

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

ESCOLA DE ENGENHARIA

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS,
METALÚRGICA E DE MATERIAIS**

LEONARDO PEREIRA

**TRATAMENTO DE AUSTÊMPERA DO FERRO NODULAR E AVALIAÇÃO DAS
PROPRIEDADES MECÂNICAS E METALÚRGICAS DO ADI AUSTEMPERADO
AO AR EM DOIS PATAMARES**

Porto Alegre

2020

LEONARDO PEREIRA

TRATAMENTO DE AUSTÊMPERA DO FERRO NODULAR E AVALIAÇÃO DAS
PROPRIEDADES MECÂNICAS E METALÚRGICAS DO ADI AUSTEMPERADO
AO AR EM DOIS PATAMARES

Dissertação de Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Processos de Fabricação pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Orientador: Prof. Dr. Eng. Vinicius Karlinski de Barcellos

Porto Alegre

2020

CIP - Catalogação na Publicação

Pereira, Leonardo

TRATAMENTO DE AUSTÊMPERA DO FERRO NODULAR E
AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E METALÚRGICAS DO
ADI AUSTEMPERADO AO AR EM DOIS PATAMARES / Leonardo
Pereira. -- 2020.

73 f.

Orientador: Vinicius Karlinski de Barcellos.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal do
Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Programa de
Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de
Materiais, Porto Alegre, BR-RS, 2020.

1. Ferro Fundido Nodular Austemperado. 2.
Austempered Ductile Iron. 3. Austêmpera ar aquecido.
4. ADI. I. Barcellos, Vinicius Karlinski de, orient.
II. Título.

Elaborada pelo Sistema de Geração Automática de Ficha Catalográfica da UFRGS com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

LEONARDO PEREIRA

TRATAMENTO DE AUSTÊMPERA DO FERRO NODULAR E AVALIAÇÃO DAS
PROPRIEDADES MECÂNICAS E METALÚRGICAS DO ADI AUSTEMPERADO
AO AR EM DOIS PATAMARES

Dissertação de Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de
Materiais apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Mestre
em Processos de Fabricação pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia
de Minas, Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do
Sul.

Porto Alegre, 31 de janeiro de 2020.

Resultado: APROVADO

Banca Examinadora:



Prof. Dr. Carlos Alexandre dos Santos
PGETEMA - PUCRS



Profª. Drª. Cíntia Cristiane Petry Mazzaferro
PPGE3M - UFRGS



Prof. Dr. Jorge Luis Braz Medeiros
PPMEC - FURG

Dedico este trabalho aos brasileiros que sempre financiaram os meus estudos.

AGRADECIMENTOS

À comunidade da UFRGS e em especial do PPGE3M por possibilitarem a realização do mestrado em um programa de pós-graduação de reconhecida excelência.

Ao Prof. Dr. Eng. Vinicius Karlinski de Barcellos pela valorosa orientação no período de realização deste estudo e pelo incentivo para a continuidade da vida acadêmica.

Ao meu pai e toda minha família por todo o apoio e incentivo ao longo destes vários anos de vida acadêmica. À minha namorada pelo companheirismo, amor e carinho.

Ao LAFUN e a sua equipe técnica, em especial ao Mestre Eng. Regis do Amaral, ao Dr. Eng. Sergio Bartex e ao Dr. Eng. Carlos Frick por toda ajuda na realização das atividades experimentais e ensinamentos que possibilitaram a realização deste trabalho.

A equipe do LABEMM do Instituto Federal Catarinense, Campus Luzerna, em especial ao Prof. Dr. Mario Wolfart Júnior e ao graduando Matheus Alves da Silva pelo auxílio na caracterização do ADI. As equipes do LAMEF, LdTM, LACER e LS&TC pelos auxílios e disponibilidade de equipamentos.

Aos graduandos Tales Winter, Matheus R. Bellé e Pablo S. Bagatine, bem como aos colegas de pós-graduação Tulio S. Nascimento, Willian M. Pasini e Regis F. do Amaral pela parceria nos estudos realizados e publicados. Também ao amigo Eng. Eduardo N. Bubicz pelas opiniões a respeito dos trabalhos realizados.

Aos amigos próximos e distantes, que tornam a jornada mais divertida e interessante.

RESUMO

Neste trabalho avaliaram-se as propriedades mecânicas e microestruturais do ADI ligado ao Cu-Ni-Mn-Mo com o ciclo de austêmpera realizado no ar aquecido em duas etapas. Barras de Ø 16,5 mm por 90 mm foram austenitizadas em forno resistivo a 860°C por 90 minutos. Realizou-se o resfriamento e primeira etapa de austêmpera em dispositivo experimental soprador de ar aquecido e a segunda etapa de austêmpera em forno mufla. Realizou-se a primeira etapa por 10 minutos em patamar isotérmico, sendo a 290°C no ciclo A, 320°C no ciclo B e 350°C no ciclo C. O patamar na segunda etapa, em todos os ciclos, foi a 380°C por 60 minutos. Os resultados das medidas de dureza Brinell, alongamento, tensão de escoamento, tensão máxima no ensaio de tração para o ciclo A foram de 288 HB, 5,0%, 840 MPa e 988 MPa respectivamente, para o ciclo B, as medidas foram: 264 HB, 5,9%, 717 MPa e 876 MPa; e para o ciclo C: 257 HB, 6,6%, 711 MPa e 888 MPa. Na análise microestrutural verificou-se ausferrita livre de perlita. O teor de austenita de alto carbono no ADI e a quantidade de carbono na austenita de alto carbono, aumentaram com o aumento da temperatura do primeiro estágio de austêmpera.

Palavras Chave: Ferro Fundido Nodular Austemperado, ADI, austêmpera ao ar.

ABSTRACT

In the present work, mechanical properties and microstructural features of an ADI alloyed with Cu-Ni-Mn-Mo submitted to different hot air austempering cycles in a two-step procedure were evaluated. In the austempering first step, cooling and austempering were performed in an experimental hot air blower device. In the austempering second step, the austempering was performed in a muffle furnace. Bars with $\varnothing 16.5$ mm and 90 mm of length were austenitized in an electric resistive furnace for 90 min at 860 °C. Austempering first step was performed for 10 min at 290°C, 320°C and 350°C corresponding to cycles A, B, and C, respectively. The austempering second step was performed for 60 min at 380°C for all cycles. The measurements of Brinell hardness, elongation, yield strength, and ultimate strength for cycle A were 288HB, 5.0%, 840MPa, and 988MPa. For cycle B, the measurements were: 264HB, 5.9%, 717MPa, and 876MPa. And for cycle C: 257HB, 6.6%, 711MPa, and 888MPa. Microstructural analysis indicated the presence of pearlite-free ausferrite. The high carbon austenite content in the ADI, and the amount of carbon in the high carbon austenite, increased with increasing temperature of the first austemper stage.

Keywords: Austempered Ductile Iron, Air Cooling, ADI.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Microestrutura de ferros fundidos, branco (A), maleável (B), cinzento (C) e nodular (D).	19
Figura 2 - Componente de ferramenta com 230 gramas (A) e cabeçote de motor naval de 83 toneladas, ambos fabricados em ferro fundido nodular.	21
Figura 3 - Microestrutura de um ADI austemperado a 400°C. É possível visualizar os nódulos de grafita e a matriz ausferrítica, onde as regiões brancas correspondem a austenita de alto carbono. Ataque Nital.	25
Figura 4 - Comparação das propriedades mecânicas do ADI com diferentes tipos de aços, alumínio e ferro nodular em um diagrama de Ashby de alongamento por tensão máxima.	26
Figura 5: Efeito do Cu, Ni e Mo no diâmetro máximo que pode ser austemperado sem formação de perlita.	30
Figura 6: Representação esquemática de um ciclo completo de austêmpera realizado em uma etapa. Exemplo de três diferentes temperaturas de austêmpera.	32
Figura 7: Representação esquemática de um ciclo completo de austêmpera realizado em duas etapas com aquecimento constante. Inferior: Representação esquemática de um ciclo completo de austêmpera realizado em duas etapas utilizando dois meios de austêmpera.	36
Figura 8: Fluxograma da atividade experimental.	38
Figura 9 - Dispositivo experimental soprador de ar quente para realização de austêmpera.	39
Figura 10: Microestrutura do ferro fundido nodular na condição bruto de fusão. Ataque Nital 2%.	42
Figura 11: Disposição dos fornos e do soprador de ar quente utilizados na realização dos ciclos de austêmpera.	44

Figura 12: Corpo de prova antes do ciclo de austêmpera (superior) e após a realização do ciclo (inferior).....	45
Figura 13 - Diagrama representativo dos ciclos de austêmpera. Em detalhe, o primeiro patamar de austêmpera.	46
Figura 14: Dimensões do corpo de prova utilizado nos ensaios de tração.	46
Figura 15: Medidas das diagonais da indentação realizadas pelo microdurometro.	48
Figura 16: Vazão de ar quente no dispositivo experimental (círculo fechado) e densidade calculada do ar quente (círculo aberto).....	50
Figura 17: Temperatura no centro da barra ao longo de um ciclo completo de austêmpera. Indicação das taxas de resfriamento em diferentes faixas de temperatura.	51
Figura 18: Diagrama TTT simulado no MUCG83 com curva de início de formação da ferrita e da perlita, curva de início da formação da ausferrita e temperatura de início da transformação martensítica (vermelho). Em azul, curva da energia da força motriz da transformação sem difusão (FTO). Curva de resfriamento experimental sobreposta ao diagrama (preto).....	53
Figura 19: Microestrutura da região central do corpo de prova. Ataque com nital 2% e solução com 10% de metabisulfito de sódio.	54
Figura 20: Região da fratura do corpo de prova com maior alongamento de cada ciclo no ensaio de tração. De cima para baixo, amostra do ciclo A, B e C..	57
Figura 21: Microestrutura da região central dos corpos de prova do ciclo A (290-380). Ataque com Nital 2% e solução com 10% de metabisulfito de sódio. De cima para baixo, respectivamente CP A-1, CP A-2 e CP A-3.	59
Figura 22: Microestrutura da região central dos corpos de prova do ciclo B. Ataque com nital 2% e solução com 10% de metabisulfito de sódio. De cima para baixo, respectivamente CP B-1, CP B-2 e CP B-3.	60

Figura 23: Microestrutura da região central dos corpos de prova do ciclo C. Ataque com nital 2% e solução com 10% de metabisulfito de sódio. De cima para baixo, respectivamente CP C-1, CP C-2 e CP C-3. 61

Figura 24: Distribuição dos nódulos de acordo com o tamanho. Classificação da ASTM A247-19. Classe 7: 10 a 20 μm . Classe 6: 20 a 40 μm . Classe 5: 40 a 80 μm . Classe 4: 80 a 160 μm . Classe 3: 160 a 320 μm 63

Figura 25: Difractogramas das amostras analisadas dos ciclos A, B e C. Na parte superior, identificação da fase a que corresponde os picos. 64

LISTA DE TABELAS

Tabela 3-1: Requisitos de propriedades mecânicas das diferentes classes de ferro nodular, de acordo com a ASTM A536-84.	22
Tabela 3-2: Requisitos de propriedades mecânicas para aplicações especiais do ferro nodular, de acordo com a ASTM A536-84.	23
Tabela 3-3: Composição química sugerida para obtenção das diferentes classes de ferro nodular (*quantidade máxima). Adaptada de (TUTTLE, 2012). .	24
Tabela 3-4: Propriedades mecânicas das diferentes classes de ADI, (ASTM A897/A897M-16, 2016).	27
Tabela 3-5: Ciclos de austêmpera e propriedades mecânicas de diferentes ADIs.	31
Tabela 4-1: Composição química do ferro fundido nodular. Porcentagem em peso (%).	41
Tabela 5-1: Resultado da simulação termodinâmica do FactSage, composição de equilíbrio da austenita com a grafita no ferro nodular austenitizado a 860°C.	52
Tabela 5-2: Resultados médios dos ensaios de tração e medidas de dureza. Tensão máxima (UTS), tensão de escoamento (YS), alongamento (A) e dureza. Desvio padrão entre parênteses.	55
Tabela 5-3: Grau de nodularização, número de nódulos, alongamento e microdureza da ausferrita dos CPs de tração. Entre parênteses o desvio padrão.	58
Tabela 5-4: Resultados das análises realizadas nos difratogramas obtidos na difração de raio-X.	64

LISTA DE SÍMBOLOS

D_C – diâmetro crítico
 C_Y^0 – carbono dissolvido na austenita
 T_α – temperatura de austêmpera
 T_γ – temperatura de austenitização
 t_γ – tempo de austenitização
 t_α – tempo de austêmpera
CE – carbono equivalente
HBW – dureza Brinell com indentador de carboneto de tungstênio
UTS – ultimate tensile strength (tensão máxima)
YS – yield strength (tensão de escoamento)
A – alongamento
 γ – austenita
 α_{ac} – ferrita acicular
 γ_{AC} – austenita de alto carbono
 ε – carbonetos
 α – ferrita
 \varnothing – diâmetro
 ρ – densidade
Mm – massa molar
 ΔP – diferença de pressão
 γ_{ar} – densidade do ar
P – pressão
R – constante universal dos gases perfeitos
Z – fator de compressibilidade
wt% – porcentagem em massa
 $T_{\alpha 1}$ – temperatura do primeiro patamar de austêmpera
 $t_{\alpha 1}$ – tempo do primeiro patamar de austêmpera
 $T_{\alpha 2}$ – temperatura do segundo patamar de austêmpera
 $t_{\alpha 2}$ – tempo do segundo patamar de austêmpera
F – força
D – diâmetro esfera indentador
d – diâmetro da indentação
 C_γ – carbono na austenita de alto carbono
 a_γ – parâmetro de latência da austenita
h – tamanho médio do cristalito
 β – largura na metade da altura do pico
 λ – comprimento de onda da radiação
r – coeficiente de determinação
T – temperatura
t – tempo
FTO – força motriz da transformação sem difusão
 M_s – temperatura de início da transformação martensítica

APOIO DE FINANCIAMENTO CAPES

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES).

This study was financed in part by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brazil (CAPES).

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
2	OBJETIVOS.....	18
2.1	Objetivo principal.....	18
2.2	Objetivos secundários	18
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	19
3.1	Ferro Fundido.....	19
3.2	Ferro Fundido Nodular	20
3.3	Ferro Fundido Nodular Austemperado - ADI	24
3.3.1	Composição Química do ADI	28
3.3.2	Ciclo de Austêmpera para obtenção de ADI	32
4	MATERIAIS E MÉTODOS	38
4.1	Dispositivo Soprador de ar aquecido.....	39
4.2	Ferro Fundido Nodular	41
4.3	Avaliação da severidade de resfriamento do dispositivo experimental soprador de ar quente	42
4.4	Simulações.....	43
4.5	Influência da temperatura do primeiro patamar de austêmpera nas propriedades do ADI.....	43
4.5.1	Parâmetros do ciclo de tratamento térmico de austêmpera	45
4.6	Ensaio Mecânicos	46
4.7	Análise microestrutural.....	47
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	50

5.1	Vazão do dispositivo soprador de ar quente	50
5.2	Severidade de resfriamento	51
5.3	Simulações: Composição da austenita e diagrama TTT	52
5.4	Propriedades do ADI em função da temperatura da primeira etapa de austêmpera.....	55
6	CONCLUSÕES.....	67
7	SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS	68
8	REFERÊNCIAS	69

1 INTRODUÇÃO

O ferro fundido nodular quando submetido a um ciclo de tratamento térmico de austêmpera dá origem ao ADI (do inglês, *Austempered Ductile Iron*). Os primeiros registros de aplicações comerciais do ADI ocorreram nos EUA, Europa e na China durante a década de 70, com a manufatura de componentes utilizados em caminhões, automóveis e compressores (KEOUGH; HAYRYNEN, 2000).

Atualmente o ADI encontra aplicações na indústria de equipamentos agrícolas, de máquinas, de ferramentas, na automobilística, e nos setores de mineração, rodoviário e ferroviário. Suportes, cubos de roda, engrenagens, virabrequins, eixos, flanges, hastes são alguns exemplos de aplicações do ADI em componentes mecânicos.

O ADI combina elevada resistência mecânica e dureza com boa tenacidade e ductilidade, possuindo ainda alta resistência ao desgaste e resistência à fadiga. Essas propriedades mecânicas são resultados de sua microestrutura única: a ausferrita, uma combinação de ferrita acicular e austenita de alto carbono. A presença de grafita faz com que o material tenha uma densidade 10% menor do que a do aço (SCHLOSSHAUER, 1964).

As propriedades mecânicas do ADI estão fortemente ligadas aos parâmetros utilizados no ciclo de austêmpera. O ciclo de tratamento envolve três etapas principais, a austenitização, o resfriamento até o patamar de austêmpera e o tratamento isotérmico de austêmpera. Variações na temperatura e tempo de austenitização, bem como na temperatura e tempo de austêmpera, promove mudanças significativas nas propriedades mecânicas do ADI.

O tratamento de austêmpera para obtenção de ADI é tradicionalmente realizado em banho de sais fundidos. Estes banhos de sais, em sua maioria, consistem em uma mistura de nitrato de potássio, nitrato de sódio e nitrito de sódio (KEOUGH, 2013). A mistura ainda pode receber aditivos de modo a conferir estabilidade e reduzir a decarbonetação e em casos especiais até 10% de água com a finalidade de elevar a severidade de resfriamento. Os banhos de sais

demandam uma série de cuidados operacionais e possuem restrições de órgãos de proteção ambiental. Os fornos de banhos de sais possuem perdas térmicas significativas. Peças tratadas em banho de sais necessitam passar por processo de lavagem antes de receberem a pintura.

Questões de licenciamentos, de logística, de recuperação e destinação adequada de resíduos levam ao encarecimento do tratamento, impactando no preço final do componente fabricado em ADI.

Alguns metais e ligas possuem potencial de utilização como meio de austêmpera. Para isso é necessário que estejam no estado líquido em parte ou em toda a faixa de temperatura usual de austêmpera, que pode ir de temperaturas inferiores a 250°C até temperaturas superiores a 420°C. Estudos com algumas ligas metálicas de baixo ponto de fusão, utilizadas como meio para realização de austêmpera com a finalidade de obtenção de ADI, obtiveram bons resultados em escala laboratorial (DE SOUZA et al., 2018; PEREIRA et al., 2019; PEREIRA; L. F. JR. SEIBEL; V. K. DE BARCELLOS, 2018).

Em alguns aparatos experimentais já se utilizou jatos de gás inerte ou fluxo de ar para promover o resfriamento da temperatura de austenitização até o patamar de austêmpera (MEIER et al., 2013; OLAWALE et al., 2017). A utilização de um fluxo de ar aquecido para realização do resfriamento e manutenção em patamar de austêmpera é uma nova técnica proposta para obtenção do ADI. Com a utilização desta técnica proposta, não será necessário à utilização de fornos e banhos de sais para obtenção do ADI, possibilitando redução de custos, de riscos operacionais e de passivos ambientais.

Neste trabalho avaliou-se a utilização de ar aquecido para realização do tratamento térmico de austêmpera, com o objetivo de obtenção de ADI a partir de um ferro nodular ligado ao Cu, Ni, Mn e Mo. Realizou-se austêmpera em dois patamares de temperatura (*two-step*), onde se avaliou o efeito causado por diferentes temperaturas do primeiro patamar nas propriedades metalúrgicas e mecânicas do ADI.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo principal

Em escala laboratorial, realizar o ciclo de tratamento térmico de austêmpera em um ferro fundido nodular ligado ao Cu, Ni, Mn e Mo, utilizando fluxo de ar aquecido durante o resfriamento do patamar de austenitização até o primeiro patamar de austêmpera, e manutenção no primeiro patamar, com o segundo patamar e austêmpera realizado em forno mufla, com o objetivo de obtenção do ferro fundido nodular austemperado (ADI) livre de perlita.

2.2 Objetivos secundários

Avaliar o efeito da temperatura do primeiro patamar de austêmpera nas propriedades mecânicas e metalúrgicas do ADI obtido com austêmpera realizada com ar aquecido.

Mensurar a quantidade de carbono dissolvido na austenita, quantidade de austenita, tamanho do cristalito da ferrita e confirmar a presença das fases identificadas na microscopia óptica, através de análise por difração de raio-X.

