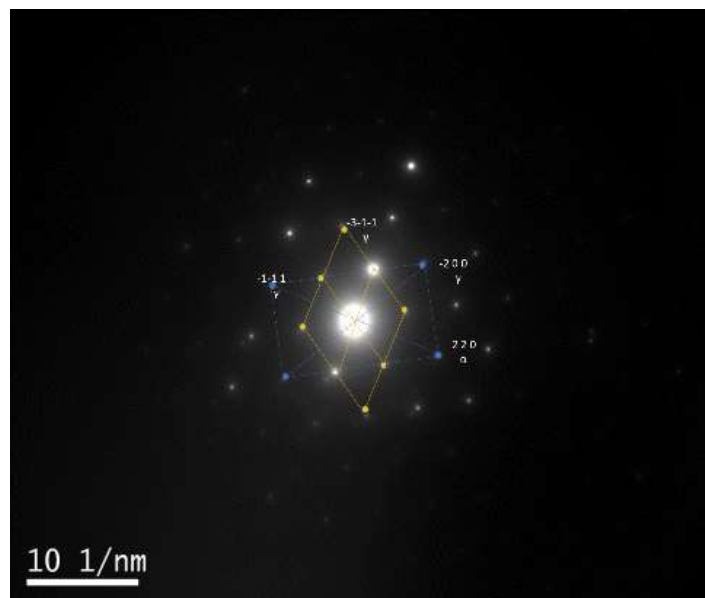


(a)

(b)



(c)

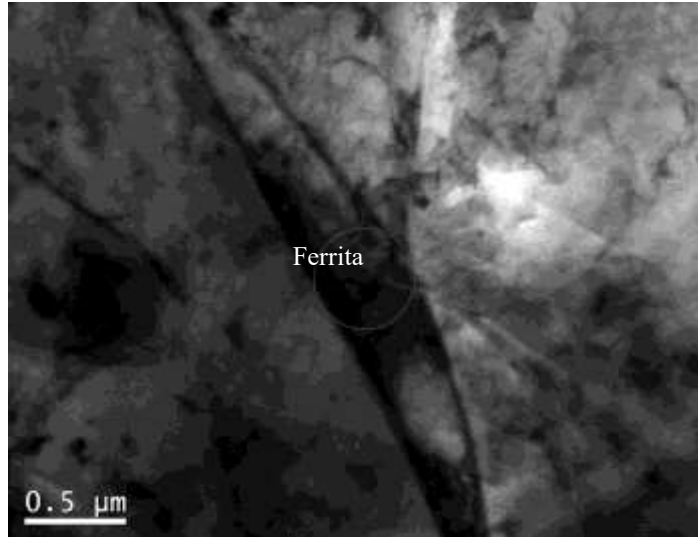


(d)

Fonte: O autor

Observa-se que na região analisada a imagem de difração revela a presença da ferrita e austenita. A Figura 77 mostra detalhes da ferrita acicular.

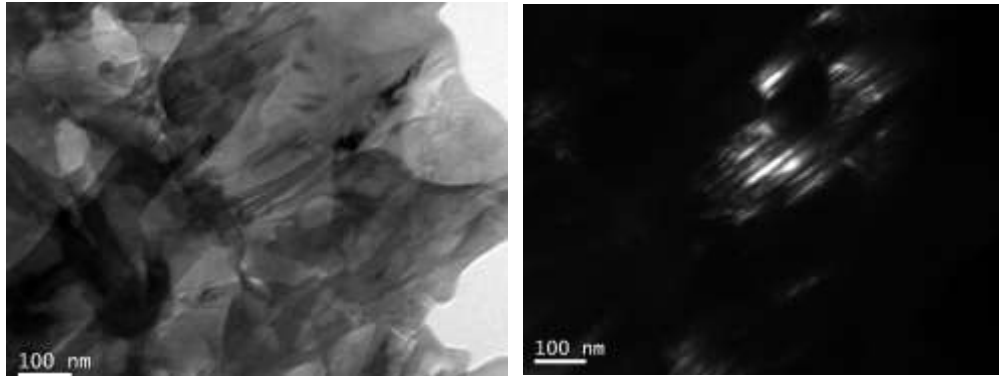
Figura 77 - Imagem do MET, detalhes da ferrita acicular das amostras com 2,64% de silício, austemperadas a 360 °C, por 15 segundos.



Fonte: O autor

A Figura 78 apresenta as micrografias e o padrão de difração referente a amostra de ferro fundido com 2,64% de silício, austemperado a 370 °C, por 15 horas.

Figura 78 – Resultados obtidos pela microscopia eletrônica de transmissão para as amostras com 2,64% de silício, austemperadas a 360 °C, por 15 horas. (a) Imagem em campo claro; (b) Imagem de contraste em campo escuro; (c) Imagem de difração da ferrita e martensita; (d) Padrão de difração da ferrita, austenita e carbonetos.

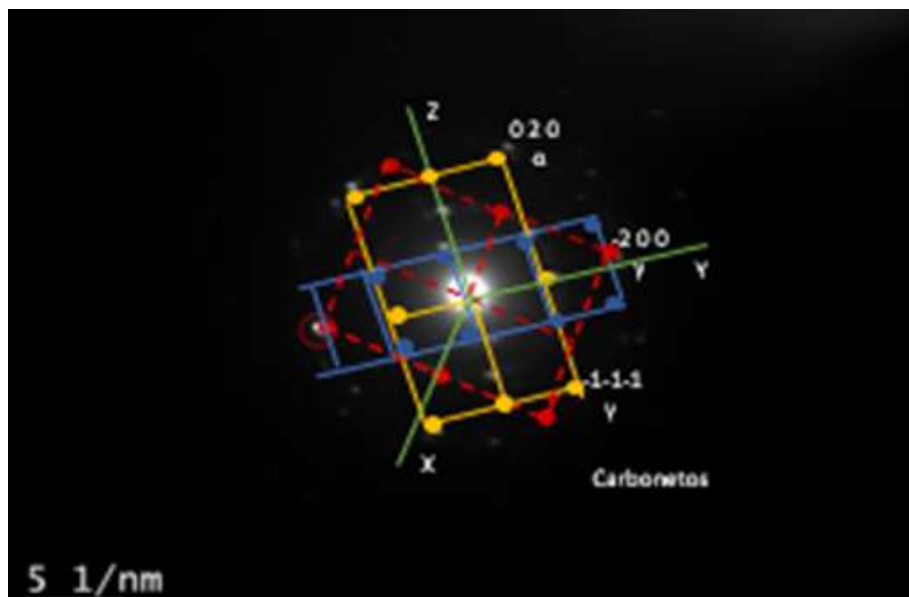


(a)

(b)



(c)