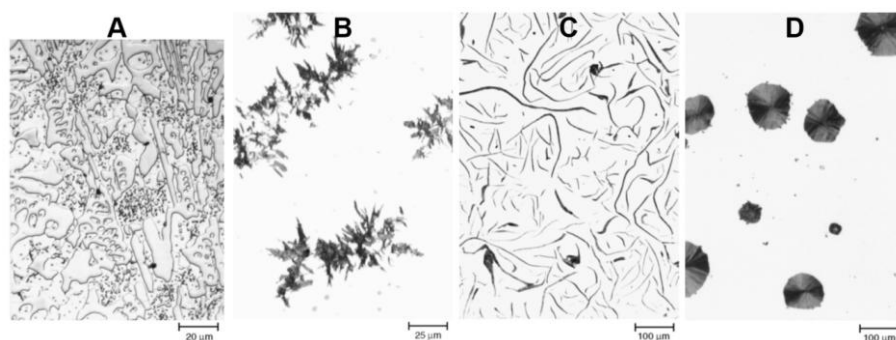
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Ferro Fundido

O ferro fundido é uma liga ternária de Fe-C-Si com composição eutética ou próxima a eutética, que pode ainda receber elementos de liga. Caracteriza-se por possuir boa fundibilidade e baixo custo de fabricação, apresentando propriedades que lhe possibilitam grande flexibilidade de aplicação como material de engenharia (TUTTLE, 2012).

Existem diversos tipos de ferro fundido, a depender de como o carbono se encontra ou da morfologia da grafita, como é possível observar na Figura 1. Se o carbono encontra-se combinado com elementos metálicos, se obtém o ferro fundido branco, que se caracteriza por elevada dureza e resistência ao desgaste. O ferro fundido branco pode ser submetido ao longo tratamento térmico de maleabilização, que lhe garante ductilidade através da precipitação do carbono em forma de grafita. Quando o carbono se encontra livre, da origem o ferro fundido cinzento, vermicular ou nodular, a depender da morfologia da grafita. Os ferros fundidos podem ainda apresentar grande variedade de microestruturas, como ferrita, austenita, perlita, ausferrita, bainita, ledeburita (perlita e cementita) e martensítica.

Figura 1: Microestrutura de ferros fundidos, branco (A), maleável (B), cinzento (C) e nodular (D).



Fonte: Adaptado de (RADZIKOWSKA, 2018).

A composição química e condição metalúrgica no momento do vazamento, combinado com a taxa de resfriamento determinam o tipo e a microestrutura do ferro fundido. Na maior parte das vezes os ferros fundidos podem e são utilizados

na condição bruta de fusão. A realização de tratamentos térmicos adequados pode propiciar melhora significativa nas propriedades mecânicas dos ferros fundidos (CHAKRABARTY, 2017).

3.2 Ferro Fundido Nodular

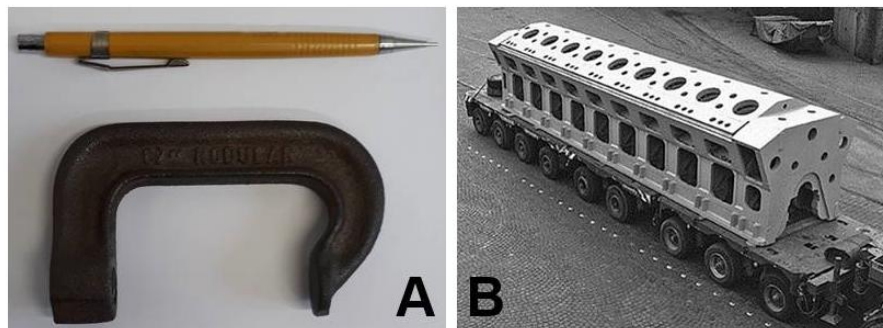
Artigo sobre a história do ferro fundido nodular permite considerar que o ferro fundido nodular foi descoberto na Alemanha na década de 30, visto que em 1938 C. Adey teve seu pedido de patente, que havia sido realizado em 1936, reconhecido. Sua descoberta originou-se a partir de estudos científicos onde se realizava inoculação de ferro fundido cinzento com sódio, cálcio, lítio, magnésio, estrôncio, cério e bário (STEFANESCU, 2018). Em 1943, Millis da INCO (International Nickel Company) já havia descoberto nos EUA que era viável a obtenção de grafita esferoidal, realizando um tratamento do ferro fundido com pequenas quantidades de magnésio. Somente em 1948 Millis anuncia sua descoberta, momentos após o inglês Morrogh apresentar seu trabalho (MORROGH H.; WILLIAMS W.J., 1948) a respeito do tratamento de nodularização com cério, na convenção da AFS (American Foundryman Society).

O ferro fundido nodular passou a ocupar um lugar de destaque na indústria de fundição. Em 1951, a Ford fabricou todos os seus virabrequins com ferro fundido nodular (STEFANESCU, 2018). Dados de 2018 mostram que em nações desenvolvidas, com manufatura de fundidos anual acima de um milhão de toneladas, a produção de nodular é superior a 44% dentre os fundidos ferrosos (A MODERN CASTING STAFF REPORT, 2018). O sucesso do ferro fundido nodular deve-se a facilidade de produção, resistência mecânica, ductilidade, usinabilidade e custo atrativo (TUTTLE, 2012). Como é possível observar na Figura 2 o ferro fundido nodular tem grande flexibilidade em relação ao tamanho do componente.

Atualmente ligas nodularizantes de diferentes composições químicas e granulométricas são comercializadas. Essa variedade tem como objetivo atender os diferentes processos de nodularização e características industriais. O magnésio é sempre o elemento mais importante nas ligas nodularizantes. Elas podem receber adições de cálcio, terras raras, alumínio, cério, entre outros elementos. O trabalho de engenharia nos processos de nodularização, bem como

nas ligas de nodularização, consiste em buscar o melhor rendimento de incorporação do magnésio no ferro fundido.

Figura 2 - Componente de ferramenta com 230 gramas (A) e cabeçote de motor naval de 83 toneladas, ambos fabricados em ferro fundido nodular.



Fonte: Do autor (A) e adaptado de (STEFANESCU, 2018) (B).

Para um bom desempenho, o teor residual de Mg deve ser de 0,03 a 0,05% em massa. A quantidade de magnésio ($qtMg$) a ser adicionada pode ser calculada de acordo com a equação 3.1 (ELLIOTT, 1989). Onde é levado em consideração o teor de enxofre (%S), teor residual de magnésio desejado (rMg) e o rendimento (nMg).

$$qtMg = \frac{0,75(\%S) + rMg (0,03 \text{ a } 0,05\%)}{nMg} \quad (\text{Eq. 3.1})$$

Para garantir uma adequada quantidade de nódulos, grau de nodularização, elevado número de células eutéticas e taxas adequadas de crescimento da grafita, é, também, necessário o tratamento de inoculação. Esse tratamento consiste em adicionar ao banho metálico silício, normalmente na forma de ligas Fe-Si.

Existem diversas teorias que explicam a nucleação e crescimento da grafita, entretanto todas aceitam que a nucleação é heterogênea ocorrendo em pequenos precipitados dispersos no banho metálico (LABRECQUE, 1998; TIEDJE, 2010).

Existem dois grupos de ferro fundido nodular, o primeiro são os hipoeutéticos e eutéticos e o segundo são os hipereutéticos. No primeiro, durante a solidificação, os nódulos de grafita são cercados por austenita, e o carbono que difunde da austenita é que promove o crescimento dos nódulos. Nos hipereutéticos, por outro lado, ocorre a formação e crescimento de parte dos

nódulos da grafita ainda no líquido. Os nódulos, formados antes de o líquido atingir a composição eutética, possuem tamanho superior aos formados na reação eutética. Também por conta da precipitação de grafita no líquido, existe uma tendência de formação de microrechupes. Em casos em que o resfriamento é muito lento, ocorre flotação da grafita. Defeitos de microrechupes, flotação de grafita e formação de nódulos excessivamente grandes levam a deterioração das propriedades mecânicas (PEDERSEN; TIEDJE, 2008; TIEDJE, 2010).

Inúmeras normas estabelecendo requisitos de propriedades mecânicas foram editadas por associação de fundidores, entidades de normatização, órgãos governamentais e empresas. Além das propriedades mecânicas também é comum encontrar recomendações de composição química, microestrutura e níveis de tolerância a defeitos. Neste trabalho, por facilidade de acesso e abrangência mundial, preferencialmente serão citadas as normas da ASTM International. As propriedades mecânicas de cada classe de ferro nodular, de acordo com a A536-84 (ASTM, 2019a), constam na Tabela 3-1, e referem-se tanto ao material utilizado na condição bruta de fusão, como aos que são submetidos a tratamento térmico.

Tabela 3-1: Requisitos de propriedades mecânicas das diferentes classes de ferro nodular, de acordo com a ASTM A536-84.

	Classe 60-40-18	Classe 65-45-12	Classe 80-55-06	Classe 100-70-03	Classe 120-90-02
Res. a Tração mínimo (MPa)	414	448	552	689	827
Res. ao Escoamento mínimo (MPa)	276	310	379	483	621
Alongamento mín. (%)	18	12	6	3	2

Para aplicações mais específicas como, por exemplo, tubos e conexões a norma prevê a possibilidade de serem adotadas as especificações apresentadas na Tabela 3-2.

A composição química do ferro fundido nodular exerce grande influência nas propriedades mecânicas. Com adições de Cobre é possível obter matriz predominantemente perlítica (RIEBISCH et al., 2018) o que permite a obtenção de classes de maior resistência mecânica.

Tabela 3-2: Requisitos de propriedades mecânicas para aplicações especiais do ferro nodular, de acordo com a ASTM A536-84.

	Classe 60-42-10	Classe 70-50-05	Classe 80-60-03
Res. a Tração mínimo (MPa)	415	485	555
Res. ao Escoamento mínimo (MPa)	290	345	415
Alongamento mín. (%)	10	5	3

De modo a facilitar a utilização de diagramas binários de ferro-carbono criou-se o conceito de Carbono Equivalente, que é calculado conforme a equação 3.2.

$$CE = \%C + (\%Si + \%P) / 3 \quad (\text{Eq. 3.2})$$

De acordo com a espessura do componente a ser fabricado, a composição da liga deve ser ajustada, de maneira a minimizar a ocorrência de defeitos (LABRECQUE, 1998).

- até 13mm: CE = 4,4 a 4,6%
- de 13mm a 50mm: CE = 4,3 a 4,6%
- acima de 50mm: CE = 4,3 a 4,5%
- Carbono: 3,0 a 4,0%
- Silício: 1,8 a 2,75%

Existem restrições em relação a quantidade de elementos residuais, o que obriga o fundidor a tomar cuidados com a matéria prima, especialmente em relação à sucata, utilizada na preparação da carga a ser fundida. Os limites desses elementos são:

- Magnésio: 0,03 – 0,06%
- Fósforo: máximo de 0,06%
- Enxofre: máximo de 0,03%
- Cromo: máximo de 0,10%
- Alumínio: máximo de 0,050%
- Telúrio: máximo de 0,003%
- Titânio: máximo de 0,040%

- Arsênio: máximo de 0,020%
- Cádmio: máximo de 0,005%
- Vanádio: máximo de 0,10%
- Estanho, Bismuto, Chumbo e Antimônio: máximo de 0,002%
- Oxigênio: máximo de 50ppm

Os nodulares em sua maioria são produzidos em fornos elétricos de indução. Fornos de indução possuem como vantagens a elevada eficiência energética, a facilidade de operação e promovem excelente homogeneização do banho. O controle na adição de carburantes, com reduzido teor de enxofre, possibilitou que o tratamento de dessulfuração se tornasse não usual. A eficiência do forno de indução em incorporar elementos metálicos e não metálicos é alta, ao contrario de fornos de cúpula que promovem a oxidação destes elementos. Os fornos de indução incorporam totalmente o níquel, molibdênio, cromo e chumbo presentes na carga, o que demanda controle rigoroso da composição química das sucatas de aço (GUNDLACH; LOPER; MORGENSTEREN, 1992). A Tabela 3-3 apresenta um guia de composições químicas recomendadas para obtenção de diferentes classes de ferro fundido nodular.

Tabela 3-3: Composição química sugerida para obtenção das diferentes classes de ferro nodular (*quantidade máxima). Adaptada de (TUTTLE, 2012).

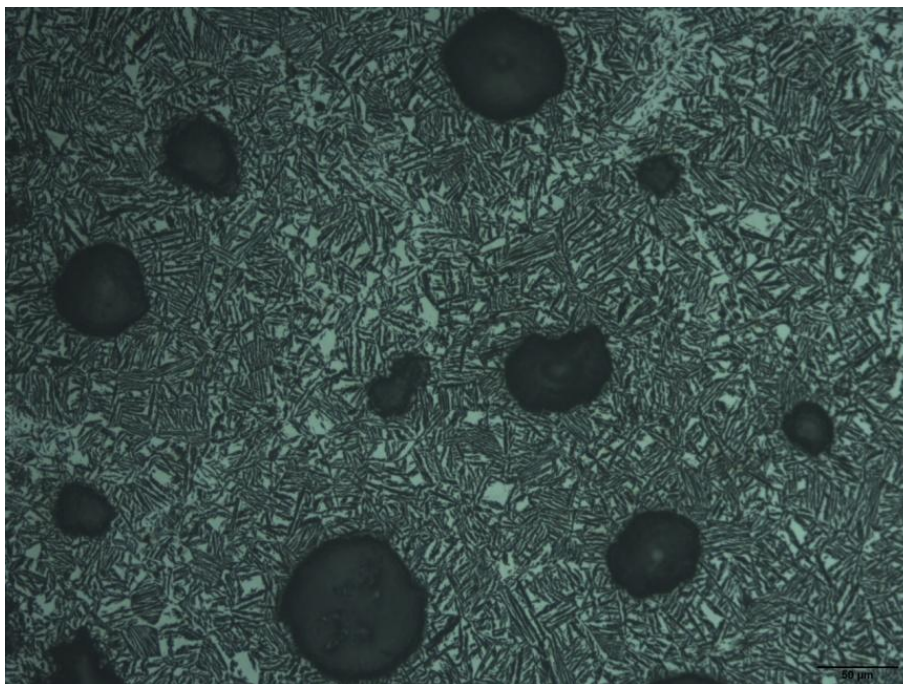
Classe	C (%)	Si (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)	Cr (%)	Ni (%)	Cu (%)
60-40-18	3,5-3,9	2,3-3,0	0,3*	0,05*	0,015*	0,06*	-	-
65-45-12	3,5-3,9	2,5-2,8	0,4*	0,05*	0,015*	0,10*	-	-
80-55-06	3,5-3,9	2,2-2,7	0,2-0,5	0,05*	0,015*	0,10*	-	0,2-0,4
100-70-03	3,5-3,8	2,2-2,7	0,6*	0,05*	0,015*	0,10*	1,0*	0,2-0,5
120-90-02	3,5-3,8	2,2-2,7	0,6*	0,05*	0,015*	0,10*	1,0*	0,2-0,5

3.3 Ferro Fundido Nodular Austemperado - ADI

O ADI é um ferro fundido nodular submetido a um ciclo de tratamento térmico de austêmpera. A microestrutura do ADI é a ausferrita, uma combinação de ferrita acicular e austenita de alto carbono. Essa microestrutura possibilita ao

material excelente combinação de propriedades mecânicas (GUNDLACH; LOPER; MORGENSTEREN, 1992). Na Figura 3 é possível observar a microestrutura ausferrítica de um ADI austemperado a 400°C em banho de Zamac (PEREIRA; L. F. JR. SEIBEL; V. K. DE BARCELLOS, 2018).

Figura 3 - Microestrutura de um ADI austemperado a 400°C. É possível visualizar os nódulos de grafita e a matriz ausferrítica, onde as regiões brancas correspondem a austenita de alto carbono. Ataque Nital.



Fonte: (PEREIRA; L. F. JR. SEIBEL; V. K. DE BARCELLOS, 2018).

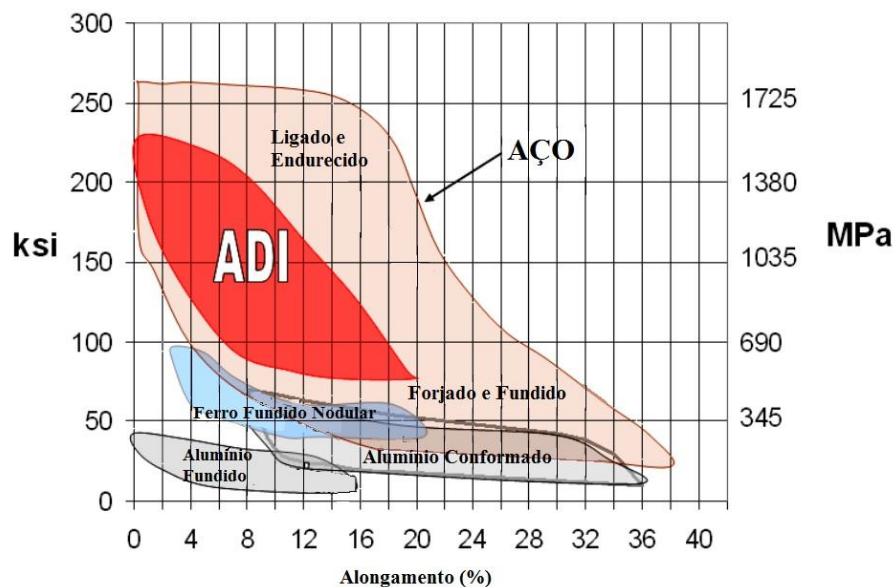
Na ausferrita encontra-se presente a grafita, que possui baixa densidade comparada ao ferro. A presença de grafita permite ao ADI combinar propriedades tais como: adequados níveis de resistência mecânica, ductilidade e tenacidade, elevada resistência ao desgaste com uma densidade menor que a do aço. Estas propriedades mecânicas do ADI, o tornaram uma boa opção de material a disposição de engenheiros e projetistas (SCHLOSSHAUER, 1964).

As propriedades mecânicas do ADI são comparáveis, e em alguns casos superiores a alguns aços forjados comuns. Conforme KOVACS, (1987) a substituição de aço forjado por ADI na fabricação de virabrequins resultou em um componente com peso 10% menor e resistência a tração 35% superior. O autor relatou ainda como vantagens redução de custo de produção, de volume de usinagem, de tamanho de rolamentos e do atrito.

Foi durante as décadas de 1970 e 1980 que se iniciou a fabricação dos primeiros componentes em ADI, como suportes para caminhões leves na Europa e na China (1970), virabrequim de compressor pela Tecumseh Products (1972), coroa e pinhão pela Pontiac Motors (1977), tripóide da junta homocinética pela General Motors (1979), virabrequim de motor V6 pela Ford (1980), engrenagens diversas para motores à diesel pela Cummins (1984) (KEOUGH; HAYRYNEN, 2000).

A facilidade de produção de componentes com geometrias complexas pelo processo de fundição, bem como o domínio da técnica de tratamento térmico de austêmpera, aliado ao custo competitivo possibilitaram a utilização deste material, em componentes anteriormente fabricados em aço ou alumínio através de processos de forjamento, soldagem ou fundição. Não menos importante é a combinação ampla de propriedades mecânicas, como é observável na Figura 4.

Figura 4 - Comparação das propriedades mecânicas do ADI com diferentes tipos de aços, alúminios e ferro nodular em um diagrama de Ashby de alongamento por tensão máxima.



Fonte: Adaptado de (KEOUGH; HAYRYNEN; PIOSZAK, 2010).

Existem inúmeras normas sobre ADI. A da ASTM é a 897/897M-16 (ASTM, 2019a) que define as propriedades do material e estabelece combinação de propriedades mecânicas mínimas, que estão apresentadas na Tabela 3-4, para cinco diferentes classes. A norma também especifica requisitos microestruturais como, por exemplo, ausferrita livre de perlita ou com pequenas quantidades de martensita sendo admitida para as classes de maior resistência à tração.