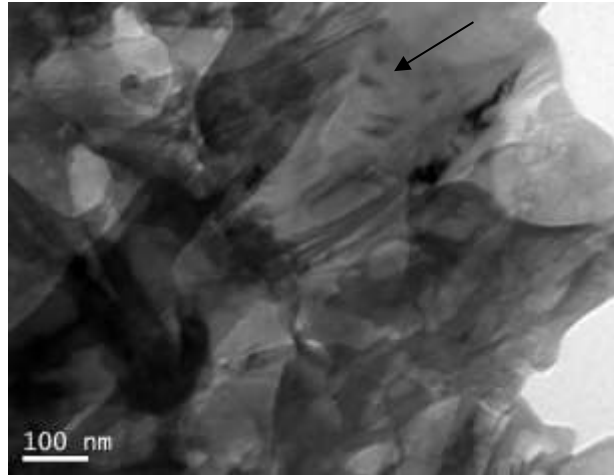


(d)

Fonte: O autor

Observa-se que na região analisada a imagem de difração revela a presença da ferrita, austenita e carbonetos. A Figura 79 mostra detalhes da ferrita e carbonetos.

Figura 79 - Imagem do MET, detalhes da ferrita e carbonetos das amostras com 2,64% de silício, austemperadas a 360 °C, por 15 horas.



Fonte: O autor

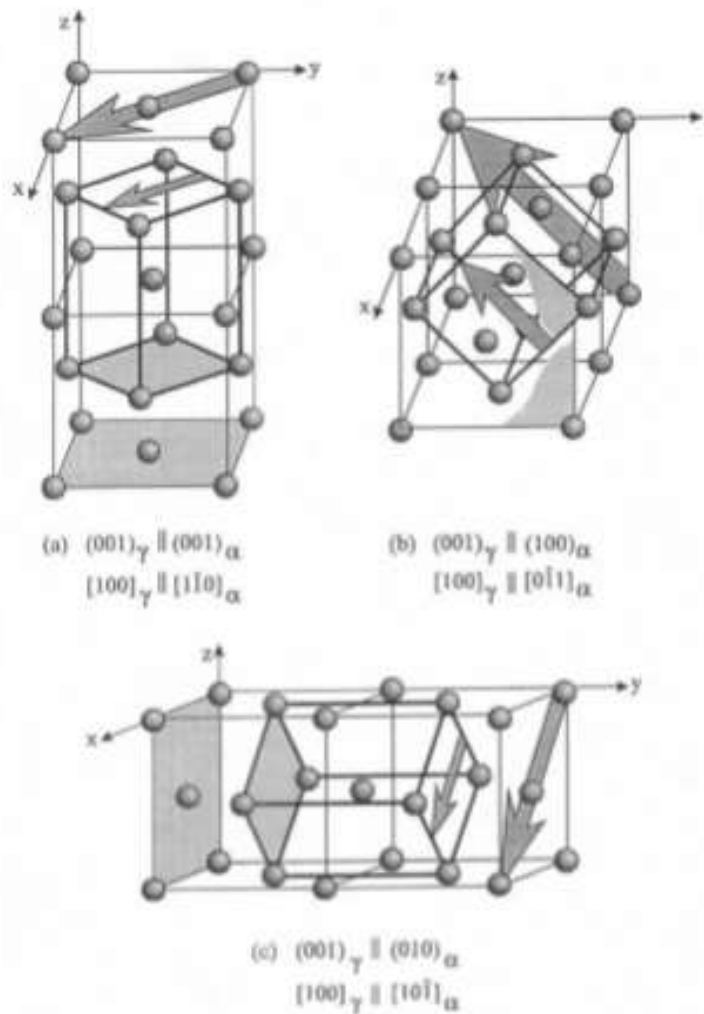
ASSIS, C. L. F. e colaboradores (2012) identificaram a partir da têmpera de aços de baixo carbono, a formação de uma estrutura complexa com morfologia predominantemente acicular, constituída de placas de bainita e martensita. Na análise ao microscópio eletrônico de transmissão observou-se presença de cementita, em forma de bastonetes, no interior das agulhas de martensita. Esta formação de carbonetos foi atribuída pela supersaturação local de carbono na martensita. É possível que no presente trabalho esta precipitação tenha ocorrido, porém, em menor intensidade devido ao efeito do silício de conter a precipitação de cementita.

A existência de uma correspondência cristalográfica entre a ferrita e a austenita, ferrita e martensita e carbonetos, observadas nas análises do MET indica que a vizinhança dos átomos não é alterada pela transformação. Em outras palavras, a transformação se efetua devido a um movimento coordenado dos átomos, sendo o movimento de cada átomo menor que uma distância interatômica. As redes cristalinas dessas microestruturas são diferentes, nesse caso a acomodação de ambas ao longo da interface é muito difícil, o que leva as interfaces serem do tipo semicoerente, isto é, o desajuste crescente entre as duas redes é absorvido periodicamente por uma discordância.

Uma rede cúbica pode ser representada tanto pelo paralelismo entre dois planos quanto por duas direções (geralmente contendo os dois planos envolvidos),

Existem três alternativas para as condições de paralelismo do plano ϵ , em cada caso, somente uma alternativa pode satisfazer simultaneamente o requerido paralelismo da direção. Isto permite três variantes para cada orientação da fase principal, de acordo com este mecanismo, na Figura 80 é apresentada estes mecanismos, sendo mostrados apenas os átomos de ferro.

Figura 80 - Mecanismo de Bain para a transformação da austenita em martensita. As imagens (a), (b) e (c) representam as três direções nas quais o eixo tetragonal pode ser acomodado na estrutura CFC original.



Fonte: GUILLÉN, M. P. B. (1995).

As principais relações de orientação os metais cúbicos são: Kurdjumov-Sachs: $(111)_{\gamma} \parallel (110)_{\alpha}$; $[1-10]_{\gamma} \parallel [1-11]_{\alpha}$; Nishiyama Wassermann: $(111)_{\gamma} \parallel (110)_{\alpha}$; $[1-10]_{\gamma} \parallel [001]_{\alpha}$.

Observou-se nas Figuras 74, 76 e 78, que, para todos os padrões de difração analisados é possível haver tais combinações.

4.2.4. Dureza Brinell e microdureza Vickers

A Figura 81 apresenta os gráficos com a variação da dureza Brinell em função dos tempos de tratamento de austêmpera para as amostras estudadas.

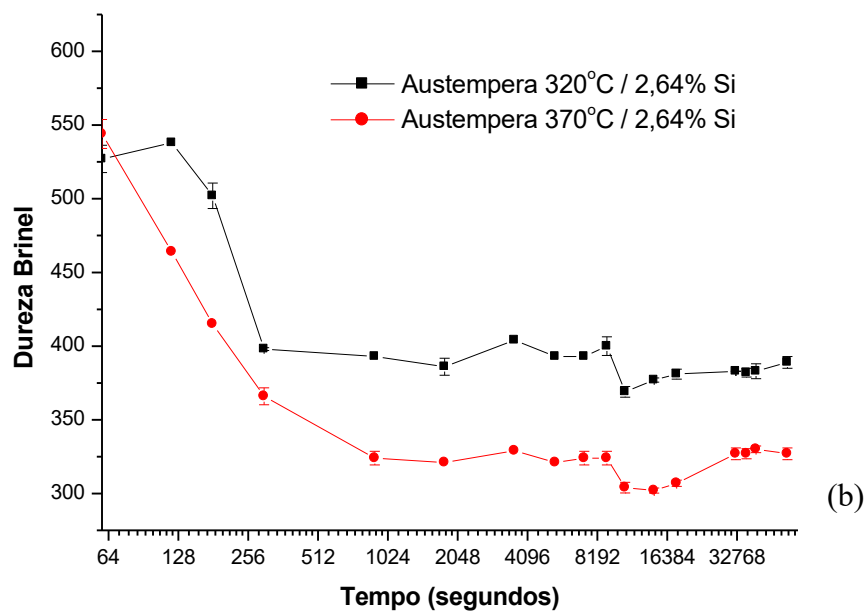
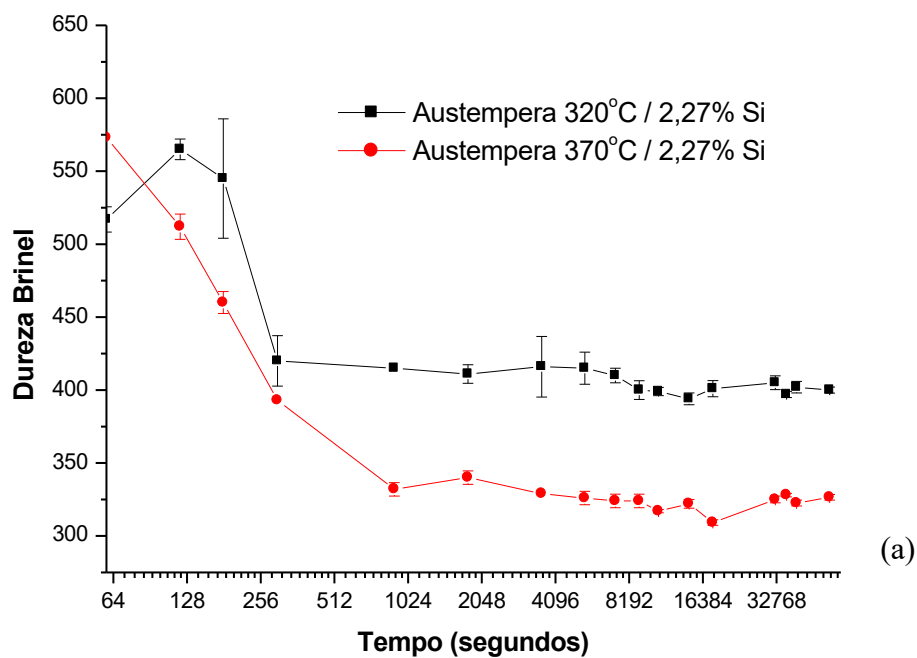
Nota-se que para todas as condições os dois ferros fundidos tiveram comportamentos semelhantes com o tempo de austêmpera. Observou-se altos valores de dureza em tempos iniciais de austêmpera, devido a formação de martensita após o resfriamento em água. A formação de martensita ocorre porque o teor de carbono na austenita na temperatura de austenitização não foi suficiente para estabilizar a mesma. Após, observa-se na Figura 81, que ocorreu uma queda acentuada na dureza entre os tempos 15 e 300 segundos de austêmpera para as amostras austemperadas a 320 °C (de aproximadamente 580 para 400 HB) e entre 15 e 900 segundos para amostras austemperadas a 370 °C (de aproximadamente 580 para 330 HB).

Esta redução de dureza significa que na medida em que a reação de austêmpera evolui ocorre um enriquecimento de carbono na austenita devido a formação da ferrita. Durante este período a austenita vai se tornando gradativamente estável, até que se complete o estágio I da austêmpera.

Quando a dureza atinge um patamar de equilíbrio de equilíbrio (300 segundos para austêmpera a 320 °C e 900 segundos para austêmpera a 370 °C) significa que a austêmpera atingiu o final do estágio I e o início da janela de processo.

O término do estágio I para a austêmpera a 320 °C em tempos menores que para 370 °C é devido ao menor teor de carbono solubilizado na austenita nesta temperatura.

Figura 81 – Variação de dureza Brinell em função dos tempos de austêmpera. (a) Amostras com 2,27 % de silício; (b) Amostras com 2,64 % de silício.



Considerando o diagrama de fases da Figura 6 observa-se que a partir do prolongamento das linhas do campo austenítico-ferrítico, a redução de temperatura de austêmpera fará com que o teor de carbono na austenita aumente. Portanto, as amostras austemperadas a 320 °C deveriam ter a janela de processos terminando em tempos mais longos quando comparados com amostras austemperadas a 370 °C.

Entretanto, segundo DARWISH, et al (1994), em temperaturas de austêmpera mais baixas a austenita tem menor teor de carbono, devido a precipitação de carbonetos no estágio I. Assim sendo, quanto menor for a temperatura de austêmpera maior será a precipitação de carbonetos, fazendo com que o teor de carbono na austenita seja reduzido. Isso faz com que o final do estágio I ocorra em tempos menores para a menor temperatura de austêmpera do presente estudo. Mais adiante será mostrado, com os resultados da microscopia eletrônica de transmissão, que há formação de carbonetos no estágio I da austêmpera.

A Figura 82 apresenta os gráficos com a variação da microdureza Vickers em função dos tempos de tratamento de austêmpera para as amostras estudadas.