Em sua última revisão, a ASTM 897/897M-16 manteve a grande maioria das exigências estabelecidas nas versões anteriores. Por outro lado, o requisito de resistência ao impacto, medido no teste de impacto Charpy, deixou de compor o espectro de propriedades exigidas, tornando-se apenas uma opção de requisito a ser acordada entre compradores e fornecedores. Para o ADI a ASTM 897/897M-16 determina que os corpos de prova utilizados no ensaio Charpy sejam sem entalhe, e considera-se a média dos três maiores resultados dentre quatro ensaios.

Tabela 3-4: Propriedades mecânicas das diferentes classes de ADI, (ASTM A897/A897M-16, 2016).

Unidades (sistema métrico)	Classe 1	Classe 2	Classe 3	Classe 4	Classe 5
Res. a Tração, mínimo (MPa)	900	1050	1200	1400	1600
Res. ao Escoamento, mínimo (MPa)	650	750	850	1100	1300
Alongamento, mínimo (%)	9	7	4	2	1
Energia ao Impacto (J), mínimo. (opcional)	100	80	60	35	20
Dureza Brinell (HB), orientativa	269-341	302-375	341-444	388-477	402-512

A produção de ADI requer um ferro fundido nodular de boa qualidade, sendo fundamental um eficiente controle de produção na fundição. A existência de defeitos de fabricação reduzem de forma acentuada as propriedades mecânicas em especial, a ductilidade e tenacidade. Alguns destes defeitos são rechupes, microrechupes, porosidades, inclusões não metálicas, carbonetos, baixa contagem de nódulos e nódulos degenerados (AKBARZADEH CHINIFORUSH; IRANIPOUR; YAZDANI, 2016; BONETI et al., 2017; NAZARBOLAND; ELLIOTT, 1997).

Em estudo realizado por SILVA (2005), onde foi alterada a velocidade de solidificação do ferro fundido nodular, modificando assim o número de nódulos, que passou de 89 nódulos/mm² (molde de areia com manta isotérmica) para 794 nódulos/mm² (molde com resfriador a 2 mm da cavidade), e mantendo a

composição em uma estreita faixa, foi possível avaliar a influência da quantidade de nódulos nas propriedades mecânicas do ADI. Realizando o mesmo ciclo de austêmpera, foi observado pequeno aumento da resistência e pequena redução da dureza com o aumento do número de nódulos. A resistência ao escoamento não apresentou alteração. Por outro lado, o alongamento aumentou à medida que se aumentou a contagem de nódulos, passando de 7% para 15%.

As principais desvantagens do ADI estão relacionadas à limitação da espessura máxima do componente e temperatura máxima de operação. A baixa austemperabilidade dos ferros fundidos limita as dimensões do componente. A fim de melhorar essa propriedade, juntamente com o Si e Mn, se adiciona Cu, Ni e Mo. Este recurso enfrenta limitações, principalmente devido à segregação que ocorre na solidificação (VOIGT, 1989). A operação em temperaturas próxima das temperaturas usuais de austêmpera levará à transformação da austenita de alto carbono em ferrita e carbonetos.

3.3.1 Composição Química do ADI

As recomendações de carbono equivalente em função da espessura permanecem as mesmas do ferro nodular, entretanto a ASTM 897/897M-16 recomenda o carbono na faixa de 3,6% ($\pm 0,20\%$) e silício na faixa de 2,5 ($\pm 0,20\%$). Adição de elementos como Ni, Cu e Mo são indicados para melhorar a austemperabilidade. O manganês também contribui com o aumento da austemperabilidade, entretanto raramente é necessária a realização de adições, pois já se encontra presente nas sucatas de aço utilizadas como matéria prima.

Os elementos de liga devem ser adicionados somente em caso de real necessidade de aumentar a austemperabilidade, respeitando os seguintes limites:

- Manganês: máximo de 0,35%
- Cobre: máximo de 0,80%
- Níquel: máximo de 2,0%
- Molibdênio: máximo de 0,30%

O teor de carbono em solução sólida na austenita em equilíbrio com a grafita, ao fim da austenitização, não depende apenas da temperatura que ocorreu o tratamento. Sofre influência dos elementos de liga adicionados, bem

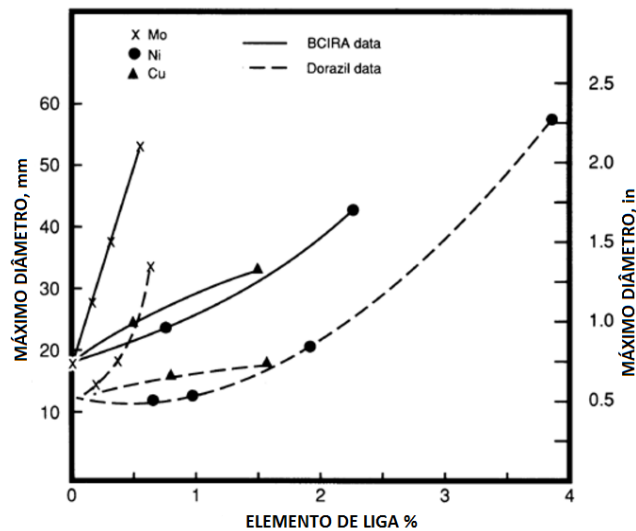
como dos elementos residuais. Estes elementos alteram a solubilidade do carbono na austenita. Os elementos de liga atuam de diferentes maneiras nas propriedades do ADI, possuindo os seguintes efeitos (BOULIFAA; HADJI, 2015; DAVIS et al., 1990; KEOUGH, 1998)

- **Carbono:** Sua presença em solução sólida permite aumento da resistência à tração do ADI. Não existindo problemas de fundição das peças. A sua faixa de composição deve ficar restrita ao intervalo de 3,6 a 3,8%, a maior parte estará na forma de grafita, contribuindo para redução da densidade do ADI.
- **Silício:** Fundamental para formação da grafita durante a solidificação da liga do ferro nodular. Atua dificultando a formação de carbonetos. Possibilita aumento no teor de carbono na austenita de alto carbono, redução da velocidade de formação da ausferrita. Segrega nas células eutéticas de forma severa.
- **Manganês:** Elemento que pode ser benéfico e prejudicial ao mesmo tempo. A avaliação dos seus efeitos deletérios, principalmente em peças de maior espessura, é fundamental. O manganês segrega-se nos contornos das células eutéticas de forma muito severa. O efeito da segregação é ampliado quando se tem baixo número de nódulos. Possui como benefício retardar a formação de perlita, aumentando a austemperabilidade do ferro nodular. É um elemento de baixo custo, que já se encontra em quantidades suficientes na sucata de alguns aços. Seu teor é limitado por conta dos defeitos decorrentes da segregação. Aumenta a solubilidade do carbono na austenita e reduz na austenita de alto carbono. O manganês reduz a janela de processo, isto é, o tempo entre a completa formação da ausferrita e o início da decomposição da austenita de alto carbono em ferrita e carbonetos (formação de bainita).
- **Cobre:** Tem efeito grafitizante e amplia a austemperabilidade. Segrega nas células eutéticas de forma moderada. Aumenta a solubilidade do carbono na austenita na etapa de austenitização, mas por outro lado reduz na austenita de alto carbono formada durante o patamar isotérmico de austêmpera.
- **Níquel:** Atua de forma moderada no aumento da austemperabilidade. Pode ser adicionado até 2% e segrega moderadamente nas células eutéticas.

Reduz a solubilidade do carbono na austenita. Por ser um estabilizador da austenita possibilita aumento da ductilidade.

- **Molibdênio:** Reduz a solubilidade do carbono na austenita na temperatura de austenitização e na austenita de alto carbono na temperatura de austêmpera, facilitando a formação de martensita durante o resfriamento. Por outro lado, é um dos principais elementos que conferem austemperabilidade ao material, como se pode observar na Figura 5, sendo fundamental em peças de maior espessura. Seu teor deve ficar limitado a 0,3%, pois possui tendência de segregar nos contornos de grão de forma severa e formar carbonetos complexos estáveis em temperaturas usuais de austenitização.

Figura 5: Efeito do Cu, Ni e Mo no diâmetro máximo que pode ser austemperado sem formação de perlita.



Fonte: Adaptado de (KEOUGH, 1998)

A combinação de tais elementos é de extrema importância para aumentar a austemperabilidade do ferro nodular (TRUDEL; GAGNE, 1997). Peças que possuem regiões de maior espessura requerem maior adição de elementos de liga. O diâmetro crítico (D_C), como apresentado por (VOIGT; LOPER, 2013), em função da temperatura de austêmpera (T_α), da composição química e do teor de carbono em solução sólida na austenita (C_γ^0) pode ser estimado pela equação 3.3.

$$D_C = 124C_\gamma^0 + 27(\%Si) + 22(\%Mn) + 16(\%Ni) - 25(\%Mo) + 1,68 \cdot 10^{-4} \times T_\alpha^2 + 12(\%Cu)(\%Ni) + 62(\%Cu)(\%Mo) + 88(\%Ni)(\%Mo) + 11(\%Mn)(\%Cu) + 127(\%Mn)(\%Mo) - 20(\%Mn)(\%Ni) - 137 \quad (\text{Eq. 3.3})$$

Como fica evidente na equação 3.3, adicionar pequena quantidade de todos os elementos é mais efetivo que adições em grande quantidade de um ou dois elementos. A necessidade de combinar os elementos deve-se as diferenças de segregação dos mesmos.

Na Tabela 3-5 são apresentados diferentes ciclos de austêmpera, realizados em ferros fundidos nodulares, a composição da liga e as propriedades mecânicas obtidas.

Tabela 3-5: Ciclos de austêmpera e propriedades mecânicas de diferentes ADIs.

Composição (%)	T_y (°C)	t_y (min)	T_α (°C)	t_α (min)	UTS (MPa)	YS (MPa)	A (%)	HB
3,7C, 2,6Si, 0,19Mn, 0,62Ni, 0,2Mo, 0,61Cu [a]	910	120	380	60	963	712	11,2	278
3,4C, 2,41Si, 0,15Mn [b]	927	120	371	120	1062	861	10,5	-
3,7C, 2,6Si, 0,19Mn, 0,62Ni, 0,2Mo, 0,61Cu [a]	900	110	340	60	1140	830	10,2	340
3,7C, 2,6Si, 0,19Mn, 0,62Ni, 0,2Mo, 0,61Cu [a]	910	150	300	120	1290	952	7,5	383
3,4C, 3,1Si, 0,67Cu, 0,62Ni, 0,29Mo, 0,2Mn [c]	910	60	320	90	1433	1242	3,5	370
3,4C, 2,41Si, 0,15Mn [b]	927	120	288	120	1470	1302	3,1	-
3,4C, 3,1Si, 0,67Cu, 0,62Ni, 0,29Mo, 0,2Mn [c]	930	120	280	40	1599	1427	3,1	445
3,4C, 2,41Si, 0,15Mn [b]	927	120	260 + 14°C/h	120	1605	1455	2,1	-

Legenda: [a] (ZHANG et al., 2014), [b] (PUTATUNDA, 2001), [c] (ALVES et al., 2018). Onde temperatura de austenitização (T_y) tempo de austenitização (t_y), temperatura de austêmpera (T_α), tempo de austêmpera (t_α), resistência máxima a tração (UTS), tensão de escoamento (YS), alongamento (A) e dureza Brinell (HB)

Ainda existe divergência de resultados obtidos quanto à influência dos elementos de liga como Cu, Ni, Mn e Mo nas propriedades mecânicas do ADI. Entretanto, como observa-se na Tabela 3-5, é possível obter as diferentes classes

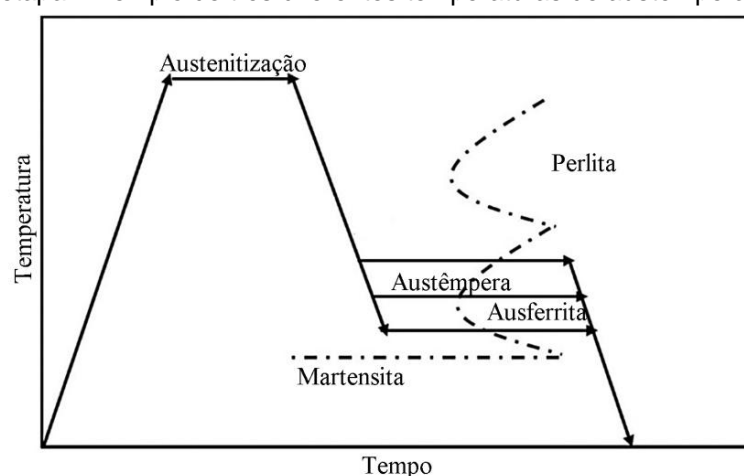
de ADI com ou sem adição dos elementos de liga apenas trabalhando nos parâmetros do ciclo de austêmpera.

3.3.2 Ciclo de Austêmpera para obtenção de ADI

Um ciclo completo de austêmpera é apresentado na Figura 6, sendo a austêmpera realizada em um patamar. O ciclo de tratamento térmico para obtenção do ADI inicia com o aquecimento das peças até a completa austenitização. É a temperatura de austenitização, normalmente compreendida entre 850 e 950°C, o principal fator que determinará o teor de carbono dissolvido na austenita. Quanto maior a temperatura de austenitização, maior o teor de carbono na austenita (BOSNJAK; RADULOVIC, 2004).

O tempo de austenitização deve ser suficiente para saturar a austenita de carbono. Esse carbono advém da dissolução da cementita e difusão a partir dos nódulos de grafita. Desta maneira o tempo de austenitização depende da composição e da temperatura, pois estas variáveis influenciam a velocidade de difusão do carbono. (OLAWALE; OLUWASEGUN, 2016). Em matriz perlítica e com alta contagem de nódulos, o tempo de austenitização necessário para saturação da austenita será menor do que em matriz ferrítica e com baixa contagem de nódulos. Isso porque a totalidade de átomos de carbono percorrerá uma menor distância média.

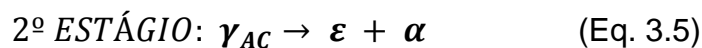
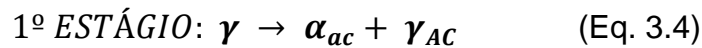
Figura 6: Representação esquemática de um ciclo completo de austêmpera realizado em uma etapa. Exemplo de três diferentes temperaturas de austêmpera.



Fonte: Adaptado de (WANG et al., 2019).

Após a austenitização realiza-se um resfriamento rápido até o patamar de austêmpera. Conforme (KOVACS, 1990) prossegue-se com o tratamento

isotérmico de austêmpera pelo tempo necessário para que a reação de formação da ausferrita se complete. Como se pode observar na reação apresentada na equação 3.4, a austenita (γ), enriquecida de carbono transforma-se em ferrita acicular (α_{ac}) e austenita de alto carbono (γ_{AC}). Por fim, antes que ocorra a reação de decomposição da austenita de alto carbono, conforme equação 3.5 em carbonetos (ϵ) e ferrita (α), deve ser interrompida a austêmpera. O ADI é então resfriado ao ar até a temperatura ambiente.



Devido aos elevados teores de silício presentes no ferro fundido, que é um elemento grafitizante, a precipitação de carbonetos é retardada. Devido a essa atuação do silício, existe um intervalo de tempo entre o final do 1º estágio e o início do 2º estágio. O tempo entre o final do primeiro estágio e o início do segundo estágio é denominado janela de processo. O tempo de austêmpera demasiadamente longo levará a decomposição da austenita de alto carbono, conforme equação 3.5 formando carbonetos e ferrita, essa é a condição termodinâmica estável do ferro nodular austemperado. O segundo estágio leva a queda da ductilidade do ADI, devendo ser evitado (BALZER, 2003).

As combinações dos estudos a respeito de transformações de fase que ocorrem de acordo com a cinética sigmoideal resultaram na equação conhecida como JMAK. Apesar de ter sido desenvolvida no final da década de 30 e considerar que a taxa de nucleação é constante ao longo de todo o tempo e volume, para minimizar o problema de saturação de sítios, o modelo conseguiu manter-se útil até os dias atuais.

$$F_v = 1 - \exp(-(kt)^n) \quad (\text{Eq. 3.6})$$

Na equação 3.6, F_v é a fração transformada, t é o tempo, k é a constante cinética ou constante de velocidade de Arrhenius relacionada á temperatura e n o expoente de Avrami que pode assumir valores entre 0,5 e 4,0 dependendo da condição em que ocorre a transformação de fase (KOHOUT, 2008). A equação de

JMAK é uma opção para casos complexos, pois apresenta melhores resultados que um simples ajuste de curva.

Resultados experimentais do material avaliado permitem a determinação das constantes da equação de JMAK. Estudo conduzido por HUPALO et al. (2012) verificou variação entre 0,15 e 0,67 para o expoente de Avrami em duas ligas submetidas a dois ciclos diferentes de austêmpera.

Um conjunto de programas de livre acesso permite calcular a estimativa de austenita de alto carbono em função composição química do ferro fundido nodular e dos parâmetros do ciclo de austêmpera (MACKAY, 2000). O modelo desenvolvido, e utilizado no software de simulação, leva em consideração os teores de C, Si, Mn, Cu, Ni e Mo presentes na liga do nodular e parâmetros do ciclo de austêmpera, como temperatura e tempo de austenitização e temperatura e tempo de austêmpera (YESCAS; BHADSHIA; MACKAY, 2001). O modelo e o programa de simulação trabalham com um banco de dados composto por resultados experimentais reportados na literatura. Simulações utilizando este software apresentou boa relação com propriedades mecânicas avaliadas em ensaios de impacto Charpy e dureza (PEREIRA et al., 2018) para determinação da janela de processo.

3.3.2.1 Austêmpera

A austêmpera é realizada usualmente na faixa de temperatura compreendida entre 260°C e 420°C. Industrialmente o tratamento é realizado em banho de sais fundidos (uma mistura de nitrato de potássio, nitrato de sódio, nitrito de sódio), que necessitam de cuidados, principalmente quando recebem adição de água, com o objetivo de aumentar a severidade, pois a mistura pode se tornar explosiva em temperaturas elevadas (KEOUGH, 2013). As particularidades do banho de sais levam ao encarecimento do tratamento, devido à questões de licenças ambientais e fiscalização governamental, logística do processo, recuperação e destinação de resíduos pós-tratamento.

A utilização de banhos metálicos para austêmpera de ferro fundido nodular tem sido objeto de avaliação com a utilização de ligas a base de Zn, entretanto

tais ligas ficam limitadas a faixa de temperatura superior de realização da austêmpera (DE SOUZA et al., 2018; PEREIRA et al., 2019). Ligas metálicas de menor ponto de fusão, a base de estanho ou chumbo, também podem ser utilizadas como meio de austêmpera, apresentando excelente severidade de resfriamento e estabilidade (PEREIRA; L. F. JR. SEIBEL; V. K. DE BARCELLOS, 2018). Entretanto o estanho utilizado nestas ligas apresenta alto custo e o chumbo possui severas restrições ambientais.