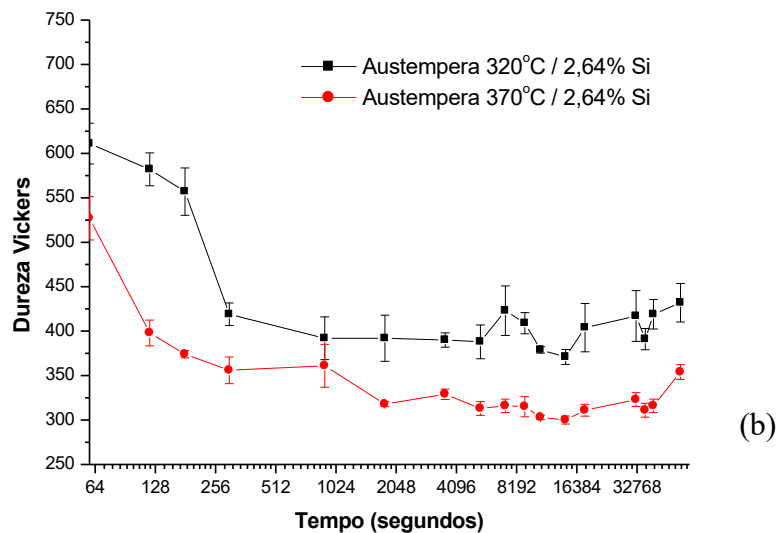
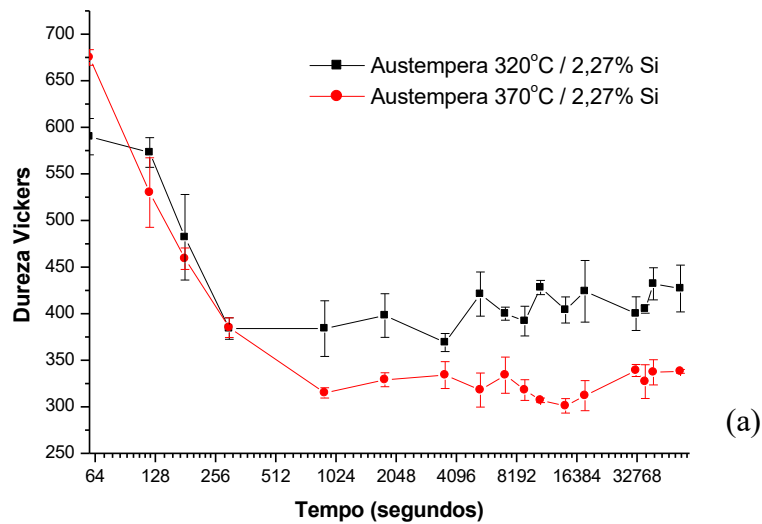
Os resultados do ensaio de dureza não mostraram o início do estágio II (final da janela de processo) de uma forma tão evidente quanto o início do estágio I, para nenhuma das condições estudadas. Observou-se um pequeno aumento da dureza durante o patamar da janela de processo, indicando que há precipitação de cementita.

A Figura 82 (a) mostra este pequeno aumento de dureza entre 3600 e 5400 segundos (1 hora e 1,5 horas) nos resultados das amostras de ferro fundido de baixo silício, austemperadas a 320 °C. A Figura 82 (b) mostra que para as amostras de ferro fundido de alto silício, também austemperados a 320 °C, o acréscimo de dureza ocorreu entre 5400 e 7200 segundos (1,5 e 2 horas). Esta diferença de tempo em que o pequeno aumento de dureza ocorre para as amostras de baixo e alto silício são coerentes, considerando que um dos efeitos do silício é manter a estabilidade da austenita, prolongando o tempo para o início da precipitação de cementita.

A Figura 82 (a) e (b) mostra que as amostras de ferro fundido de baixo e alto silício, austemperadas a 370 °C, ao contrário do que se observou para as amostras austemperadas a 320 °C, não apresentaram aumento de dureza para tempos mais longos de austêmpera.

Figura 82 – Variação de dureza microdureza Vickers em função dos tempos de austêmpera.

(a) Amostras com 2,27 % de silício; (b) Amostras com 2,64% de silício.



Fonte: O autor

A não observância do término da janela de processos para as amostras austemperadas a 370 °C ocorreu também no estudo de MALLIA, J. et al (1998). Este estudo apresentou os percentuais das fases formadas em função do tempo de austêmpera. Em ferros fundidos com 2,02 % de silício, austemperados a 360 °C, mostrou-se um pico de austenita, ao invés de um

patamar. Os autores afirmam que isso ocorre porque a quantidade de austenita retida é maior do que o medido no pico.

Há, portanto, especialmente em temperaturas de austêmpera mais altas, uma sobreposição dos estágios I e II, provocado pela segregação de elementos de liga, tais como o silício e o manganês. Enquanto o silício segrega para regiões próximas aos nódulos de grafita, aumentando a difusão do carbono naquela região, e conseqüentemente o estágio I inicia mais cedo, o manganês segrega para o limite da célula eutética, aumentando a solubilidade do carbono nesta região, e, por consequência, retardando o início da reação de austêmpera nesta região.

Como resultado o volume de austenita atinge um pico após longo período de tempo (acima de 100 minutos), seguido de uma constante diminuição durante várias horas de tratamento. Este comportamento pode ser observado na Figura 82, para as amostras austemperadas a 370 °C. Como a precipitação de cementita (estágio II) leva um tempo demasiadamente longo para ocorrer, a partir do ensaio de dureza do presente trabalho não foi possível detectar o seu início. Somente com tempos longos de austêmpera (próximo de 15 horas) é que se notou uma inversão no comportamento da curva, com um aumento de dureza na ordem de 50 Vickers.

Os estudos de MALLIA, J. et al (1998) mostraram ainda que para ferros fundidos de alto silício (3,31%), austemperados em temperaturas altas (360 °C), a segregação do silício e do manganês tem o efeito de estreitar a janela de processo, fazendo com que o teor de carbono da austenita comece a cair enquanto que a quantidade de austenita ainda é alta, sugerindo que carbonetos começaram a precipitar. Este fenômeno também dificulta a observação do estágio II a partir do ensaio de dureza.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A composição química dos ferros fundidos utilizados no presente trabalho foi suficiente para que houvesse austemperabilidade nas condições de tratamento térmicos propostas. Da mesma forma, as análises qualitativas e quantitativas da microestrutura mostraram que o número de nódulos por milímetro quadrado, o grau de modularização e as quantidades de ferrita, perlita e grafita estavam de acordo com a literatura para a obtenção do ADI.

A temperatura de austêmpera de 320 °C produz microestrutura mais refinada e homogênea em relação a temperatura de 370 °C. Isso pode ser observado em todas as técnicas de caracterização utilizadas neste trabalho.

Os ferros fundidos de alto silício nucleiam maior quantidade de ferrita. Isso foi evidenciado pelas microscopias realizadas a 15 segundos de austêmpera. Ficou comprovado que a influência do silício na solubilidade do carbono na austenita promove alterações na microestrutura dos ferros fundidos nodulares em todos os estágios da austêmpera.

Os ensaios de dureza mostraram que o final do estágio I, para temperatura de austêmpera de 320 °C ocorre em tempos menores do que a 370 °C. Isso ocorre devido ao menor teor de carbono solubilizado na austenita nesta temperatura.

A partir do ensaio de microdureza Vickers observou-se que o teor de silício interfere na precipitação de carbonetos (estágio II) da austêmpera a 320 °C. Enquanto que para o ferro fundido de baixo silício observa-se que a mudança na tendência da curva de dureza ocorre entre 1 e 1,5 horas para o ferro fundido de alto silício esta mudança ocorreu entre 1,5 e 2 horas.

Verificou-se, a partir da microscopia eletrônica de transmissão, que para a temperatura de austêmpera de 370 °C, a precipitação de cementita ocorreu somente em tempos mais longos de austêmpera (15 horas). Nos demais tempos observou-se as microestruturas previstas, ou seja, martensita para as amostras austemperadas a 15 segundos e, ferrita e austenita para as amostras austemperadas por uma hora.

As análises do EBSD e do MET mostraram que tanto o silício quanto a temperatura de austêmpera interferem na orientação cristalográfica da ferrita e da austenita. Estes resultados vão ao encontro dos resultados das análises

metalográficas, uma vez que, durante a austêmpera, a ferrita acicular cresce de forma rápida e em várias direções.

Observou-se que, após o período de estase (janela de processo) não ocorreu alterações significativas nas orientações, comprovando que, as alterações mais importantes ocorrem no período de recristalização, ou seja, durante o particionamento do carbono e crescimento da ferrita.

Embora tenha sido observado orientação em todas as amostras, não foi evidenciado pelo EBSD relações de orientação do tipo Kurdjumon Sachs e Nishivama Wasserman. Já pela análise do MET verificou-se que tais orientações são possíveis.

A textura resultante do tratamento térmico, ou seja, de recristalização, é diferente daquelas obtidas nos tratamentos termomecânicos, onde o sentido de laminação das chapas contribui para a formação das orientações e suas relações.

SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

A partir dos resultados obtidos neste trabalho, sugere-se que em trabalhos futuros sejam aprofundados os estudos de relações de orientações, utilizando somente a microscopia eletrônica de transmissão.

Realizar estudo comparativo da cinética variando o teor de níquel e molibdênio, utilizando análise metalográfica e ensaios de tenacidade.

Realizar estudo relacionado a cinética do estágio I da austêmpera. Variar tempos entre 15 segundos a dois minutos, para temperaturas de 280, 300, 320, 360 e 380 °C.

Realizar a complementação dos resultados obtidos neste trabalho com ensaios mecânicos de tração e tenacidade à fratura, com estudo microscópico das fraturas.

REFERÊNCIAS

AHMADABADI, M. N.; NIYAMA, E.; ECHIGOYA, J. Transmission Electron Microscopy Study of High Temperature Bainitic Transformation in 1wt.% Mn Ductile Iron. **Materials Science and Engineering A**, v. 194, p. 87-98, 1995.

AHMADABADI, M. N. A Transmission Electron Microscope Study of 1 Pct Mn Ductile Iron with Different Austempering Treatments. **Metallurgical and Materials Transactions**, v. 29 B, p. 229, 1998.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM A897/897M: Standard specification for austempered ductile iron castings. **Annual book of ASTM Standards**, v. 01.02.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E 384/10: Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT 6916: Ferro Fundido Nodular ou Ferro Fundido com Grafita Esferoidal.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT 6506: Materiais Metálicos – Ensaio de Dureza Brinell. Parte 1: Método de Ensaio (ISO 6516: 2005, IDT).

AMRAN, Y; KATSMAN, A.; SCHAAF, P.; BAMBERGER, M. Influence of Copper Addition and Temperature on the Kinetics of Austempering in Ductile Iron. **Metallurgical and Materials Transactions**, v. 41 B, p. 1052-1058, 2010.

ASSIS, C. L. F.; ARAÚJO, J. F. R.; MONTANARI, L.; RODRIGUES, A. R.; GALLEGOS, J. Dispersão da Cementita em Aço com Grãos Ferríticos Ultrafinos. **Anais 20º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 2012.

BAHMANI, H; ELLIOTT, R; VARAHRAM, N. The Austempering Kinetics and Mechanical Properties of an Cu-Ni-Mo-Mn Alloyed Ductile Iron. **Journal of Materials Science**. v. 32, p. 4783-4791, 1997.

BALZER, M. E. 2003. Determinação da Janela de Processo de Austempera de um ADI sem adição de Elementos de Liga Através de Ensaios Mecânicos e Metalográficos. **Dissertação**, UFSC. 2003.

BAYATI, H.; ELLIOTT, R.; LORIMER, G.W. Influence of Austenitising Temperature on Austempering Kinetics of High Manganese Alloyed Ductile Cast Iron. **Materials Science and Technology**, v. 11, p. 776-786, 1995.

BAYATI, H; ELLIOTT, R. Role of Austenite in Promoting Ductility in an Austempered Ductile Iron, **Materials Science and Technology**, v. 13, p. 319-326, 1997.

BATRA, U; RAY, S; PRABHAKAR, S. R. The Influence of Nickel na Copper on the Austempering of Ductile Iron. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 13, p. 64-68, 2004.

CULLITY, B. D. and SOCK, S.R., Elements of X-Ray Diffraction, Prentice-Hall, 2001.

BEHERA, G. & SOHALA, S. R. (2012). Effect of copper on the properties of austempered ductile iron castings. **Bachelor thesis**. Department of Metallurgical and Materials Engineering, National Institute of Technology, Rourkela, India.

BHADESHIA, H. K. D. H. **Bainite in Steels**. 2nd ed. Cambridge University Press, p. 454, 2001.

BJORKEGREN, L.-E., HAMBERG, K. e JOHANNESON, B. Propriedades mecânicas e usinabilidade de FoFos nodulares ferríticos endurecidos com silício. **Revista Giesserei Praxis** n 1, p 16-27, jan. 1999.

BOSNJAK, B; RADULOVIC, B. Effect of Austenitising Temperature on Austempering Kinetics of Ni-Mo Alloyed Ductile Iron. **Materiali in Tehnologije**, v. 30, p. 307-312, 1997.

BOSNJAK, B; RADULOVIC, B; POP-TONEV, K; ASANOVIC, V. Influence of Microalloying and Heat Treatment on the Kinetics of Bainitic Reaction in Austempered Ductile Iron. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 10, p. 203-211, 2001.

BOSNJAK, B; RADULOVIC, B. Effect of austenitising temperature on austempering kinetics of Ni – Mo alloyed ductile iron. *Materiali in Tehnologije*, v. 38, p. 307 – 312, 2004.

BUNG, H. J. *Texture Analysis in Materials Science*. Ed. Butterworth & Co Publishes, Berlin, 1982.

CALLISTER, W.D. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. 6 th edition. New York: 2003.

CAMPOS, R. L; LEE TAVARES, F. C; KUNIOSHI, C. T; GOLDENSTEIN, H; SEMA, M. M; LIMA, N. B. Análise de Textura em Ferros Fundidos. **XVI Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 2004.

CARMO, D. J. Desenvolvimento de Processo Tecnológico de Fabricação de Peças em Ferro Fundido Nodular Austemperado (ADI). **Dissertação de Mestrado**. Universidade Federal de Minas Gerais. Curso de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas. Março 2003.