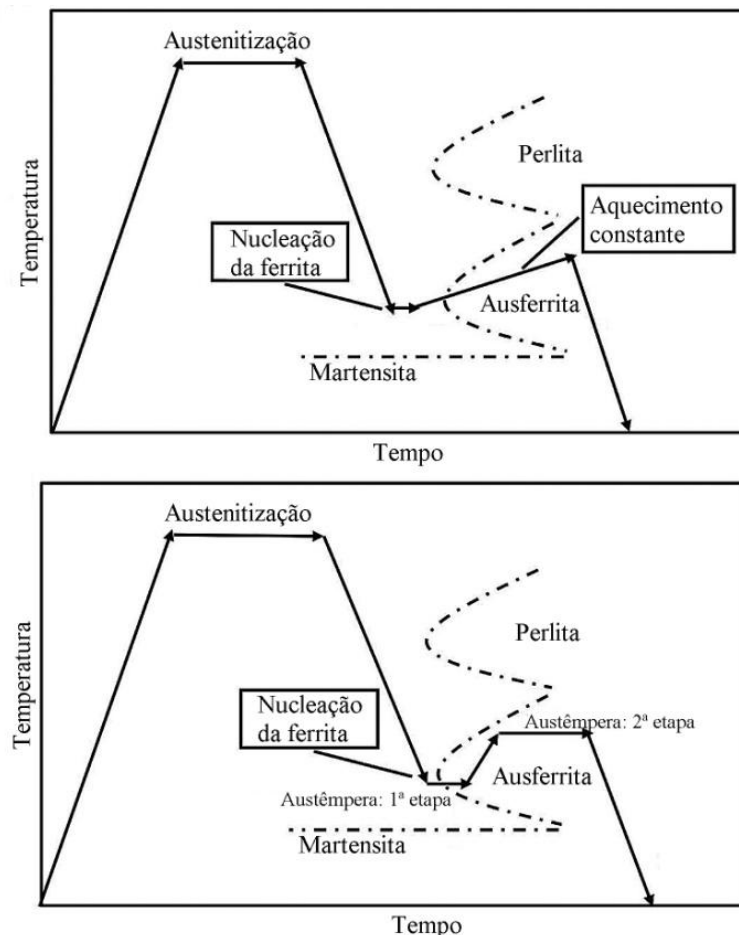
Os parâmetros do processo de fabricação do ADI não devem ser analisados individualmente. Entretanto em baixas temperaturas de austêmpera, tais como as inferiores a 350°C, se obtém ADI onde os ganhos de resistência mecânica e dureza são mais significativos que os ganhos em ductilidade e tenacidade. Por outro lado, quando se utiliza temperaturas de austêmpera superiores a 350°C, por exemplo, a tendência é a obtenção de ADI cujos acréscimos relacionados à tenacidade e ductilidade são mais expressivos do que os relacionados à resistência mecânica (CAKIR et al., 2005).

O acompanhamento da evolução da austenita durante a realização da austêmpera evidencia que, para temperaturas da ordem de 380°C, o aumento do parâmetro de rede da austenita, que se relaciona ao teor de carbono, tende a estabilizar somente após 50 minutos de tratamento. Para um tempo de austêmpera curto, se obtém uma austenita predominantemente não estabilizada. Essa austenita quando é resfriada ou solicitada mecanicamente, se transformará em martensita. (MEIER et al., 2013)

A austenita de alto carbono é formada até o final do primeiro estágio, neste momento o ADI atinge bom índice de estabilidade térmica e mecânica. A estabilidade só é possível por ação do alto teor de carbono em solução sólida na austenita de alto carbono, quanto maior o teor de carbono na austenita de alto carbono maior será a sua estabilidade. Em austêmpera realizada em baixas temperaturas, tais como 260°C e 268°C, essa estabilidade mostrou-se nula. Muito diferente é a estabilidade quando a austêmpera é realizada em altas temperaturas, como 371, 385 e 399°C onde apenas uma pequena fração da austenita de alto carbono se transforma em martensita ao ser levada a temperaturas criogênicas (PANNEERSELVAM et al., 2015).

A austêmpera em duas etapas pode ser realizada de duas maneiras. Conforme se observa na Figura 7, a primeira maneira consiste em promover o aquecimento do meio durante toda a realização da etapa de austêmpera. A grande vantagem deste método é que não necessita de dois meios de austêmpera (fornos, banhos, sopradores, etc). A segunda maneira de realizar austêmpera em duas etapas é utilizando dois meios de austêmpera com diferentes temperaturas. Na segunda maneira pode-se trabalhar com grande diferença de temperatura entre o primeiro e segundo patamar, como é também possível observar na Figura 7.

Figura 7: Representação esquemática de um ciclo completo de austêmpera realizado em duas etapas com aquecimento constante. Inferior: Representação esquemática de um ciclo completo de austêmpera realizado em duas etapas utilizando dois meios de austêmpera.



Fonte: Adaptado de (WANG et al., 2019).

A redução da temperatura de austêmpera favorece a nucleação da ferrita, diminuindo as dimensões de suas agulhas, onde esta condição gera aumento da resistência mecânica por redução do espaço livre, associado ao caminho para

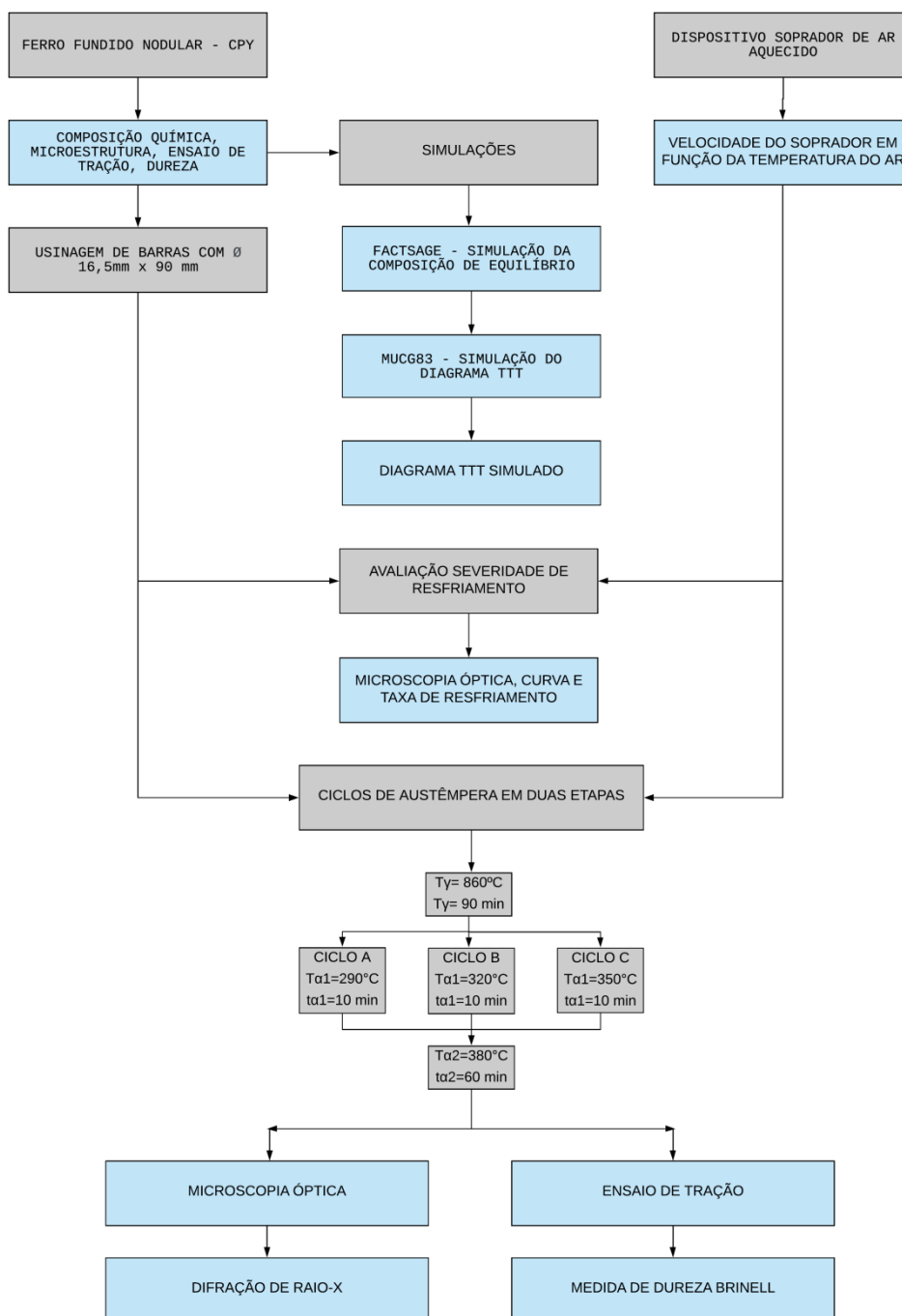
movimentação de discordâncias. Ou seja, o processo de nucleação da ferrita é favorecido por maior super resfriamento, assim quanto menor a temperatura de austêmpera mais fina é a microestrutura. De outro modo, a difusão é um processo fortemente dependente da temperatura, desta maneira, aumentando a temperatura na austêmpera é possível obter austenita de alto carbono com maior quantidade de carbono. O conceito da austêmpera em duas etapas visa obter uma ferrita acicular fina e uma austenita de alto carbono com elevado teor de carbono, assim mais estável. A combinação microestrutural obtida com a austêmpera em duas etapas resulta em propriedades mecânicas ainda melhores que a do ADI obtida em uma única etapa (PUTATUNDA et al., 2006; PUTATUNDA; GADICHERLA, 1999).

Neste trabalho, se utilizará o método de tratamento em duas etapas utilizando dois meios de austêmpera. Sendo que para realização do resfriamento e da primeira etapa utilizou-se fluxo de ar aquecido, algo até então não utilizado; e a segunda etapa em forno resistivo. A realização do tratamento térmico de austêmpera, com o objetivo de obtenção de ADI, é realizada exclusivamente no ar.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão apresentados os dispositivos, equipamentos, materiais e procedimentos adotados na realização deste estudo. Na Figura 8 o fluxograma que representa a sequência adotada.

Figura 8: Fluxograma da atividade experimental.

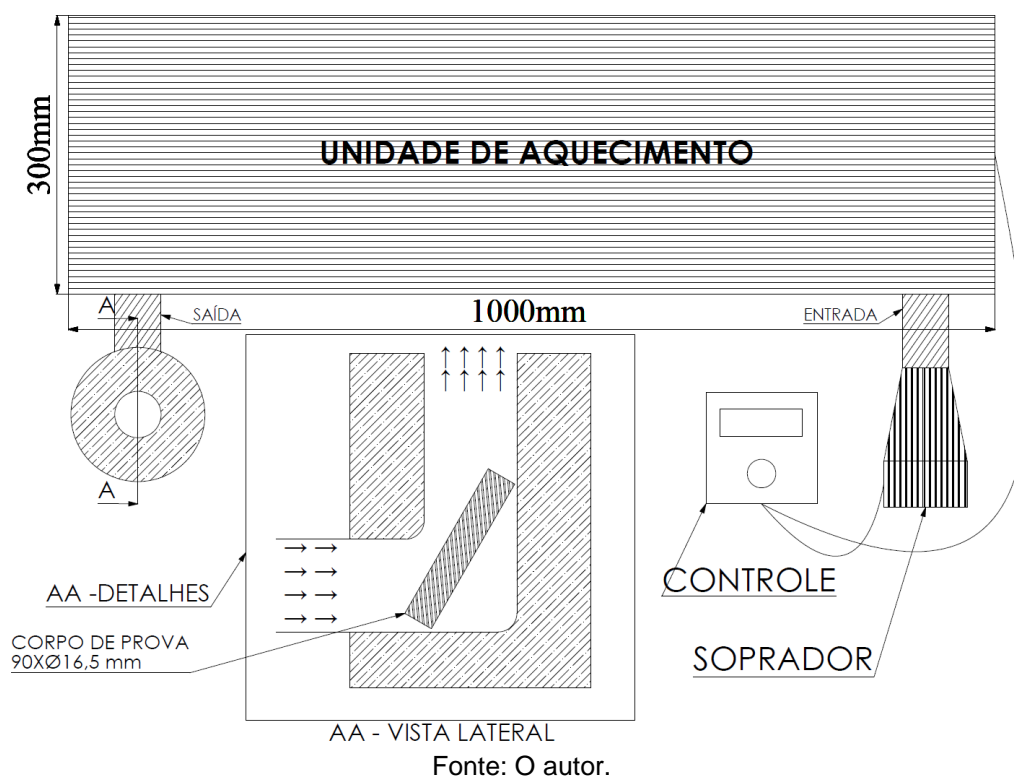


Fonte: O autor.

4.1 Dispositivo Soprador de ar aquecido

Construiu-se um dispositivo experimental soprador de ar quente, cuja finalidade é aquecer um fluxo de ar até a temperatura objetivada de austêmpera. O diagrama do dispositivo experimental soprador de ar quente é apresentado na Figura 9. A unidade sopradora possui um ventilador do tipo siroco de nove pás, com diâmetro interno de 22 mm, diâmetro externo de 58 mm e altura média de 21 mm.

Figura 9 - Dispositivo experimental soprador de ar quente para realização de austêmpera.



O ventilador é acionado por um motor elétrico, com 92 watts de potência na menor velocidade ou 155 watts na maior velocidade. A menor velocidade de rotação é de 11200 ($\pm 0,05\%$) rotações por minuto e a maior de 14550 ($\pm 0,05\%$) rotações por minuto, medida com um tacômetro digital. Nos testes realizados neste estudo optou-se em utilizar a menor velocidade. A pressão estática da unidade sopradora é de 12 mmHg na menor velocidade e atinge 20 mmHg na maior velocidade.

A unidade de aquecimento do dispositivo é composta por três resistências de 2500 W cada, dispostas em paralelo. As resistências são do tipo aletadas, com comprimento de aproximadamente 850 milímetros, possuindo secção retangular

de 54 mm de largura por 30 mm de altura. A unidade de aquecimento do dispositivo possui um controlador de potência. Através do controlador de potência, com auxílio de um corpo de prova de controle instrumentado com termopar tipo K, regula-se a temperatura de saída do ar aquecido.

O duto de saída de ar quente, local onde o corpo de prova austenitizado é posicionado para resfriamento, possui 50 mm de diâmetro. Na Figura 9 é detalhado como o corpo de prova é posicionado no duto.

Mediu-se a velocidade do ar no duto de saída, a cada 30°C no intervalo de temperatura compreendido entre 260°C e 410°C. Utilizou-se um Tubo de Pitot Clássico, com ponta hemisférica, diâmetro interno de 3,6mm e diâmetro externo de 7,6mm. Empregou-se o método de centroides de áreas iguais com $n = 3$. Para cada raio (0,40%, 0,70% e 0,91%), realizaram-se quatro medidas de pressão, sendo uma a cada 90 graus. Conforme (DELMÉE, 2003), em seu clássico “Manual de Medição de VAZÃO”, a velocidade do ar é calculada pela equação 4.1.

$$V_{ar} = 4,4287 \sqrt{\frac{\Delta P}{\gamma_{ar}}} \quad (\text{Eq. 4.1})$$

A velocidade do ar (V_{ar}) é medida em m/s, a diferença de pressão (ΔP) é informada em mmH₂O a 4°C e o peso específico do ar (γ_{ar}) em Kgf/m³. Para medir a pressão diferencial, conectou-se o Tubo de Pitot Clássico a um tubo em U com escala em milímetros. De maneira a aumentar a resolução de leitura utilizou-se como fluido no tubo U, álcool etílico com densidade de 0,7825g/cm³, sendo posteriormente convertido para mmH₂O. Considerou-se o ar incompressível e seco. A densidade do ar na temperatura de saída foi calculada utilizando a equação 4.2.

$$\rho = \frac{M_m \cdot P}{R \cdot T \cdot Z} \quad (\text{Eq. 4.2})$$

A densidade (ρ) é dada em kg/m³, a massa molar (M_m) é de 0,02896 kg/mol para o ar seco, a pressão (P) é de 1,01325 bar, a constante dos gases (R) é 83,143x10⁻⁶ bar.m³./mol.K, o fator de compressibilidade (Z) foi considerado 1,0004, a temperatura (T) informada deve ser em Kelvin.

4.2 Ferro Fundido Nodular

O ferro fundido nodular utilizado foi produzido em ambiente industrial. A fusão ocorreu em forno de indução industrial com 4000 kg de capacidade, sendo a carga composta de sucata de aço baixo manganês, sucata de aço, retorno de ferro fundido, carburante, carbetto de silício (SiC), ferrosilício (Fe-45Si), níquel e cobre. O tratamento de nodularização ocorreu com adição de até 1% de Fe-45Si-8Mg em panela de nodularização com capacidade de 500kg e sistema sanduiche. O tratamento de nodularização ocorreu com o metal a aproximadamente 1500°C. O ferromolibdênio é adicionado juntamente com a liga de nodularização.

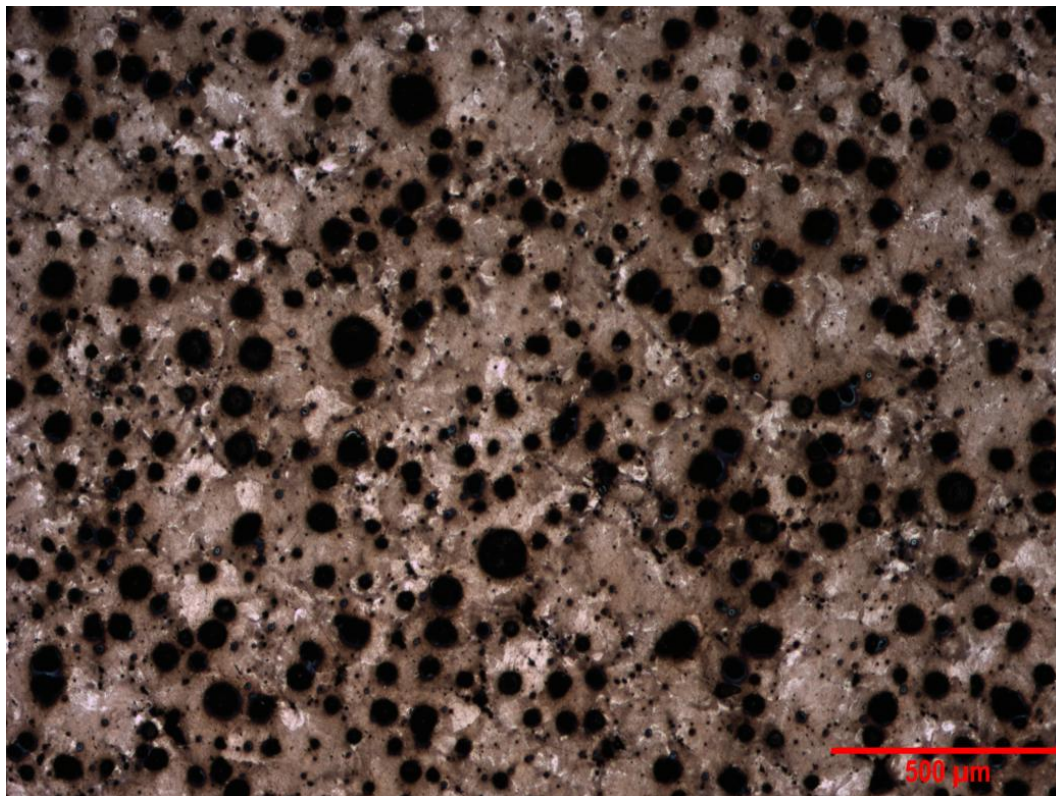
O tratamento de inoculação ocorreu no jato, durante a transferência do metal da panela de nodularização para panela de vazamento. Utiliza-se aproximadamente 0,6% de inoculante comercial, granulado, que além de altos teores de silício pode conter pequenas quantidades de cálcio, alumínio, zircônio e lantânio. A composição química do ferro fundido nodular, medida em espectrômetro, é apresentada na Tabela 4-1. Com exceção do estanho, os demais elementos estão dentro da faixa indica pela ASTM 897/897A. Imediatamente após a transferência e inoculação o metal é vazado, a aproximadamente 1350°C. Os moldes dos blocos Y (CP-Y) de 25 mm são confeccionados em areia de macharia e o carbono equivalente é de 4,33%, adequado para espessura de 13 a 50 mm.

Tabela 4-1: Composição química do ferro fundido nodular. Porcentagem em peso (%).

C	Si	Mn	Cu	Ni	Mo
3,56	2,30	0,32	0,66	0,53	0,18
Mg	Sn	S	P	Cr	Fe
0,034	0,02	0,07	0,021	0,03	Bal.

A desmoldagem ocorreu somente após o CP-Y esfriar o suficiente para não estar mais na cor rubro. Para realização dos experimentos, retirou-se da região útil dos CP-Y barras cilíndricas de 16,5 mm de diâmetro por 90 mm de comprimento. A matriz do ferro fundido nodular, Figura 10, é predominantemente perlítica.

Figura 10: Microestrutura do ferro fundido nodular na condição bruto de fusão. Ataque Nital 2%.



Fonte: O autor.

4.3 Avaliação da severidade de resfriamento do dispositivo experimental soprador de ar quente

Uma barra instrumentada ($\varnothing 16,5\text{mm}$ por 90 mm de comprimento) com termopar tipo K em seu centro, foi submetida a um ciclo de austêmpera, sendo a temperatura monitorada durante todo o ciclo. Para aquisição e registro de dados da temperatura, utilizou-se plataforma de aquisição de dados da National Instruments, com taxa de aquisição de 10 Hz acoplada a um computador portátil. O objetivo principal desta etapa foi determinar a severidade de resfriamento do dispositivo experimental soprador de ar quente.

Para esse teste de severidade foi definida a temperatura de austenitização (T_{γ}) em 860°C , o tempo de austenitização (t_{γ}) de 90 minutos, a temperatura do primeiro patamar de austêmpera ($T_{\alpha 1}$) de 340°C , o tempo do primeiro patamar de austêmpera ($t_{\alpha 1}$) de 10 minutos, a temperatura do segundo patamar de austêmpera ($T_{\alpha 2}$) de 380°C e o tempo do segundo patamar de austêmpera ($t_{\alpha 2}$) de 55 minutos.

Realizou-se a austenitização em forno resistivo do tipo poço. Carburante foi colocado em seu fundo de maneira a gerar uma atmosfera rica em CO e CO₂, reduzindo assim oxidação da barra. O resfriamento e permanência em primeiro patamar de austêmpera ocorreram no dispositivo soprador de ar aquecido. O segundo patamar de austêmpera, foi realizado em forno resistivo do tipo mufla. A transferência entre os fornos e dispositivo foi realizada o mais breve possível com o auxílio de uma tenaz.

4.4 Simulações

Para estimar se a taxa de resfriamento obtida no núcleo da barra é suficiente para obtenção de ausferrita livre de perlita, simulou-se um diagrama TTT e a composição de equilíbrio da austenita com a grafita na temperatura de austenitização. A composição química de equilíbrio, da austenita com a grafita, na temperatura de austenitização foi calculada por simulação termodinâmica utilizando o software Factsage 7.2, com databases FSstel 7.2 e FactPS 7.2. Considerou-se para essa simulação termodinâmica a temperatura de 860°C, pressão de uma atmosfera e a composição do ferro nodular como sendo de Fe, C, Si, Cu, Ni, Mn e Mo. Durante o resfriamento as reações ocorrerão na austenita, sendo necessário para realizar a simulação de o diagrama TTT conhecer a sua composição.

A composição química da austenita em equilíbrio com a grafita na temperatura de austenitização, calculada no Factsage é informada ao software MUCG83 (MATHEW PEET AND H.K.D.H. BHADSHIA, [s.d.]) e simulou-se o diagrama TTT de acordo com as orientações do desenvolvedor. A curva de resfriamento obtida experimentalmente com a barra instrumentada, foi sobreposta no diagrama TTT simulado. Dentre outros dados, o software MUCG83 fornece energia da força motriz da transformação sem difusão (FTO) em função da temperatura.

4.5 Influência da temperatura do primeiro patamar de austêmpera nas propriedades do ADI

Para realização da austenitização das barras (Ø16,5 mm por 90 mm de comprimento), utilizou-se um forno do tipo poço com controlador de temperatura,

equipado com um cadinho de aço pintado com tinta refrataria à base de zirconita. A função deste cadinho de aço é evitar o contato acidental das barras com as resistências do forno e reduzir flutuações de temperatura.

O resfriamento e primeira etapa de austêmpera foram realizados no dispositivo soprador de ar quente. A temperatura do soprador de ar quente sempre foi previamente ajustada. Ajustou-se a temperatura através do controlador de potência das resistências, com o auxílio de uma barra instrumentada com termopar, tipo K, ligado a um medidor de temperatura SALVTERM 1200K.

O forno mufla para realização do segundo patamar de austêmpera é equipado com controlador eletrônico de temperatura. Na Figura 11 observa-se a disposição dos equipamentos utilizados na realização dos ciclos de austêmpera.

De maneira a verificar se os corpos de prova foram submetidos as temperaturas corretas, monitorou-se de forma contínua e durante todos os ciclos as temperaturas nos fornos poço e mufla. O monitoramento foi feito com barras instrumentadas com termopares do tipo K na região central, sendo a aquisição realizada por placa Novus e a exibição em computador portátil.

Figura 11: Disposição dos fornos e do soprador de ar quente utilizados na realização dos ciclos de austêmpera.

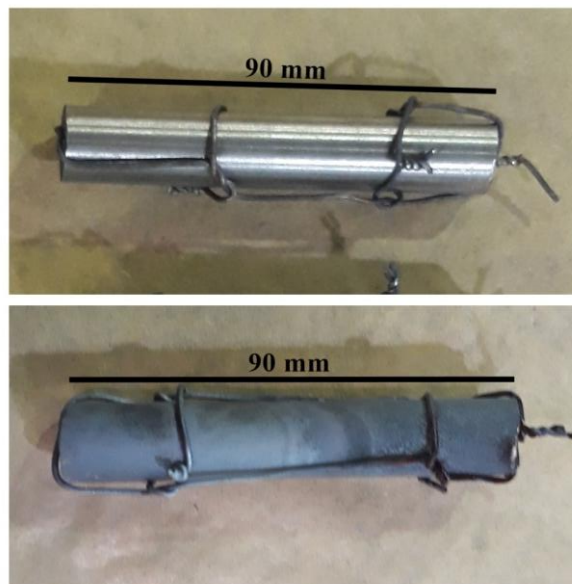


Fonte: O autor.

A movimentação das barras entre os diferentes fornos e dispositivo soprador de ar quente foi realizada com auxílio de uma tenaz. Conforme é

possível observar na Figura 12, um fio de arame foi preso nos corpos de prova, cuja finalidade é evitar o contato da tenaz diretamente com a barra.

Figura 12: Corpo de prova antes do ciclo de austêmpera (superior) e após a realização do ciclo (inferior).



Fonte: O autor.

4.5.1 Parâmetros do ciclo de tratamento térmico de austêmpera

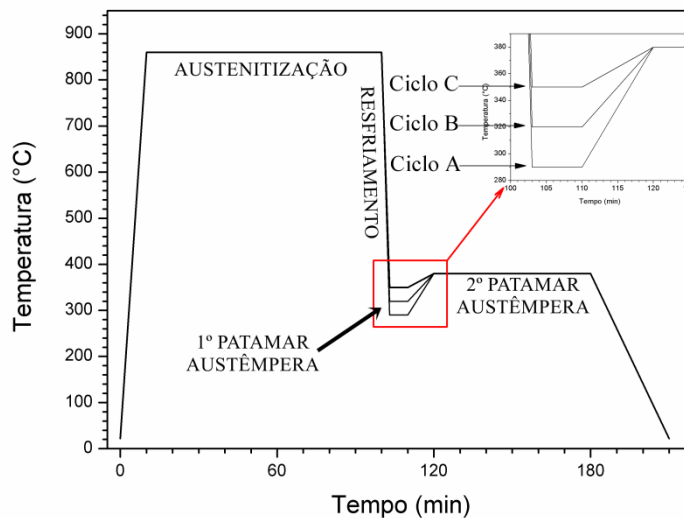
Em estudo anterior (PEREIRA et al., 2019), com ferro fundido nodular de mesma composição química ao utilizado neste trabalho, avaliou-se as propriedades mecânicas do ADI em diferentes ciclos. Em tal trabalho identificou-se o tempo de austêmpera e temperatura de austenitização que resultavam em melhor combinação de propriedades mecânicas, com a austêmpera realizada a 380°C em uma única etapa em banho de Zamac fundido.

Nesse estudo definiram-se três ciclos de austêmpera, onde apenas a temperatura do primeiro patamar de austêmpera é modificada. Um diagrama com os diferentes ciclos de austêmpera é apresentado na Figura 13.

Três barras foram submetidas a cada um dos ciclos, de maneira individual. Os parâmetros utilizados nos ciclos de austêmpera foram:

- $T_{\gamma} = 860^{\circ}\text{C} (\pm 3^{\circ}\text{C})$; $t_{\gamma} = 90 \text{ min.}$
- $T_{\alpha 1} = 290, 320 \text{ e } 350^{\circ}\text{C} (\pm 2^{\circ}\text{C})$; $t_{\alpha 1} = 10 \text{ min.}$
- $T_{\alpha 2} = 380^{\circ}\text{C} (\pm 2^{\circ}\text{C})$; $t_{\alpha 2} = 60 \text{ min.}$

Figura 13 - Diagrama representativo dos ciclos de austêmpera. Em detalhe, o primeiro patamar de austêmpera.

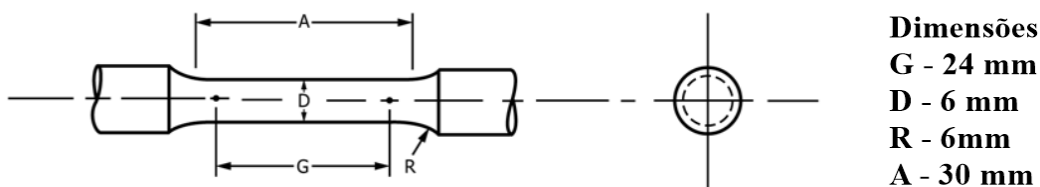


Fonte: O autor.

4.6 Ensaios Mecânicos

As barras, após os ciclos de austêmpera, seguem para processos de usinagem. Corpos de prova, com comprimento útil de quatro vezes o diâmetro, são produzidos para os ensaios de tração, de acordo com a ASTM E8-16.

Figura 14: Dimensões do corpo de prova utilizado nos ensaios de tração.



Fonte: Adaptado de ASTM E8-16.

O procedimento do ensaio de tração consiste em medir o diâmetro inicial da amostra, neste caso deve ser de 6 mm e traçar o comprimento inicial padrão, que é indicado na Figura 14 pela letra G e mede 24 mm. Posteriormente prende-se o corpo de prova na máquina de ensaio, que traciona o mesmo à velocidade constante (conforme especificado na ASTM E8-16) e registra a força aplicada. Após a fratura, mede-se, novamente, o comprimento final padrão, então se calcula os resultados. A tensão de escoamento é definida como sendo a necessária para promover uma deformação de engenharia no corpo de prova de 0,2%. Os ensaios de tração foram realizados por profissional qualificado no Laboratório de Ensaios Mecânicos e Metalúrgicos – LABEMM, Campus Luzerna

do Instituto Federal Catarinense – IFC, utilizando como norma de orientação a ASTM E8-16. Os equipamentos utilizados na realização do ensaio são: máquina universal de ensaios, paquímetro, marcador e termo-higrômetro.

Em regiões não deformadas dos corpos de prova, do lado mais próximo onde ocorreu o rompimento, prepararam-se amostras para medida de dureza Brinell. Mediu-se a dureza em durometro Mitutoyo, utilizando carga de 187,5kgf aplicada através de esfera de aço endurecido com 2,5 mm de diâmetro durante 15 segundos. Utilizou-se um projetor de perfil Mitutoyo, com ampliação de 10 vezes e leitor digital de deslocamento, para tomada das medidas dos diâmetros das indentações. Mediu-se o diâmetro em duas direções, sendo elas perpendiculares entre si. A dureza na escala Brinell (HB) é calculada conforme equação 4.3:

$$HB = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (\text{Eq. 4.3})$$

Onde o valor da carga aplicada (F) é dado em quilograma-força, o diâmetro do penetrador (D) é em milímetros e o diâmetro médio da indentação medida (d) também em milímetros.

4.7 Análise microestrutural

Retiraram-se amostras de todas as barras austemperadas, utilizando serra manual, sendo que as mesmas posteriormente foram embutidas em baquelite. Lixaram-se as amostras embutidas com lixas metalográfica de carbeto de silício de granulométrica de 100 até 1200, sendo as amostras polidas posteriormente em disco de feltro com alumina 1,0 µm e pasta de diamante de 0,25 µm.

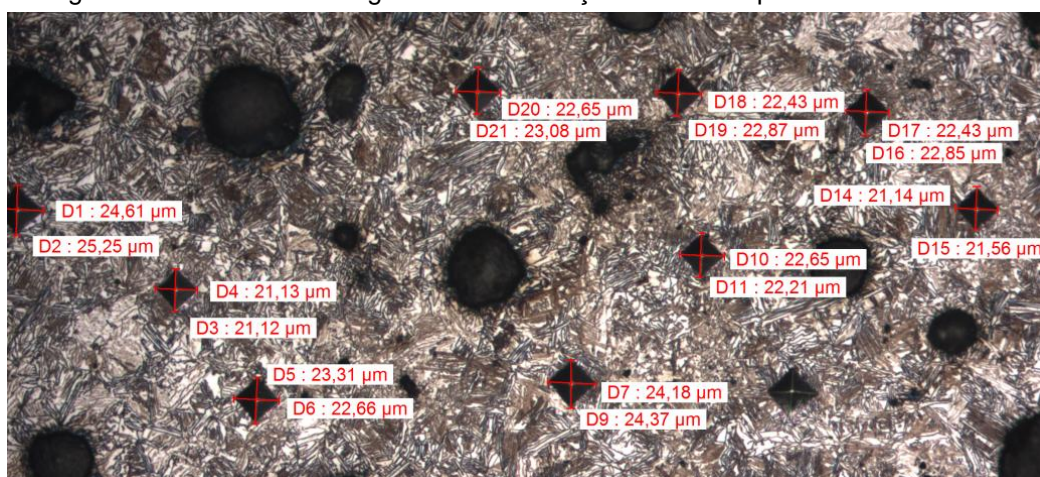
As microestruturas das amostras austemperadas foram reveladas através de ataque com Nital 2%, seguido de imersão em solução a 10% de metabissulfito de sódio por aproximadamente um minuto. Utilizou-se para captura de imagens um microscópio metalográfico Olympus modelo BX51M equipado com câmera conectada a um microcomputador em diferentes magnificações.

Em todos os corpos de prova realizou-se a contagem de nódulos e verificação do grau de nodularização, realizou-se tais medidas através de rotina

semiautomatizada do software Buehler OmniMet. Para cada CP de tração, analisou-se um total de 10 imagens, ampliadas em 100 vezes e não atacadas. A rotina considera o nódulo não esférico quando a esfericidade for inferior a 0,65, esse é o valor padrão do desenvolvedor e não foi alterado. Partículas com raio médio inferior a 10 μm são identificadas, mas desconsideradas pela rotina.

Também se mediu a microdureza da ausferrita com um microdurometro Shidmazu. Aplicou-se uma carga de 100 gramas-força por 10 segundos. Para cada amostra, nove medidas foram realizadas. Mediu-se as diagonais das indentações utilizando ferramenta de medida do software da Buehler OmniMet, um exemplo é exibido na Figura 15.

Figura 15: Medidas das diagonais da indentação realizadas pelo microdurometro.



Fonte: O autor.

Do conjunto dos tr s corpos de prova de cada um dos ciclos de aust mpera, selecionou-se o que apresentou propriedades mec nicas intermedi rias, considerando principalmente o alongamento. Da regi o n o deformada destes corpos de prova selecionados, preparou-se amostras para realizaç o de difrac o de raio-X, com objetivo de quantificar a austenita de alto carbono e o teor de carbono presente nesta fase.

A an lise de difrac o de raio X foi conduzida em uma maquina da Philips com radiaç o monocrom tica $\text{CuK}\alpha$. O  ngulo de varredura 2θ foi de 20° at  105° , utilizou-se passo de $0,02^\circ$ e tempo de leitura por passo de um segundo. Par metros de corrente e voltagem definidos no equipamento s o respectivamente 40mA e 40KV. Para c lculo do par metro de rede, analisaram-se os planos $\{111\}$, $\{220\}$ e $\{311\}$ da austenita, sendo considerado o valor m dio. A

porcentagem em peso de carbono na austenita (C_γ) pode ser estimada através da equação 4.4 (ROBERTS, 1953), onde o parâmetro de rede (a_γ) é dado em nanômetros.

$$C_\gamma = \frac{a_\gamma - 0,3548}{0,0044} \quad (\text{Eq. 4.4})$$

Nos dados do difratograma, aplicou-se refinamento por Rietveld utilizando o programa HighScore Plus 2.0 de maneira determinar a quantidade de austenita de alto carbono presente no ADI.

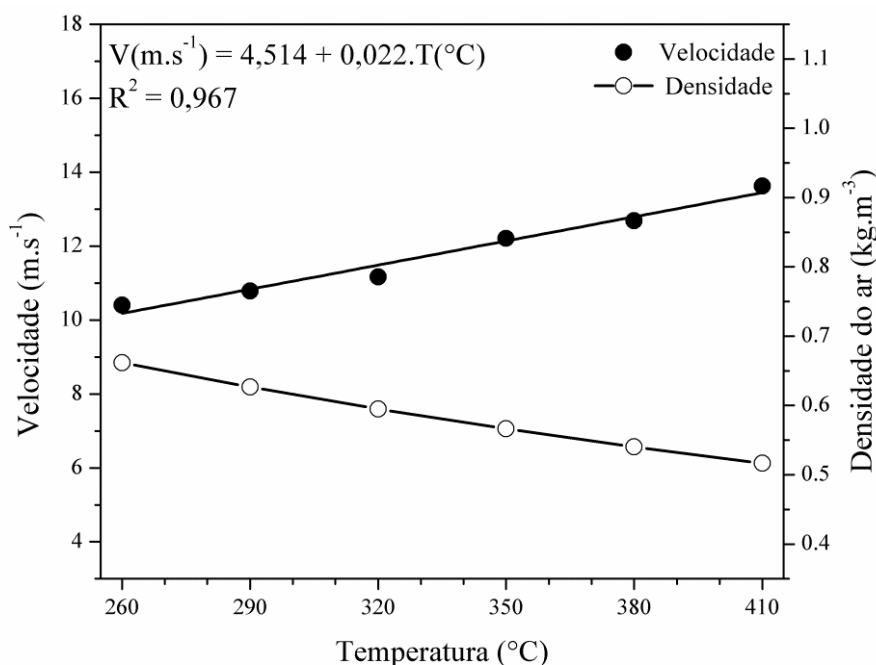
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados os resultados obtidos, conforme procedimentos descritos no capítulo anterior. Também serão realizadas discussões a respeito destes resultados e comparação com dados da literatura.

5.1 Vazão do dispositivo soprador de ar quente

O resultado da velocidade medida no duto de saída do aparato experimental, que é onde será posicionada a barra austenitizada para o resfriamento e realização da primeira etapa de austêmpera, é apresentado na Figura 16. A densidade calculada em função da temperatura também é apresentada neste gráfico. A severidade de resfriamento do ar com circulação severa (0,12) é levemente inferior ao banho de sais sem agitação e sem adição de água na temperatura de 371°C (0,15). Comparado com resfriamento em água sem agitação (0,95), a severidade do ar com circulação severa chega a ser oito vezes inferior (GUNDLACH; LOPER; MORGENSTEREN, 1992).

Figura 16: Vazão de ar quente no dispositivo experimental (círculo fechado) e densidade calculada do ar quente (círculo aberto).



Fonte: O autor.

Nos experimentos a velocidade de entrada é constante, mas no duto de saída, a velocidade aumentou com a elevação da temperatura do ar aquecido. Isso se deve ao fato de que no interior da unidade de aquecimento resistivo, o ar

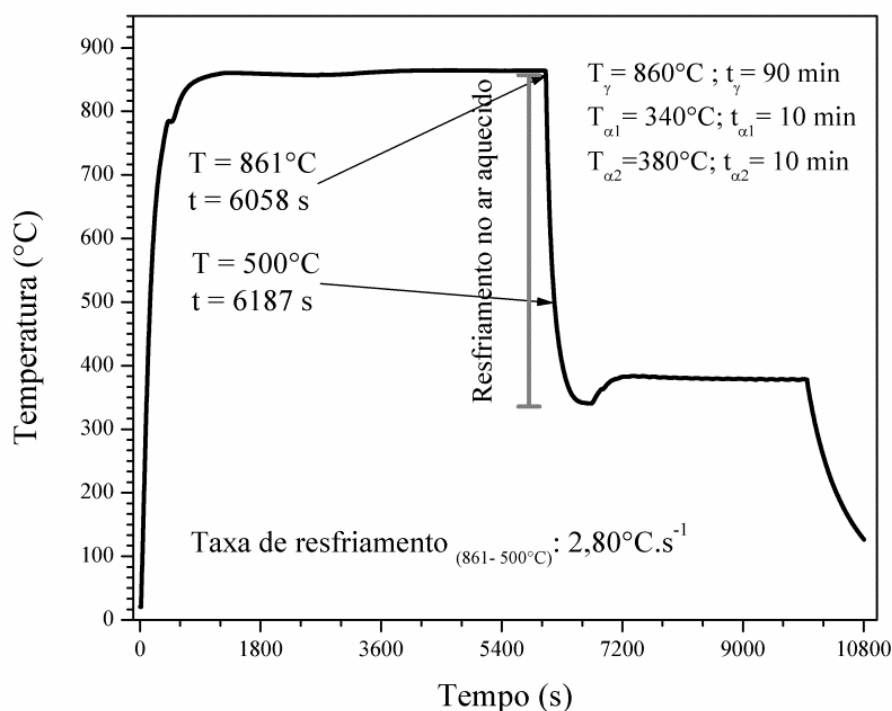
é aquecido e se expande, resultando em maiores velocidades no duto de saída para maiores temperaturas.