CHANDLER, H. Heat treaters guide: practices and procedures for irons and steels. **ASTM International**, 2 Sub edition, p. 824 – 835, December, 1995.

CHATTERLEY, T.C., MURREL, P. ADI Crankshafts-An Appraisal of Their Production Potential, SAE 980686, **SAE International Congress & Exposition**, Detroit, Michigan, USA February 1998.

CLARKE, A. J., SPEER, J. G., MILLER, M. K., HACKENBERG, R. E., EDMONDS, D. V., MATLOCK, D. K. Carbon partitioning to austenite from martensite or bainite during the

quench and partition (Q&P) process: a critical assessment. **Acta Materialia**. 2008; 56(1):16-22.

DARWISH, N; ELLIOT, R. Austempering of Low Manganese Ductile Iron Part 2 Influence of Austenitising Temperature. **Materials Science and Technology**, v. 9, p. 586-602, 1993.

DELIA, M; ALAALAM, M; GRECH, M. 1997. Effect of Austenitizing Conditions on the Impact Properties of an Alloyed Austempered Ductile Iron of Initially Ferritic Matrix Structure. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 7, p. 265-272, 1998.

DIS – Ductile Iron Society. Disponível em www.ductile.org. Acesso em 10 de abril de 2012.

DORN, T., KEOUGH, J. R., SCHROEDER, T. & THOMA, T. Proceedings of the Keith D. Millis Symposium. Ed.: Wood J. N., Hilton Head, South Carolina, USA, **Ductile Iron Society and AFS**, pp 1. 2003.

DRUSCHITZ, A. P.; FITZGERALD D. C. MADI: Introducing a New, Machinable, Austempered Ductile Iron. **SAE International World Congress, Detroit**, Michigan, March. 2003.

DRUSCHITZ, A. P. FITZGERALD, D. C. **Sae World Congress Detroit**, Michigan, March, 2003.
EDMONDS, D. V. AND SPPER, J. G. Martensitic steels with carbide free microstructures containing retained austenite. **Materials Science and Technology**. 26(4): P.386-391, 2010.

ELLIOT, R. 1988. Cast Iron Technology. London: **Butterworths**, p. 244, 1988.

ELLIOT, R. 1997. Current Status of Austempered Ductile Irons. **Advanced Materials Research**, v. 4-5, p. 1-16, 1997.

Elliot, R. Heat Treatments of Metals. V.3, p. 55, 1997.

EL-KASHIF, E. & MORSY, M. A. Welding of Austempered Ductile Cast Iron. **New York Science Journal**, v.4(4), p.21-27, 2011

ERDOGAN, M. e KILICLI, V. Effect of Ausferrita Volume Fraction and Morphology on Tensile Properties of Partially Austenitised and Austempered Ductile Iron With Dual Matrix Structures. **International Journal of Cast Metals Research**, v. 20, p. 202 – 214, 2007.

ERIC, O; BRDARIC, T; STAJSAVLJEVIC, N; TONIC, M; GRAHAVOC, N; DURICIC, R. Determination of processing Window for ADI Materials Alloyed with Copper. **Association of Metallurgical Engineers of Serbia**, v. 16, p. 91-102, 2010.

FAIVRE, R., VIGNERON, B. e DEGROIS, M. – Influence of carbon and silicon content of formation and morphology of graphite in cast Fe-C-Si alloys. **Cast Metals Research Journal**, V. 10, n. 2, p. 57-61, jun. 1974.

FALLON, M. J. – Experiences in the manufacture of ductile iron. **Congresso Nacional de Fundição – CONAF 95**. Associação Brasileira de Fundição – ABIFA, São Paulo, p. 285-98, set. 1995

FERNANDINO, D. O; MASSONE, J. M; BOERI, R. E. Characterization of the Austemperability of Partially Austenitized Ductile Iron. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 213, p. 1801-1809, 2013.

GALEGO, E. Desenvolvimento de programa computacional para tratamento de dados de textura pela técnica de difração de raios X. **Dissertação de Mestrado**, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2004

GANDARILLA, F. C; CEREIJO, F. C; COBAS, L. F; GOMEZ, J. P. Textura Cristalográfica. **Revista Mexicana de Física**, v. 44, p. 222-230, 1998.

GARCÍA, J. H. Improving the Fracture Toughness of Dualphase Austempered Ductile Iron. **Proyecto realizado en conjunción con la Chalmers University of Technology**. Madrid. España. 2014.

GARCIA, A. B.; ARIZA, E.; TAVARES, C. J. Influence of Substrate Temperature and Post-annealing Treatment on the Microstructure and Electric Properties of ZnO:Al Thin Films Deposited by **Sputtering**, **Materials Science Forum** Vols. 730-732, p 215-220, 2013.

GARCIA, A. B.; ARIZA, E.; TAVARES, C. J.; VILLECHAISE, P. Electron backscatter diffraction analysis of ZnO:Al thin films, **Applied Surface Science**. V. 259, p.590–595, 2012.

GRAJALES, Dairo Hernán Mesa. Análise dos mecanismos de dano de aços inoxidáveis austeníticos com elevado teor de nitrogênio durante desgaste erosivo por cavitação. **Tese (Doutorado de Engenharia Metalúrgica) – Universidade de São Paulo**, São Paulo, 2010.

GRAZDA, A. Analysis of Decomposition Processes of Ausferrite in Copper-Nickel Austempered Ductile Iron, **J Therm Anal Calorim**, v. 102, p. 923-930, 2010.

GRECH, M. and YOUNG, J. M. Impact Properties of a Cu-Ni Austempered Ductile Iron. **Cast Metals**, vol 1 (2), p. 98-103, 1998.

GUESSER, W. L.; HILÁRIO, D. G. A produção dos ferros fundidos nodulares perlíticos. Out. 1999.

GUILLEN, M. P. B. Transformation Textures in Hot Rolled Steels. **Doctor Thesis**. Department of Mining and Metallurgical Engineering. McGill University. Montreal - Canada, (1995).

HAMID, A. S; ELLIOT, R. Austempering of an Mn-Mo-Cu Alloyed Ductile iron Part 1 – Austempering Kinetics and Processing Window. **Materials Science and Technology**, v. 12, p. 679-690, 1996.

HARDING, R. A. **Kovove Mater.**, 45, p. 1, 2007.

HARDING, R. A. Effects of metallurgical process variables on austempered ductile irons, **Metallurgical Materials**, 1986.

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

HAYRYNEN, K. L; KEOUGH, J.R. Austempered Ductile Iron- The State of the Industry. **Applied Process Technologies Div.** - Livonia, Michigan, USA. Keith Millis Symposium on Ductile Cast Iron 2003.