A vazão de entrada de ar no dispositivo é de aproximadamente $40\text{Nm}^3/\text{h}$, independente da temperatura na saída. Essa vazão é 180 vezes menor do que a utilizada em estudo onde o resfriamento foi realizado com ar forçado não aquecido (OLAWALE et al., 2017). O autor não especifica as dimensões do duto pela qual este fluxo passa, nem a maneira como os corpos de prova são posicionados. Desta maneira não é adequado realizar comparações mais restritas.

5.2 Severidade de resfriamento

O resultado da análise térmica do ciclo de austêmpera completo, com o corpo de prova instrumentado é apresentado na Figura 17. Conforme estudo experimental com ferro fundido nodular ligado com Cu-Ni-Mn-Mo, abaixo de 500°C já se verifica transformação displaciva sem possibilidade de formação de perlita (KUTSOV et al., 1999). Assim, neste trabalho, a taxa de resfriamento foi calculada somente no intervalo da temperatura de austenitização até 500°C .

Figura 17: Temperatura no centro da barra ao longo de um ciclo completo de austêmpera. Indicação das taxas de resfriamento em diferentes faixas de temperatura.



Fonte: O autor.

No intervalo da temperatura de austenitização até 500°C a taxa de resfriamento média no centro da barra é de 2,80°C/s. Conforme a temperatura do corpo de prova se aproxima da temperatura do ar quente, a diferença de temperaturas reduz e as perdas por radiação são menores, desta maneira a taxa de resfriamento é menor quando o corpo de prova se aproxima da temperatura do ar aquecido.

5.3 Simulações: Composição da austenita e diagrama TTT

O teor de carbono dissolvido na austenita (C_Y^0) em função da temperatura de austenitização e do teor de silício na liga é frequentemente calculado pela equação 5.1.

$$C_Y^0 = \frac{T_Y}{420} - 0,17(\%Si) - 0,9 \quad (\text{Eq. 5.1})$$

Os demais elementos presentes no ferro fundido alteram a solubilidade de carbono na austenita em equilíbrio com a grafita, mas, como normalmente estão em pequenas quantidades, a influência torna-se pequena. Na Tabela 5-1, estão os resultados da simulação termodinâmica realizada no FactSage da composição de equilíbrio dos elementos na austenita a 860°C. Considerou-se o ferro nodular sob pressão de 1,0 atm. A composição do ferro nodular informada ao FactSage foi calculada considerando a presença dos elementos ferro, carbono, silício, cobre, níquel, manganês e molibdênio.

Tabela 5-1: Resultado da simulação termodinâmica do FactSage, composição de equilíbrio da austenita com a grafita no ferro nodular austenitizado a 860°C.

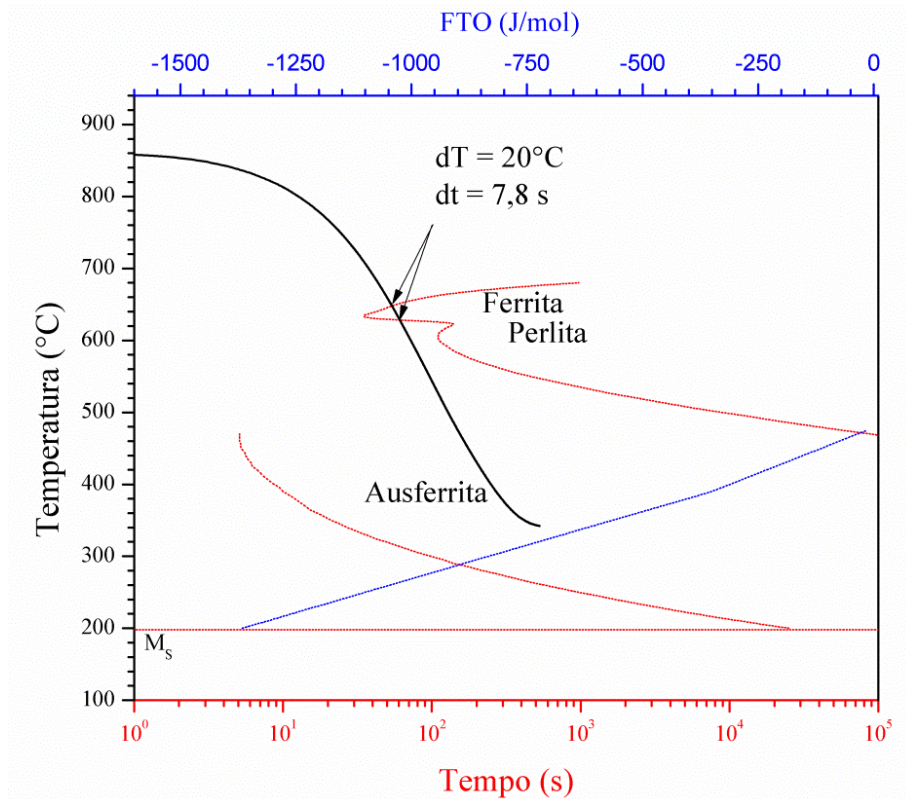
%	Fe	C	Si	Cu	Ni	Mn	Mo
Massa	95,10	0,7736	2,379	0,6826	0,5481	0,3309	0,1862
Molar	90,58	3,426	4,505	0,5713	0,4967	0,3204	0,1032

Ao somar a porcentagem atômica presente na terceira linha da tabela, os elementos Fe, Si e C representam mais de 98,5% dos átomos presentes na austenita. O carbono dissolvido na austenita a 860°C, calculado de acordo com a equação 5.1, é de 0,7566%. Valor muito próximo ao calculado via software, de 0,7736%. A diferença deve-se a presença de elementos de liga. Entretanto, é

razoável considerar que, para teores elevados de elementos de liga como Cu, Ni, Mn, Mo entre outros, o cálculo pela equação 5.1 representará desvio significativo.

Na Figura 18 é possível observar que a curva de resfriamento experimental, sobreposta ao diagrama TTT simulado no software MUCG83, entra na região de transformação reconstrutiva por aproximadamente oito segundos. Na mesma figura também é apresentado o valor calculado termodinamicamente pelo software MUCG83 da energia da força motriz das transformações por cisalhamento, que dão origem à ferrita de Widmanstätten, à nucleação da ausferrita e à martensita.

Figura 18: Diagrama TTT simulado no MUCG83 com curva de início de formação da ferrita e da perlita, curva de início da formação da ausferrita e temperatura de início da transformação martensítica (vermelho). Em azul, curva da energia da força motriz da transformação sem difusão (FTO). Curva de resfriamento experimental sobreposta ao diagrama (preto).



Fonte: O autor.

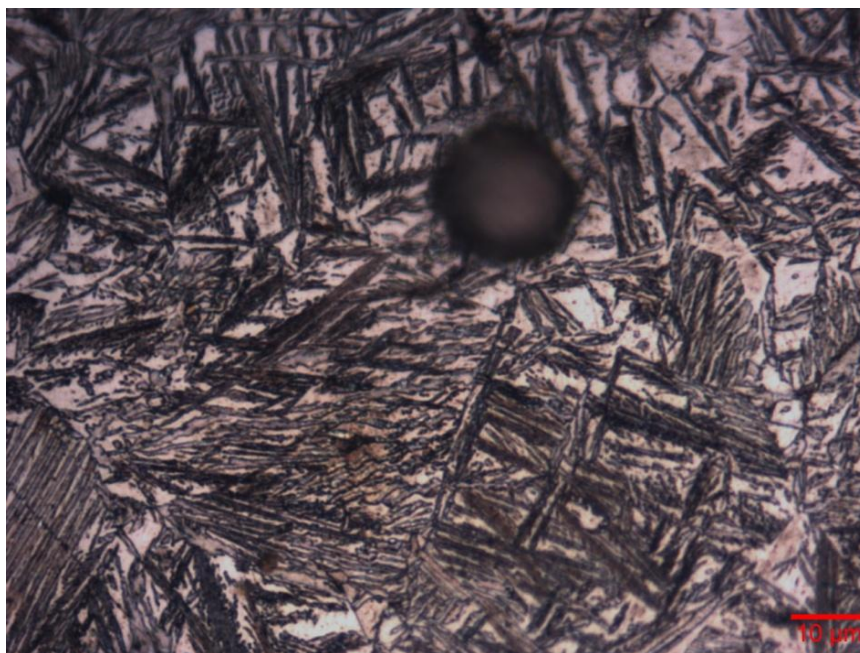
Conforme resultado da simulação com o MUCG83, acima de 475°C a energia para que ocorra a transformação sem difusão torna-se nula, desta maneira em temperatura superior a essa não ocorreria formação de ausferrita. O valor mais significativo é -1,36kJ/mol a aproximadamente 200°C, temperatura em que está prevista o início da transformação martensítica (M_s).

De acordo com diagrama experimental publicado por OLEJARCZYK-WOZEŃSKA et al. (2012), em um ferro nodular com 3,6%C, 1,72%Si e 0,27%Mn, sem adições de Cu, Ni e Mo, a 650°C são necessários dez segundos para que ocorra 5% de transformação da austenita em perlita, e são necessários 100 segundos na mesma temperatura para que ocorra a transformação completa.

Já um diagrama CCT, com ferro nodular contendo 3,2–3,8%C, 2,5–3,0%Si e 2,5–3,0%Mn sem adições de Cu, Ni e Mo, e austenitizado a 900°C por apenas 5 minutos, são necessárias taxas de resfriamento da ordem de 1,39°C/s para que ocorra a formação da perlita, sendo ainda necessário um período de incubação de 4 minutos (ZHOU et al., 2001). Conforme Figura 18, após 240 segundos do início do resfriamento, o centro da barra já se encontra a aproximadamente 400°C. O Cu, Ni e Mo aumentam a austemperabilidade do ferro nodular, isso significa que as curvas de início da formação da perlita são deslocadas para a direita e serão necessárias taxas de resfriamento ainda mais lentas para que ocorra formação de perlita.

No centro da barra instrumentada, através de microscopia óptica, conforme Figura 19, se observou apenas a formação de ausferrita. Observa-se microestrutura ausferrítica e nódulo de grafita.

Figura 19: Microestrutura da região central do corpo de prova. Ataque com nital 2% e solução com 10% de metabisulfito de sódio.



Fonte: O autor.

Em um ferro nodular cuja composição é 3,2%C, 2,4%Si, 0,62%Cu, 0,59%Ni, 0,21%Mn e 0,13%Mo, austenitizado a 950°C por 45 minutos a cinética da reação de formação da ausferrita na faixa de 250 a 500°C com ensaios de dilatométrica foi determinada (KUTSOV et al., 1999). Na faixa de austêmpera de 340 a 380°C o tempo de incubação para início da formação da ausferrita é de aproximadamente 120 segundos e encerra há aproximadamente 3.000 segundos. Na faixa citada, com tempo de até 10.000 segundos o autor não observou transformação que indicasse a precipitação de carbonetos, sendo que na faixa de austêmpera entre 425 e 475°C, a formação de carbonetos ocorre em aproximadamente 3.000 segundos. Na microestrutura do corpo de prova utilizado no teste de severidade, apresentada na Figura 19, não se observa a decomposição da austenita de alto carbono em ferrita e carbonetos.

5.4 Propriedades do ADI em função da temperatura da primeira etapa de austêmpera

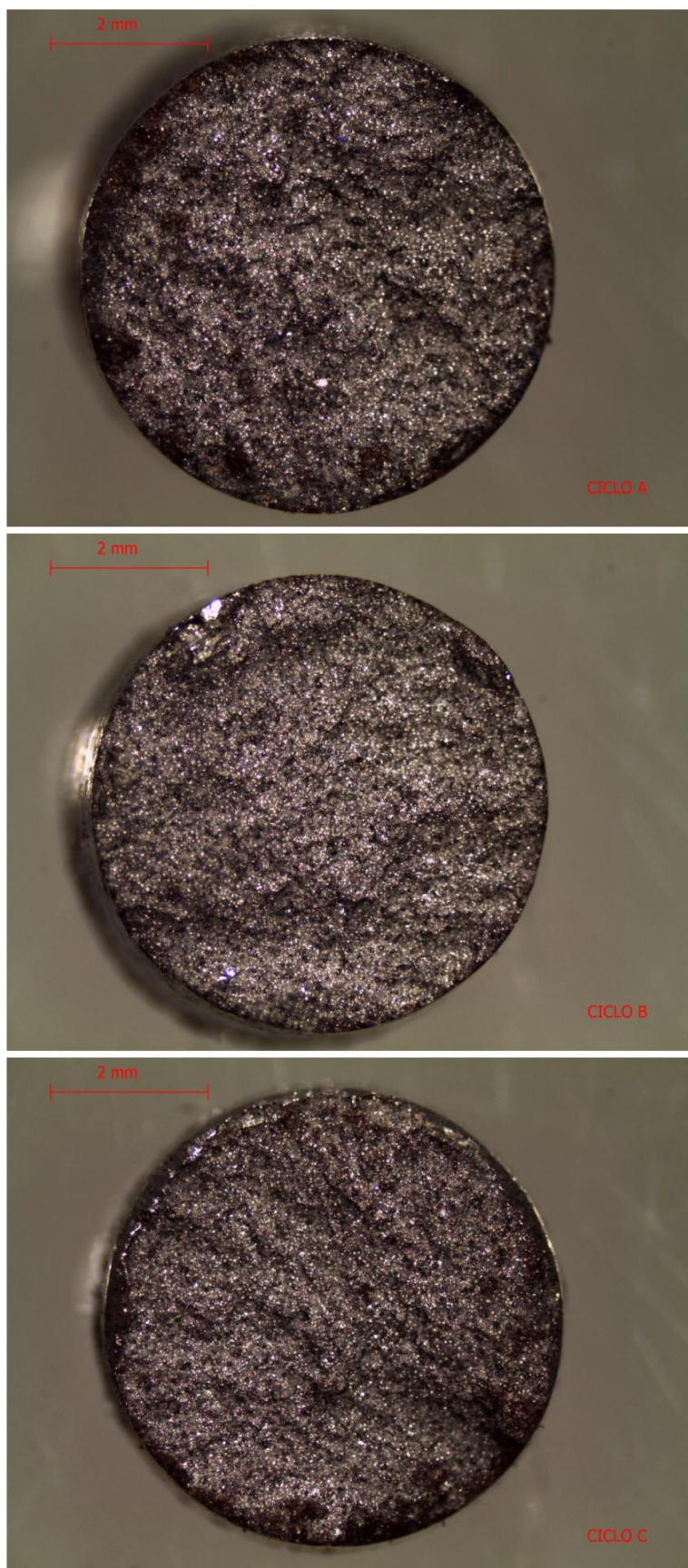
Os resultados dos ensaios de tração e das medidas de dureza dos ciclos de austêmpera em duas etapas são apresentados na Tabela 5-2. O Ciclo A é o que apresentou maior resistência máxima, enquanto o ciclo C apresentou maior ductilidade. Em todos os ciclos observa-se aumento da resistência máxima, resistência ao escoamento, alongamento e dureza quando comparado ao bruto de fusão. Nenhum dos ciclos obtiveram os requisitos de desempenho mecânico especificados pela ASTM A897M-16, apresentado na Tabela 3-4, entretanto os valores obtidos no ciclo C estão muito próximos dos requisitos para classificação como Classe 1.

Tabela 5-2: Resultados médios dos ensaios de tração e medidas de dureza. Tensão máxima (UTS), tensão de escoamento (YS), alongamento (A) e dureza. Desvio padrão entre parênteses.

CICLO	UTS (MPa)	YS (MPa)	A (%)	DUREZA (HB)
Bruto de Fusão	817 (13)	539 (29)	4.0 (0,2)	235 (8,1)
A (290-380°C)	988 (34)	841 (44)	5.0 (0,6)	288 (7,9)
B (320-380°C)	876 (52)	717 (31)	5.9 (1,0)	264 (5,3)
C (350-380°C)	888 (19)	711 (19)	6.6 (1,7)	257 (4,7)

Em estudo anterior (PEREIRA et al., 2019) com ferro nodular de mesma composição submetido à austenitização a 860°C por 90 minutos e austemperado em uma etapa em banho metálico Zamak a 380°C por 60 minutos apresentou UTS de 929 (78) MPa, tensão de escoamento de 721 (14) MPa e alongamento de 5,7 (2,7)%. O ciclo A em duas etapas apresentou tensão de escoamento significativamente maior e alongamento similar ao ADI obtido em uma etapa. Já os ciclo C apresentou tensão de escoamento similar com alongamento superior.

Figura 20: Região da fratura do corpo de prova com maior alongamento de cada ciclo no ensaio de tração. De cima para baixo, amostra do ciclo A, B e C.



Fonte: O autor.

Em todos os corpos de prova ensaiados o mecanismo de fratura foi frágil, na Figura 20 são apresentadas as regiões de fratura do corpo de prova de maior alongamento de cada um dos três ciclos.

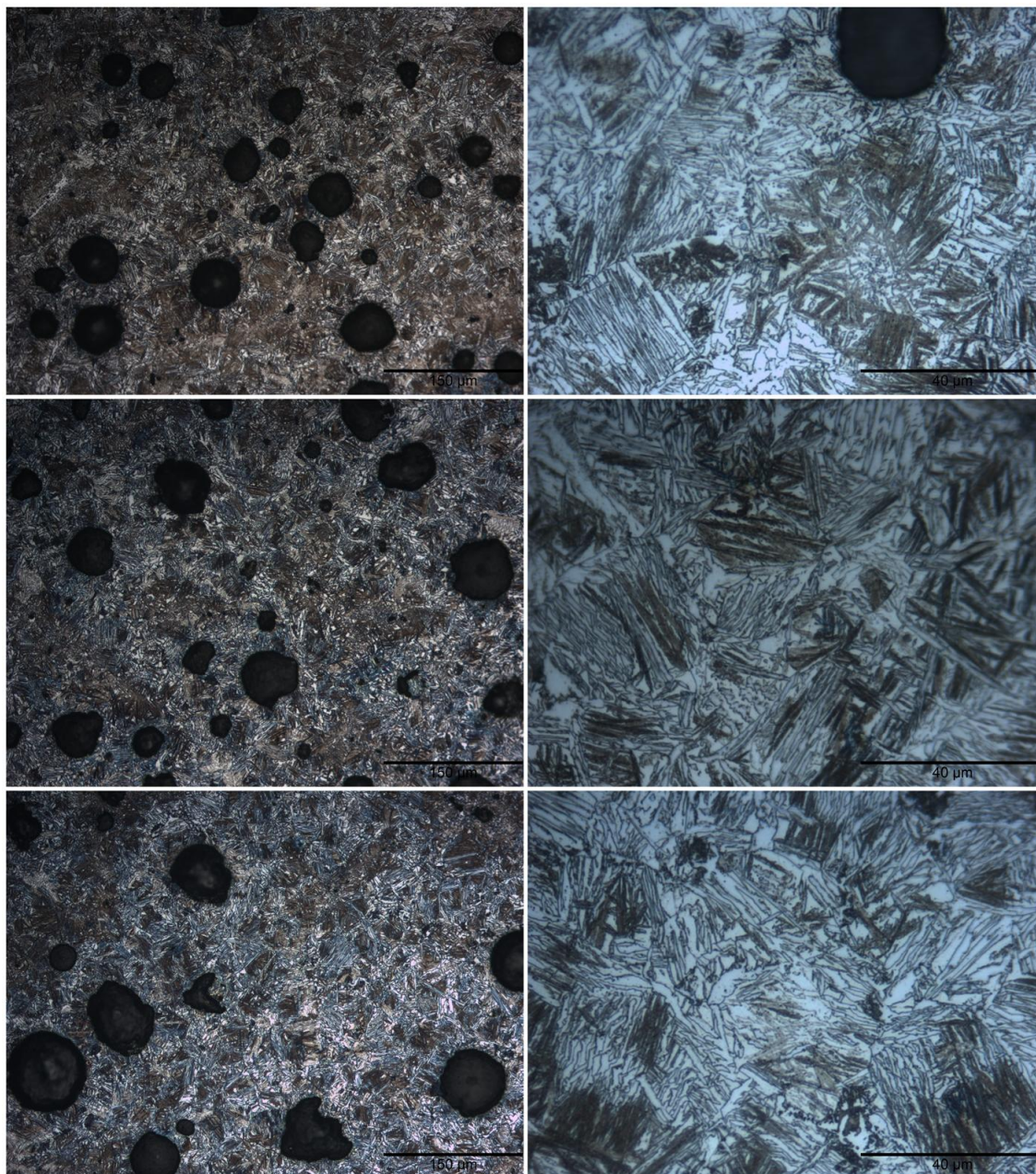
Como se observa nas figuras 21, 22 e 23, nos três ciclos ocorreu formação de ausferrita. Através da microscopia óptica se observa pequena variação na ausferrita, sendo mais fina no ciclo A e mais grosseira no ciclo C. Espera-se que, em menores temperaturas de austêmpera, a nucleação da ferrita acicular ocorra com maior intensidade em comparação a temperaturas mais altas. A alteração na morfologia da ausferrita, com maior proporção de austenita de alto carbono, é uma das causas que proporcionou alteração nas propriedades mecânicas obtidas nos diferentes ciclos de austêmpera.