HAYRYNEN, K. L; KEOUGH, J. R. The History and Properties of Grade 750 Austempered Ductile Iron (ADI), **AFS Transactions**, v. 138, p. 665 – 674, 2007.

HERFURT, K. Austenitisch-Ferritisches Gußeisen Mit Kugelgraphit. **Giesserei – Praxis**, v. 3, p. 99-106, 2003.

HERNÁNDEZ-RIVERA, J. L.; CAMPOS CAMBRINIS, R.E.; DE LA GARZA, A. Study of Microstructural Evolution and Mechanical Properties Exhibited by non Alloyed Ductile Iron During Conventional and Stepped Austempering Heat Treatment. **Materials and Design**, v. 32, p. 4756-4762, 2011.

HONEYCOMBE, R.W.K.; BHADESHIA, H. K. D. H. Steels – **Microstructure and Properties**. London: Edward Arnold Publishers, p. 280-301, 1995.

JANOWAK, J. F.; GUNDLACK, R. B. Development of a Ductile Iron for Commercial Austempering. **AFS Transactions. Des Plaines**, v. 91, p. 377-388, 1983.

KEOUGH, J. R. Austempered Ductile Iron. Section IV, 1998, <http://www.ductile.org/didata/Section4/4intro.htm>. Acesso em 24 de fevereiro de 2013.

KEOUGH, J. R. Austempered Ductile Iron (ADI) – a green alternative. **American Foundry Society**, 2011.

KEOUGH, J. R.; HAYRYNEN, K. L. Automotive applications of austempered ductile iron (ADI): a critical review. **SAE transactions**, p. 344-354, 2000.

KEOUGH, J. R. ADI Developments in North America-Revisited, **Applied Process Inc. Technologies Div.**-Livonia, Michigan, USA, June, 2002.

KEOUGH, J. R. & Hayrynen, K. L. (2010). Designing with Austempered Ductile Iron (ADI). AFS Proceedings, Schaumburg, IL, USA, American Foundrymen Society, 1-15, 2010.

KIANI-RASHID, A. R. The Bainite Transformation and the Carbide Precipitation of 4,88% Aluminium Austempered Ductile Iron Investigated Using Electron Microscopy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 474, p. 490-498, 2009.

KIM, Y. M.; LEE H.; KIM N. J. Transformation behavior and microstructural characteristics of acicular ferrite in linepipe steels. **Materials Science Engineering A478**: 361-370, 2008.

KLOCKE, F.; KLÖPPER, C.; LUNG, D.; ESSIG, C. Fundamental Wear Mechanisms when Machining Austempered Ductile Iron (ADI). **CIRP Annals Manufacturing Technology**. v. 56, p. 73-76, 2007.

KOVACS, B. V. Austempered Ductile Iron: Fact and Function. **Modern Casting. Des Plaines: AFS**, v. 80, p. 38-41, 1990.

KOVACS, B.V. On the Terminology and Structure of ADI. **AFS Transactions**, p. 417-420, 1986.

KUTSOV, A; TARAN, Y; UZLOV, K; KRIMMEL, A; EVSYUKOV, M. Formation of Bainite in Ductile iron. **Materials Science and Engineering**, A 273-275, p. 480-484, 1999.

LATONA, M. C. et al. Factors influencing dross formation in ductile cast iron. AFS Transactions, v. 92, p. 881 – 906, 1984.

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

LOTTIDGE, N.M., GRINDAHL, R.B., Nodular Iron Hypoid Gears, SAE 820696, **SAE Fatigue Conference & Exposition**, Dearborn, Michigan, USA 1982.

LUSSOLI, R. J. Efeito da adição de cobre e da seção da peça sobre as características microestruturais e mecânicas de ferro fundido nodular austemperado. **Dissertação de Mestrado**, UFSC, 2003.

MADARIAGA I., GUTIERREZ, I., BHADSHIA, H. K. D. H. Acicular ferrite morphologies in a medium-carbon microalloyed steel. **Metall. Mater Trans A**, 32A: 2187–97. 2001.

MALLIA, J, et al. Effect of Silicon Content on Transformation Kinetics of Austempered Ductile Iron. **Materials Science and Technology**. Vol. 14, pp. 452-460, 1998.

MATTAR, A. R; HECK, S. C; NETO, A. L; FERNANDES, F. A. P; TOTTEN, G. E; CASTELETTI, L.C. Influence of Alloying Elements Cu, Ni and Mo on Mechanical Properties and Austemperability of Austempered Ductile Iron. **International Heat Treatment and Surface Engineering**, vol. 5, p. 78-82, 2011.

MARROW, T. J; CETINEL, H. Observation of Retained Austenite by Electron Backscatter Diffraction in Austempered Ductile Cast Iron. **Heat Treating: Proceedings of the 20th Conference (ASM International)**, p. 491-496, 2011.

MEI, P. R; COSTA E SILVA, A. L. V. Aços e Ligas Especiais. São Paulo: **Editora Edgard Blucher**, 2006.

MEYER, L; HOFMANN, M; SAAL, P; VOLK, W; HOFFMANN, H. In-situ Measurement of Phase Transformation Kinetics in Austempered Ductile Iron. **Materials Characterization**, v. 85, p. 124-133, 2012.

NASR EL-DIN, H; NOFAL, A. A; IBRAHIM, K. M; RAMADAN, A. A. Ausforming of Austempered Ductile Iron Alloyed with Nickel. **International Journal of Cast Metals Research**. v. 10, p. 137-150, 2006.

NILI AHMADABADI, M; FARJAMI, S. Transformation Kinetics of Unalloyed and High Mn Austempered Ductile Iron. **Materials Science and Technology**, v. 19, p. 645-649, 2003.

NOFAL, A. Advances in the Metallurgy and Applications of ADI. **Journal of Metallurgical Engineering**, v.2, p. 1-18, 2013.

OGI, K; JIN, Y. C; LOPER Jr., C. R. A Study of Some Aspects of the Austenitization Process of Spheroidal Graphite Cast Iron. **AFS Transaction**, v. 96, p. 75-82, 1988.

OXFORD INSTRUMENTS PLC (Londres). **EBSD analysis**. 2014. Disponível em: <<http://www.ebsd.com/>>.

PÉREZ, M. J.; CISNEROS, M. M.; ALMANZA, E.; HARO, S. Kinetic Study of the Austempering Reactions in Ductile Irons. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v.21, p. 2460-2466, 2012.

PUTATUNDA, S. K; GADICHERLA, P. K. Influence of Austenitizing Temperature on Fracture Toughness of a Low Manganese Austempered Ductile Iron (ADI) with Ferritic as Cast Structure. **Materials Science Engineering**. A268, p. 5-31, 1999.

PUTATUNDA, S. K; YANG, J. Improvement in Strength and Toughness of Austempered Ductile Cast Iron by a Novel Two-Step Austempering Process. **Materials and Design**, v. 25, p. 219 - 230, 2004.

PUTATUNDA, S. K.; KESANI, S.; TACKETT, R.; LAWES, G. Development of Austenite Free ADI (Austempered Ductile Cast Iron). **Materials Science and Engineering**, A 435-436, p. 112-122, 2006.

PUTATUNDA, S. K.; Comparison of the Mechanical Properties of Austempered Ductile Cast Iron (ADI) Processed by Conventional and Step-Down Austempering Process. **Materials and Manufacturing Processes**, 25 (8), 749-757, 2010.

RAJNOVIC, D., ERIC, O., & SIDJANIN, L. (2012). The standard processing window of alloyed ADI materials. **Kovove Mater.**, 50, 199-208.

RAMADAN, M; NOFAL, A. A; ELMAHALAWI, I; ABDEL-KARIM, R. Influence of Graphite Nodularity on Microstructure and Processing Window of 1,5% Ni – 0,3% Mo Austempered Cast Iron. **Materials Science and Engineering**. A 435-436, p. 564-572, 2006.

RANDLE, V., ENGLER, O; **Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture e Orientation Mapping**. Cap 2 e 3, p. 61-200, 2000.

REIP, C. P.; SCHUSTER, I. Impact of Non-Polygonal Ferrite Microstructures on Technological Properties of CSP® Processed Low Carbon Micro-Alloyed Steels, **Conference: AISTech 2012 - The Iron & Steel Technology**, At Atlanta, Georgia, USA, v. Conference Proceedings, maio, 2012.

ROULA, A.; KOSNIKOV, G. A. Manganese distribution and effect on graphite shape in advanced cast irons. **Materials Letters** v. 4, p. 62, 2008.

RUNDMAN, K.B; KLUG, R.C. An X-Ray and Metallographic Study of an Austempered Ductile Cast Iron. **AFS transaction**, v. 115, p. 499 – 508, 1982.

RUNDMAN, K. B; e ROUNS, T. 1987. Constitution of Austempered Ductile Iron and Kinetics of Austempering. **AFS Transactions**. v. 116, p. 851 – 874, 1987.

RUFF, G. F. Comparison of Austempered Ductile Iron Versus Steel, **American Foundrymen's Society Congress**, Hartford, Connecticut, 1988.

SANTOS, A. B. S. e BRANCO. C. H. C. – Metalurgia dos Ferros Fundidos Cinzentos e Nodulares, **IPT**, São Paulo, 3ª. Edição, 205 p.,1989.

SCHWARTZ, A. J. et al. **Electron Backscatter Diffraction in Materials Science**. 2. ed. New York: Springer, 2009.

SILVA, D; HUPALO, M. F; FERRER, M. D; LIMA, N. B. Efeito das Condições de Austêmpera sobre a Microestrutura de um Ferro Nodular de Classe Ferrítica-Perlítica. 8º Congresso **Ibero Americano de Engenharia Mecânica**. 2007.

SIKORA, J. A; DALL'O, H. A.; URIBURU, G. ADI in Argentina; development and applications. **In: Word Conference on Austempered Ductile Iron. Anais Des Plaines: AFS**, v.1, p.75-89, 1991.

SIKORA, J.; MARTÍNZ, R.; BASSO, A. Influence of Chemical Composition and Holding Time on Austenite $\gamma \rightarrow$ Ferrite α Transformation in Ductile Iron Occurring Within the Intercritical Interval. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 509, p. 9884 – 9889, 2011.

SILVA, M. C. A; CAMPOS, M. F; LANDGRAF, F. J. G; FALLEIROS, I. G. S. Acompanhamento por EBSD da Textura de um Grão de uma Chapa de Aço Elétrico Deformada até 55% de Redução. **III Workshop sobre Textura**. São Paulo. 2006, p. 13-21.

SPPER, J. G.; ASSUNÇÃO, F. C. R.; MATLOCK, D. K.; EDMONDS, D. V. The “quenching and partitioning” process: background and recent progress. **Materials Research**. V. 8, p. 417-423, 2005.

TRUDEL, A; GAGNÉ, M. Effects of Composition and Heat Treatment Parameters on the Characteristics of Austempered Ductile Irons. **Canadian Metallurgical Quartely**, v. 36, p. 289 – 298, 1997.

WEN, D. C.; LEI, T. S. Influence of tempering on the mechanical properties of austempered ductile iron. **Mater Trans JIM**, v. 40, p. 980 – 988, 1999.

YAZDANI, S; ELLIOTT, R. Influence of Molybdenum on Austempering Behaviour of Ductile Iron. Part 1 – Austempering Kinetics and Mechanical Properties of Ductile Iron Containing 0,13% Mo. **Materials Science and Technology**. 1999, v. 15, p. 531-540, 1999.

YAZDANI, S; ELLIOTT, R. Influence of Molybdenum on Austempering Behaviour of Ductile Iron. Part 2 – Influence of Austenitizing Temperature on Austempering Kinetics, Mechanical

Properties, and Hardenability of Ductile Iron Containing 0,13% Mo. **Materials Science and Technology**, v. 15, p. 541-546, 1999.

YAZDANI, S; ELLIOTT, R. Influence of Molybdenum on Austempering Behaviour of Ductile Iron. Part 3 – Austempering Kinetics, Mechanical Properties and Hardenability of Ductile Iron Containing 0,25% Mo. **Materials Science and Technology**, v. 15, p. 885-895, 1999.

YESCAS, M. A.; BHADSHIA, H. K. D. H.; MACKAY, D. J. Estimation of the Amount of Retained Austenite in Austempered Ductile Irons Using Neural Networks. **Materials Science and Engineering**, v. 311, p. 162-173, 2001.

WENBANG, G; GUEDONG, C; LI, L; JING, H; ZNONGNE, Z. Design and Control of Chemical Compositions for High-Performance Austempered Ductile Iron. **Research&Development**, v. 9, p. 143-147, 2012.

ZAHIRI, S. H; PERELOMA, E. V; DAVIES, C. H. J. Model for Prediction of Processing Window for Austempered Ductile Iron. **Materials Science and Technology**, v.18, p. 1163-1167, 2002.

ZIMBA, J.; SIMBI, D. J.; CHANDRA, T.; NAVARA, E. A Dilatometry Study of the Austenitization and Cooling Behavior of Ductile Iron Meant for the Production of Austempered Ductile Iron (ADI). **Materials and Manufacturing Processes** v. 19, p. 907-920, 2004.

ZIVKOVIC, D.; GABRIC, I.; DADIC, Z.; ČATIPOVIC, N., & VRLJCAK, I. Analysis of austempering treatment parameters on properties of ductile iron EN-GJS-400. **Zbornik radova = Proceedings, Hrvatsko društvo za strojarske tehnologije, MTSM 2014**, Split, 2014.