Os resultados das contagens de nódulos e do grau de nodularização nos corpos de prova de tração encontram-se na Tabela 5-3. Para análise dos resultados também é apresentado na tabela o alongamento obtido no ensaio de tração.

Tabela 5-3: Grau de nodularização, número de nódulos, alongamento e microdureza da ausferrita dos CPs de tração. Entre parênteses o desvio padrão.

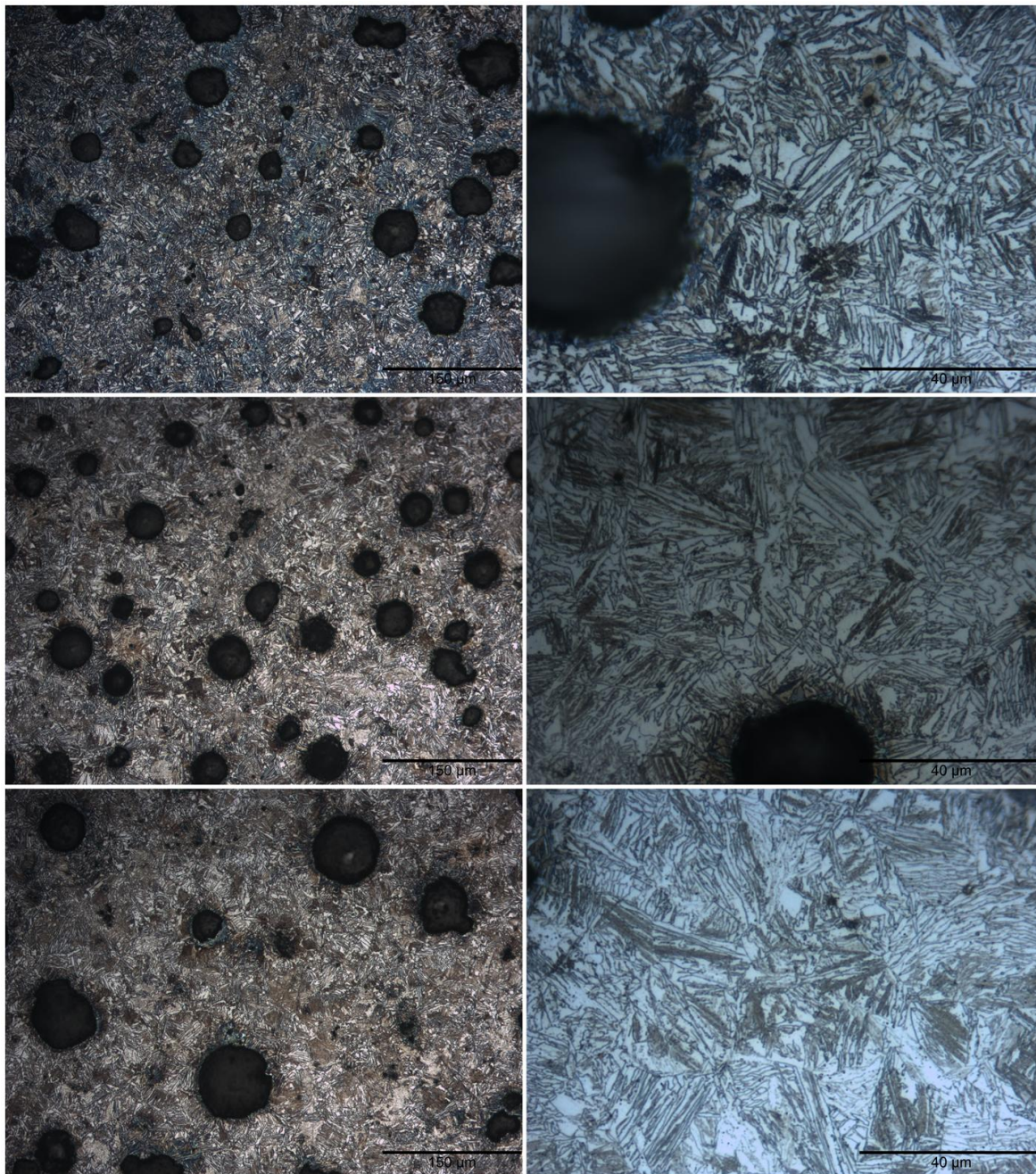
Ciclo - CP	Nódulos/mm²	Nodularização (%)	A (%)	Micro Dureza (HV)
A-1	123 (9)	79 (5)	5,8	393 (38)
A-2	89 (10)	68 (7)	4,6	408 (47)
A-3	81 (13)	66 (10)	4,7	416 (54)
B-1	86 (17)	68 (6)	6,6	348 (26)
B-2	135 (28)	78 (5)	6,4	359 (37)
B-3	67 (8)	51 (9)	4,7	375 (34)
C-1	148 (16)	85 (6)	8,3	358 (21)
C-2	73 (9)	59 (10)	4,9	366 (21)
C-3	155 (19)	80 (8)	6,5	347 (20)

Figura 21: Microestrutura da região central dos corpos de prova do ciclo A (290-380). Ataque com Nital 2% e solução com 10% de metabisulfito de sódio. De cima para baixo, respectivamente CP A-1, CP A-2 e CP A-3.



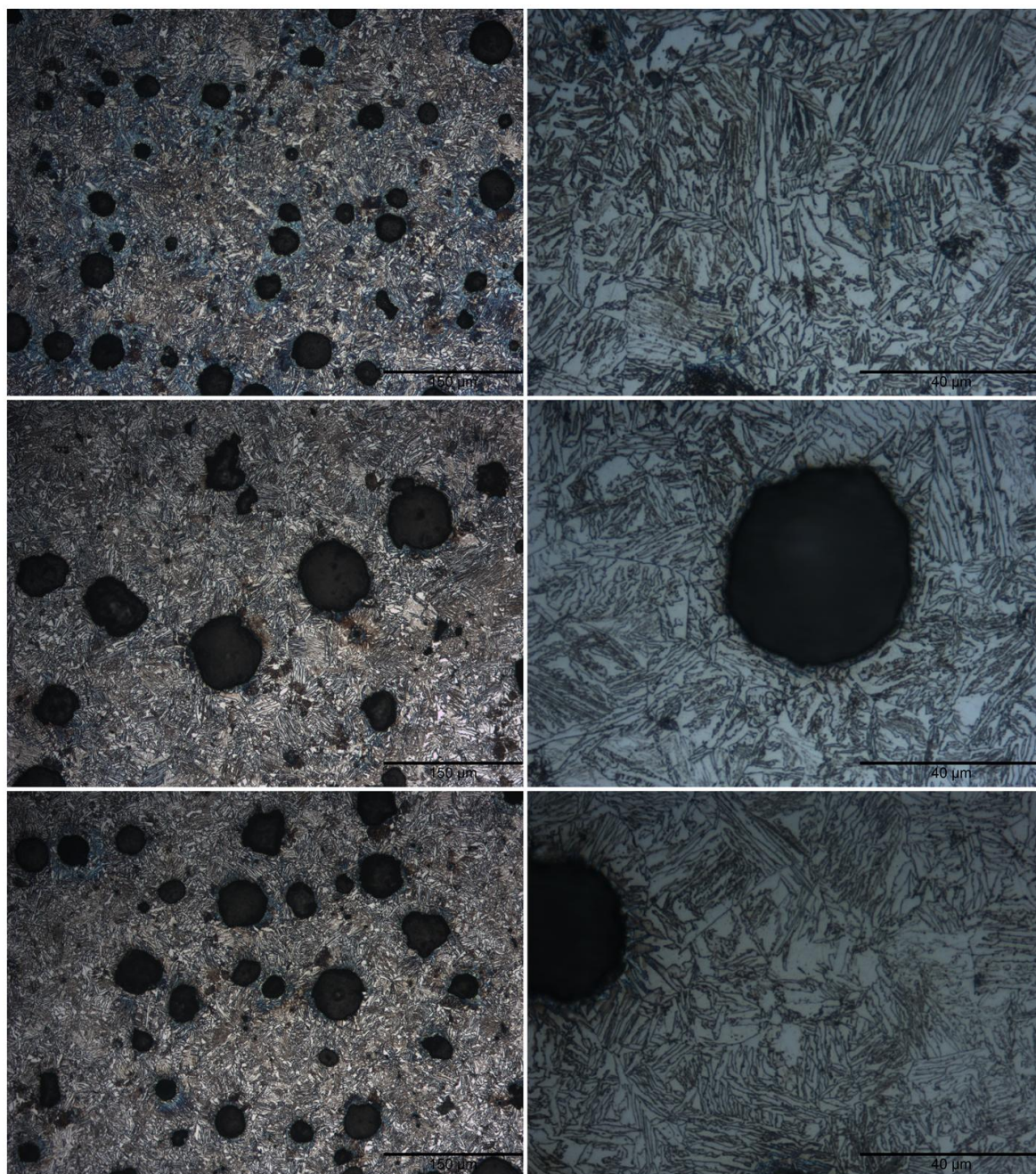
Fonte: O autor.

Figura 22: Microestrutura da região central dos corpos de prova do ciclo B. Ataque com nital 2% e solução com 10% de metabisulfito de sódio. De cima para baixo, respectivamente CP B-1, CP B-2 e CP B-3.



Fonte: O autor.

Figura 23: Microestrutura da região central dos corpos de prova do ciclo C. Ataque com nital 2% e solução com 10% de metabisulfito de sódio. De cima para baixo, respectivamente CP C-1, CP C-2 e CP C-3.



Fonte: O autor.

Em análise estatística de correlação realizada com auxílio de planilha eletrônica, correlacionando a temperatura de primeiro patamar de austêmpera, do número de nódulos/mm² ou do grau de nodularização com o alongamento obtido no ensaio de tração, calculou-se os coeficientes de correlação. O coeficiente de correlação entre a temperatura do primeiro patamar de austêmpera e o alongamento é de 0,53. Entre o número de nódulos e o alongamento é de 0,77. E do grau de nodularização e o alongamento é de 0,76. É apropriado considerar

que a temperatura do primeiro patamar de austêmpera exerceu influência menos significativa no alongamento, neste conjunto de corpos de prova, do que o número de nódulos e o grau de nodularização.

Não apenas o valor médio de alongamento aumentou com o aumento da temperatura do primeiro patamar, mas também os valores mínimos e máximos obtidos em cada ciclo, de modo que não se pode ignorar o efeito da temperatura do primeiro patamar no alongamento. Os resultados mostram também que um maior número de nódulos/mm² resulta em maior alongamento. Diversos autores obtiveram a mesma conclusão.

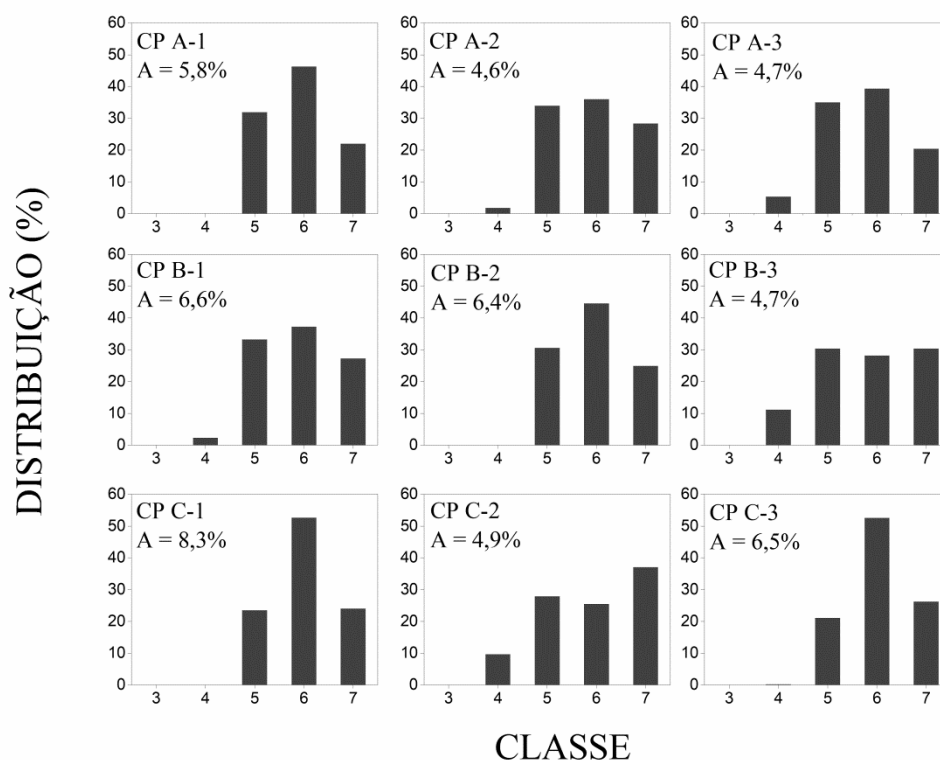
Já observou-se a influência da contagem de nódulos na cinética e nas propriedades mecânicas do ADI obtido a partir de barras de diferentes espessuras de um mesmo ferro nodular. A redução do número de nódulos resultou em aumento do tempo de início de formação da ausferrita e redução do alongamento (COOPER et al., 1999). Também, se observou em ADIs, obtidos de ciclos de austêmpera idênticos e ferro nodulares de composição química muito similar, o alongamento aumentar de 9% para 12% quando o número de nódulos passou de 104 para 230/mm² (LIU; ELLIOTT, 1999). Ainda, avaliando o efeito da contagem de nódulos em um ferro nodular de composição 3,45%C, 2,45%Si, 0,5%Cu, 0,5%Ni, 0,25%Mn e 0,25%Mo austenitizado a 870°C por 1h e austemperado a 375°C por 50 minutos. Quando a contagem de nódulos passou de 110/mm² para de 185/mm² o alongamento aumentou de aproximadamente 3,2% para mais de 6,5% (AKBARZADEH CHINIFORUSH; IRANIPOUR; YAZDANI, 2016).

Associado ao menor número de nódulos está a presença de nódulos de maior tamanho. Os nódulos recebem classificação de acordo ASTM A247-19 (ASTM, 2019) conforme o seu tamanho. Na Figura 24 é apresentada a distribuição média dos nódulos em cada um dos corpos de prova do ensaio de tração. Nódulos de Classe 8, menores que 10 µm, foram desconsiderados pois sua identificação com aumento de 100 vezes torna-se imprecisa.

Regiões do bloco Y próximas ao molde apresentam taxas de resfriamento superiores as que estão em regiões centrais. Maiores taxas de resfriamento resultam em maior quantidade de nódulos e de menor tamanho. Desta maneira é adequado considerar que os corpos de prova retirados da região inferior, isto é

mais próxima à parede do molde, são os que apresentaram maior alongamento, visto que conforme dados apresentados na Figura 24, não possuem nódulos de Classe 4 (tamanho de 80 a 160 μm). Existe ainda uma possibilidade menos provável, de diferenças entre os diferentes blocos Y.

Figura 24: Distribuição dos nódulos de acordo com o tamanho. Classificação da ASTM A247-19. Classe 7: 10 a 20 μm . Classe 6: 20 a 40 μm . Classe 5: 40 a 80 μm . Classe 4: 80 a 160 μm . Classe 3: 160 a 320 μm .



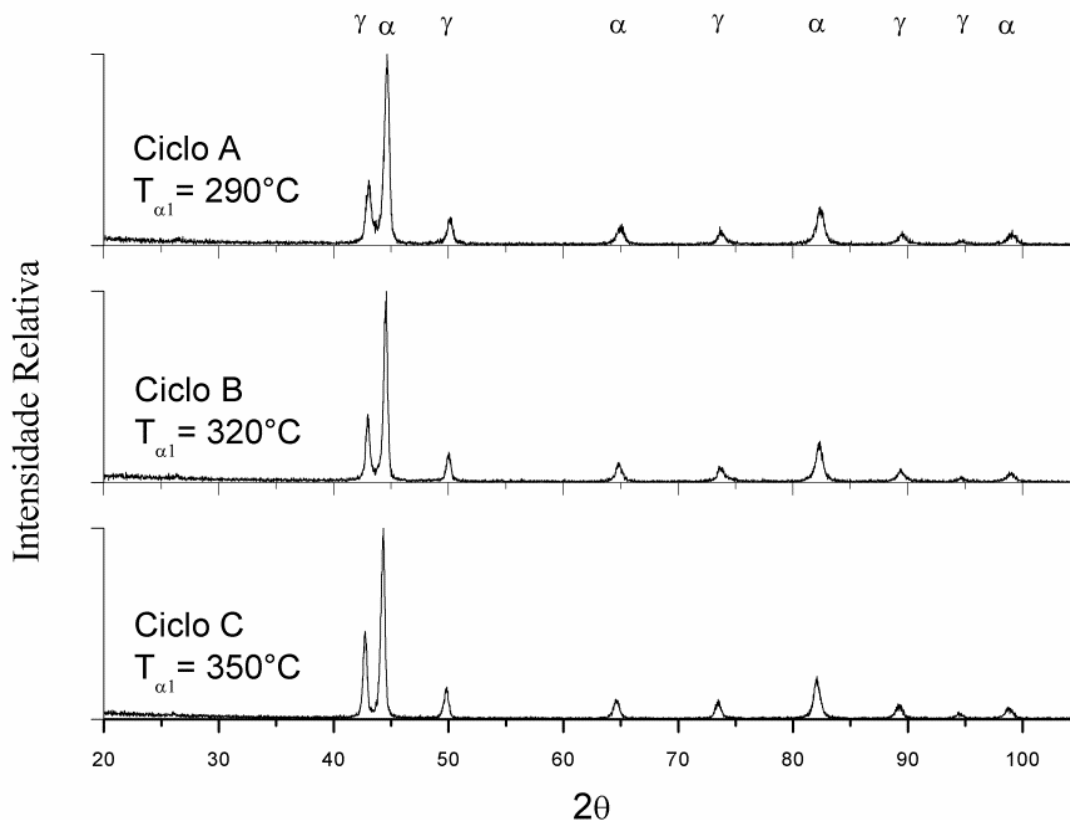
Fonte: O autor.

Os resultados do difratograma são apresentados na Figura 25. Observa-se que no ciclo A, o primeiro pico da austenita é mais largo que os correspondentes dos ciclos B e C. Quando existe austenita de diferentes composições, uma de alto carbono e outra com menor teor de carbono, dois picos estarão sobrepostos (MEIER et al., 2013).

Os resultados da aplicação do método de refinamento de Rietveld através do software HighScore Plus de forma semiautomatizada, de maneira a determinar a quantidade de austenita na ausferrita são apresentados na Tabela 5-4 juntamente com o resultado do cálculo do teor de carbono dissolvido na austenita de alto carbono. Como é possível observar, também na Tabela 5-4, tanto a fração

de volume da austenita quanto o teor de carbono presente na austenita aumentou com o aumento da temperatura do primeiro estágio de austêmpera.

Figura 25: Difratogramas das amostras analisadas dos ciclos A, B e C. Na parte superior, identificação da fase a que corresponde os picos.



Fonte: O autor.

Tabela 5-4: Resultados das análises realizadas nos difratogramas obtidos na difração de raio-X.

CICLO	Austenita de alto carbono na ausferrita (%)	Teor de carbono na austenita de alto carbono (%)	Parâmetro de Rede Médio da Austenita {111}, {220} e {311}
A (290-380)	28	1,99	0,36355 nm
B (320-380)	31	2,11	0,36408 nm
C (350-380)	35	2,34	0,36509 nm

A austenita possui maior número de planos de escorregamento, assim maior fração de austenita de alto carbono resultará na obtenção de maior alongamento. Esse comportamento já foi observado, onde o aumento da

temperatura de austêmpera no primeiro patamar resultou em um aumento de fração de austenita e aumento de alongamento (PUTATUNDA, 2001).

Em estudo realizando austêmpera em duas etapas com um único meio, (ELSAYED et al., 2009), sendo a temperatura de austêmpera inicial de 350°C e com aquecimento contínuo por duas horas até 392°C, os autores obtiveram aproximadamente 37% de austenita de alto carbono contendo 1,85% de carbono no ADI. A austenitização ocorreu por uma hora a 900°C e a composição do nodular utilizado foi de 3,8%C, 2,64%Si, 0,29%Mn, 0,47%Mo, 1,57%Ni e 0,32%Cu. Considerando as diferenças, principalmente em relação à temperatura de austenitização e composição química, os resultados alcançados são muito próximos aos obtidos nesta pesquisa.

Outros autores observaram também a redução do tamanho das placas de ferrita e austenita no ADI obtido em duas etapas em comparação com uma etapa. Também observaram a presença de Fe_3C na interface das placas de ferrita e austenita de alto carbono (DAKRE et al., 2019). A microestrutura mais refinada é um importante fator que explica o aumento da resistência ao escoamento, pois existem mais obstáculos a movimentação de discordâncias.

O aumento da fração de austenita de alto carbono e o aumento do teor de carbono na austenita, em amostras com o mesmo teor de carbono na matriz antes da etapa de austêmpera, possibilita concluir que parte do carbono permanece na ferrita acicular da ausferrita, o que está de acordo com as observações de KUTSOV et al. (1999). Utilizando TEM, com aumento de 40 mil vezes, em um ADI austemperado a 260°C (KRZYŃSKAA; KACZOROWSKI, 2007) observaram a presença de martensita na ausferrita, fase que não foi observada por microscopia óptica nas amostras analisadas. Neste caso, parte do carbono pode ter permanecido nesta fina martensita. Os autores também relatam a possibilidade da presença de M_6C extremamente fino na ausferrita.

Os resultados de estudo que utilizou um ferro nodular cuja composição é 3,2%C, 2,4%Si, 0,62%Cu, 0,59%Ni, 0,21%Mn e 0,13%Mo austenitizado a 950°C por 45 minutos, encontrou-se alto teores de carbono na ferrita acicular (KUTSOV et al., 1999). Com austêmpera realizada a 500°C, a ferrita acicular possuía aproximadamente 0,12% de carbono, este valor sobe para 0,30% com

austêmpera realizada a 250°C. Assim, é adequado concluir que parte do carbono permaneceu na ferrita acicular nos ciclos A e B, não difundindo totalmente para austenita.

6 CONCLUSÕES

I. Em relação à utilização de um fluxo de ar aquecido para resfriamento e manutenção no patamar de austêmpera:

- Com velocidade do fluxo de aproximadamente 12m/s, uma vazão de 40Nm³/h e temperatura de 340°C, foi possível obter taxa de resfriamento de 2,80°C/s entre 860°C e 500°C, na região central de barra cilíndrica de 16,5 mm de diâmetro e 90 mm de comprimento.

- Nos diferentes ciclos de austêmpera realizados foi possível a obtenção de ausferrita livre de perlita. A viabilidade da técnica ficou demonstrada em escala laboratorial. É possível a obtenção de ADI sem a necessidade de utilização de banho de sais fundidos em componentes com secção similar a das barras utilizadas neste estudo.

II. A redução do número de nódulos por mm² e redução do grau de nodularização reduz de forma acentuada a ductilidade do ADI.

III. A realização da austêmpera em duas etapas apresentou melhora das propriedades mecânicas em relação ao material bruto de fusão e ao mesmo material quando austemperado em uma etapa (PEREIRA et al., 2019), sendo que:

- O ciclo A resultou em um aumento de 16% na tensão de escoamento quando comparado a austêmpera em uma etapa. Pouca alteração no alongamento foi observada.

- O ciclo A resultou em um aumento de 56% na tensão de escoamento e aumento de 25% no alongamento quanto comparado ao ferro nodular bruto de fusão.

- O ciclo C resultou em um aumento de 15% no alongamento quando comparado a austêmpera em uma etapa. Pouca alteração na tensão de escoamento foi observada.

- O ciclo C resultou em um aumento de 65% no alongamento e aumento de 32% na tensão de escoamento quanto comparado ao bruto de fusão.

7 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS

Determinar o diâmetro crítico (diâmetro máximo que uma barra semi-infinita pode ser austemperada sem que apresente formação de perlita) para a liga estudada em função da velocidade do ar quente utilizado no resfriamento.

Determinar uma constante para ajuste dos valores obtidos na simulação do diagrama TTT para a liga estudada através de ensaios experimentais de dilatométrica.

Aplicar o conceito de austêmpera realizada com ar aquecido em escala piloto, de modo a realizar o ciclo completo de austêmpera em um bloco Y.

Avaliar a adição de elementos estabilizadores de austenita com o objetivo de aumentar a austemperabilidade do ferro nodular, em especial adição de nitrogênio.

Determinar um coeficiente para a expressão de cálculo do diâmetro crítico em função da composição do ferro nodular, da temperatura de austenitização e temperatura de austêmpera.

Avaliar o comportamento do ADI obtido em duas etapas em comparação com o obtido em uma etapa através do ensaio de impacto Charpy.

Aplicar técnicas de termografia de modo a avaliar a uniformidade de resfriamento e temperatura das barras durante o resfriamento e patamar de austêmpera realizado com fluxo de ar aquecido.

Avaliar a descarbonetação em amostras de ferro fundido nodular austemperados com fluxo de ar aquecido.

8 REFERÊNCIAS

A MODERN CASTING STAFF REPORT. Census of world casting production: global casting production growth stalls. **Modern Casting**, [s. l.], v. 12, p. 23–26, 2018. Disponível em: <www.qgdigitalpublishing.com/publication/?i=548506>

AKBARZADEH CHINIFORUSH, E.; IRANIPOUR, N.; YAZDANI, S. Effect of nodule count and austempering heat treatment on segregation behavior of alloying elements in ductile cast iron. **China Foundry**, [s. l.], v. 13, n. 3, p. 217–222, 2016.

ALVES, V. C. C. et al. Correlation between microstructure and mechanical properties of austempered ductile irons. **Materials Science Forum**, [s. l.], v. 925 MSF, p. 203–209, 2018. Disponível em: <<https://www.scientific.net/MSF.925.203>>

ASTM. **Standard Specification for Austempered Ductile Iron Castings**, 2019. a.

ASTM. **Standard Test Method for Evaluating the Microstructure of Graphite in Iron Castings**, 2019. b.

ASTM A897/A897M-16. **Standard Specification for Austempered Ductile Iron Castings**, ASTM International, West Conshohocken, PA, ASTM International, 2016.

BALZER, M. E. Determinação da “janela de processo” de austêmpera de um ADI sem adição de elementos de liga através de ensaios mecânicos e metalográficos. [s. l.], p. 73, 2003. Disponível em: <<https://repositorio.ufsc.br/xmlui/handle/123456789/84983>>

BONETI, L. L. T. et al. Influence of casting heterogeneities on microstructure and mechanical properties of austempered ductile iron (ADI). **Revista Materia**, [s. l.], v. 22, n. 3, 2017.

BOSNJAK, B.; RADULOVIC, B. Effect of austenitising temperature on austempering kinetics of Ni-Mo alloyed ductile iron. **Materials and Technology**, [s. l.], v. 38, n. 6, p. 307–312, 2004.

BOULIFAA, M. I.; HADJI, A. Effect of alloying elements on the mechanical behavior and wear of austempered ductile iron. **Mechanics and Industry**, [s. l.], v. 16, n. 3, p. 54–70, 2015.

CAKIR, M. C. et al. The effects of austempering temperature and time onto the machinability of austempered ductile iron. **Materials Science and Engineering A**, [s. l.], v. 407, n. 1–2, p. 147–153, 2005.

CHAKRABARTY, I. Heat Treatment of Cast Irons. In: **Comprehensive Materials Finishing**. [s.l: s.n.]. v. 2–3.

COOPER, G. et al. The influence of nodule count on the austempering kinetics of a Mn-Cu ductile iron. **International Journal of Cast Metals Research**, [s. l.], v. 11, n. 4, p. 227–235, 1999.

DAKRE, V. et al. TEM Analysis of Austempered Ductile Iron Processed Through Conventional and Two-Step Austempering Process. **Transactions of the Indian Institute of Metals**, [s. l.], v. 72, n. 4, p. 911–917, 2019.

DAVIS, J. R. et al. **Metals Handbook: Irons, Steels, and High-performance Alloys. Properties and Selection**. [s.l.] : ASM International, 1990.

DE SOUZA, B. V. et al. Austempering heat treatments of ductile iron using molten metal baths. **Materials and Manufacturing Processes**, [s. l.], v. 33, n. 15, p. 1667–1673, 2018.

DELMÉE, G. J. **Manual de medição de vazão**. 3^a ed. São Paulo: Editora Blucher, 2003.

ELLIOTT, R. **Cast iron technology**. [s.l.] : Butterworth-Heinemann, 1989.

ELSAYED, A. H. et al. Fracture toughness characterization of austempered ductile iron produced using both conventional and two-step austempering processes. **Materials and Design**, [s. l.], v. 30, n. 6, p. 1866–1877, 2009.

GUNDLACH, R. B.; LOPER, C. R.; MORGENSTEREN, B. **Ductile Iron Handbook**. [s.l: s.n.].

HUPALO, M. F. et al. Aspectos cinéticos e microestruturais da transformação bainítica incompleta em ferros nodulares austemperados. **Revista Escola de Minas**, [s. l.], v. 65, n. 2, p. 217–224, 2012.

KEOUGH, J. R. Ductile Iron Data for Design Engineers: Rio Tton Iron & Titanium. **Rio Tinto Iron & Titanium Inc**, [s. l.], v. Section IV, 1998. Disponível em: <<http://www.ductile.org/didata/default.htm>>

KEOUGH, J. R. Salt Quenching, Steel Heat Treating Fundamentals and Processes. Vol 4A, ASM Handbook. In: [s.l.] : Asm International, 2013. p. 232–237.

KEOUGH, J. R.; HAYRYNEN, K. L. Automotive applications of austempered ductile iron (ADI): A critical review. **SAE Technical Papers**, [s. l.], v. 109, p. 344–354, 2000. Disponível em: <<http://www.jstor.org/stable/44643847>>

KEOUGH, J. R.; HAYRYNEN, K. L.; PIOSZAK, G. L. Designing with Austempered Ductile Iron (ADI). **Transactions of American Foundry Society**, [s. l.], v. 118, n. 10–129, p. 503–517, 2010.

KOHOUT, J. An alternative to the JMAK equation for a better description of phase transformation kinetics. **Journal of Materials Science**, [s. l.], v. 43, n. 4, p. 1334–1339, 2008.

KOVACS, B. V. Development of austempered ductile iron (ADI) for automobile crankshafts. **Journal of Heat Treating**, [s. l.], v. 5, n. 1, p. 55–60, 1987.

KOVACS, B. V. Austempered ductile iron. Fact and fiction. **Modern Casting**, [s. l.], v. 80, n. 3, p. 38–41, 1990.

KRZYŃSKAA, A.; KACZOROWSKI, M. The mystery of ADI. **Archives of Foundry Engineering**, [s. l.], v. 7, n. 4, p. 111–114, 2007. Disponível em: <<http://www.afe.polsl.pl/index.php/pl/137/the-mystery-of-adi.pdf>>

KUTSOV, A. et al. Formation of bainite in ductile iron. **Materials Science and Engineering A**, [s. l.], v. 273–275, p. 480–484, 1999.

LABRECQUE, C. Review ductile iron: fifty years of continuous development. **Canadian Metallurgical Quarterly**, [s. l.], v. 37, n. 5, p. 343–378, 1998.

LIU, J.; ELLIOTT, R. The influence of cast structure on the austempering of ductile iron. Part 2: Assessment of model calculations of microsegregation. **International Journal of Cast Metals Research**, [s. l.], v. 12, n. 2, p. 75–82, 1999.

MACKAY, D. **generate44**, 2000. Disponível em: <http://www.phase-trans.msm.cam.ac.uk/map/steel/programs/adi_ret_austenite.html>

MATHEW PEET AND H.K.D.H. BHADESHIA. **MAP_STEEL_MUCG83**. [s.d.]. Disponível em: <<https://www.phase-trans.msm.cam.ac.uk/map/steel/programs/mucg83.html>>. Acesso em: 3 nov. 2018.

MEIER, L. et al. In-situ measurement of phase transformation kinetics in austempered ductile iron. **Materials Characterization**, [s. l.], v. 85, p. 124–133, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2013.09.005>>. Acesso em: 8 set. 2018.

MORROGH H.; WILLIAMS W.J. The production of nodular graphite structures in cast iron. **Journal of the Iron and Steel institute**, [s. l.], v. 158, p. 306–322, 1948.

NAZARBOLAND, A.; ELLIOTT, R. The effect of intrinsic casting defects on the mechanical properties of austempered, alloyed ductile iron. **International Journal of Cast Metals Research**, [s. l.], v. 10, n. 2, p. 87–97, 1997.

OLAWALE, J. O. et al. Forced-air cooling quenching: A novel technique for austempered ductile iron production. **International Journal of Metalcasting**, [s. l.], v. 11, n. 3, p. 568–580, 2017.

OLAWALE, J. O.; OLUWASEGUN, K. M. Austempered Ductile Iron (ADI): A Review. **Materials Performance and Characterization**, [s. l.], v. 5, n. 1, p. 20160053, 2016. Disponível em: <<http://www.astm.org/doiLink.cgi?MPC20160053>>

OLEJARCZYK-WOZEŃSKA, I. et al. Parametric representation of ttt diagrams of ADI cast iron. **Archives of Metallurgy and Materials**, [s. l.], v. 57, n. 2, p. 613–617, 2012.

PANNEERSELVAM, S. et al. An investigation on the stability of austenite in Austempered Ductile Cast Iron (ADI). **Materials Science and Engineering A**, [s. l.], v. 626, p. 237–246, 2015. Disponível em:

<<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2014.12.038>>

PEDERSEN, K. M.; TIEDJE, N. S. Graphite nodule count and size distribution in thin-walled ductile cast iron. **Materials Characterization**, [s. l.], v. 59, n. 8, p. 1111–1121, 2008.

PEREIRA, L. et al. DETERMINATION OF THE PROCESS WINDOW OF AUSTEMPER TREATMENT TO OBTAIN ADI THROUGH NEURAL NETWORK SIMULATION. In: ABM PROCEEDINGS 2018, São Paulo. **Anais...** São Paulo: Editora Blucher, 2018. Disponível em: <<http://abmproceedings.com.br/ptbr/article/determination-of-the-process-window-of-austemper-treatment-to-obtain-adi-through-neural-network-simulation>>

PEREIRA, L. et al. Austempering in Zamak Bath: Influence of austempering time and austenitizing temperature on ductile cast iron properties. **Archives of Metallurgy and Materials**, [s. l.], v. 64, n. 1, p. 371–376, 2019.

PEREIRA, L.; L. F. JR. SEIBEL; V. K. DE BARCELLOS. Avaliação Do Tratamento De Austêmpera Para Obtenção De Adi Utilizando Banhos Metálicos a Base De Zinco E Estanho. In: 23^o CBECIMAT - CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS 2018, Foz do Iguaçu, PR, Brasil. **Anais...** Foz do Iguaçu, PR, Brasil

PUTATUNDA, S. K. Development of austempered ductile cast iron (ADI) with simultaneous high yield strength and fracture toughness by a novel two-step austempering process. **Materials Science and Engineering A**, [s. l.], v. 315, n. 1–2, p. 70–80, 2001.

PUTATUNDA, S. K. et al. Development of austenite free ADI (austempered ductile cast iron). **Materials Science and Engineering A**, [s. l.], v. 435–436, p. 112–122, 2006.

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 and Engineering A**, [s. l.], v. 268, n. 1–2, p. 15–31, 1999.

RADZIKOWSKA, J. M. Metallography and Microstructures of Cast Iron. In: **Metallography and Microstructures**. [s.l: s.n.]. v. 9p. 565–587.

RIEBISCH, M. et al. Properties and microstructure of copper-alloyed solid solution-strengthened ductile iron. **Materials Science and Technology (United Kingdom)**, [s. l.], v. 34, n. 6, p. 725–730, 2018. Disponível em: <<https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/02670836.2017.1410952>>. Acesso em: 3 out. 2019.

ROBERTS, C. S. Effect of Carbon on the Volume Fractions and Lattice Parameters Of Retained Austenite and Martensite. **Jom**, [s. l.], v. 5, n. 2, p. 203–204, 1953.

SCHLOSSHAUER, B. on the Terminology and Treatment of Chronic Laryngopathies. In: HNO 1964, **Anais...** [s.l: s.n.]

SILVA, C. Influencia do número de nódulos de grafita nas propriedades mecánicas do ferro fundido nodular austemperado. [s. l.], 2005.

STEFANESCU, D. M. A History of Cast Iron. **Cast Iron Science and Technology**, [s. l.], v. 1, p. 3–11, 2018.

TIEDJE, N. S. Solidification, processing and properties of ductile cast iron. **Materials Science and Technology**, [s. l.], v. 26, n. 5, p. 505–514, 2010.

TRUDEL, A.; GAGNE, M. Effect of composition and heat treatment parameters on the characteristics of austempered ductile irons. **Canadian Metallurgical Quarterly**, [s. l.], v. 36, n. 5, p. 289–298, 1997.

TUTTLE, R. B. **Foundry engineering: The Metallurgy and design of castings**. [s.l.] : CreateSpace, 2012.

VOIGT, R. C. Austempered Ductile Iron—Processing and Properties. **Cast Metals**, [s. l.], v. 2, n. 2, p. 71–93, 1989.

VOIGT, R. C.; LOPER, C. R. Austempered ductile iron - Process control and quality assurance. **Journal of Materials Engineering and Performance**, [s. l.], v. 22, n. 10, p. 2776–2794, 2013.

WANG, B. et al. A review: phase transformation and wear mechanisms of single-step and dual-step austempered ductile irons. **Journal of Materials Research and Technology**, [s. l.], 2019.

YESCAS, M. A.; BHADESHIA, H.; MACKAY, D. J. Estimation of the amount of retained austenite in austempered ductile irons using neural networks. **Materials Science and Engineering: A**, [s. l.], v. 311, n. 1–2, p. 162–173, 2001.

ZHANG, J. et al. Rolling-sliding wear of austempered ductile iron with different strength grades. **Wear**, [s. l.], v. 318, n. 1–2, p. 62–67, 2014.

ZHOU, R. et al. Development and characterization of a wear resistant bainite/martensite ductile iron by combination of alloying and a controlled cooling heat-treatment. **Wear**, [s. l.], v. 250–251, n. PART 1, p. 529–534, 2001.