

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica

Antonio Dellaretti Neto

**CARACTERIZAÇÃO DO FERRO FUNDIDO NODULAR NOS ESTADOS BRUTO
DE FUSÃO E AUSTEMPERADO LIGADO AO NIÓBIO**

Belo Horizonte

2014

Antonio Dellaretti Neto

**CARACTERIZAÇÃO DO FERRO FUNDIDO NODULAR NOS ESTADOS BRUTO
DE FUSÃO E AUSTEMPERADO LIGADO AO NIÓBIO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. D.^r José Rubens Gonçalves Carneiro.

Belo Horizonte

2014

FICHA CATALOGRÁFICA

Elaborada pela Biblioteca da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais

D357c Dellaretti Neto, Antonio
Caracterização do ferro fundido nodular nos estados bruto de fusão e austemperado ligado ao nióbio / Antonio Dellaretti Neto. Belo Horizonte, 2014. 129 f. : il.

Orientador: José Rubens Gonçalves Carneiro
Dissertação (Mestrado) – Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.

1. Ferro fundido. 2. Nióbio. 3. Microestrutura. 4. Metais - Tratamento térmico. 5. Metalografia. I. Carneiro, José Rubens Gonçalves. II. Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. III. Título.

SIB PUC MINAS

CDU: 669.11

Antonio Dellaretti Neto

**CARACTERIZAÇÃO DO FERRO FUNDIDO NODULAR NOS ESTADOS BRUTO
DE FUSÃO E AUSTEMPERADO LIGADO AO NIÓBIO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Prof. D.^r José Rubens Gonçalves Carneiro (Orientador) – PUC Minas

Prof. D.^r Pedro Paiva Brito – PUC Minas

Prof. D.^r Joel Lima – Cefet MG

Belo Horizonte, 25 de Julho de 2014

A minha querida esposa Cíntia;
A meus pais, Antonio (*in memoriam*) e Neile;
e a meus filhos,
Maria Thereza e Augusto.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por ter me dado forças e abençoado toda minha trajetória durante o mestrado até a conclusão deste trabalho.

Ao meu orientador, professor José Rubens Gonçalves Carneiro, pelos ensinamentos, paciência e acompanhamento durante o trabalho e sua amizade.

À minha esposa, por ter me incentivado, apoiado e contribuído para iniciar o mestrado em engenharia, e pela sua paciência, companheirismo, carinho e alegria que me ajudaram durante todo este período.

Aos meus filhos, Maria Thereza e Augusto, pela paciência nos vários momentos de minha ausência.

A meu pai (*in memoriam*), pelo exemplo de vida deixado na forma de um alicerce para minha família.

À minha mãe, pelo seu carinho, amizade, presença forte e perseverança, que me ajudaram nos momentos mais difíceis desta trajetória.

A meus irmãos Kemel, Breno e Carlo, pela nossa amorosa fraternidade, por todo incentivo e apoio incondicional para conclusão desta trajetória.

Ao amigo e professor Joel Lima, pelo estímulo e orientação para início do mestrado, pelas oportunidades de desenvolvimento de trabalhos profissionais e acadêmicos juntos e pela sua amizade.

A Fulig e a todos os seus colaboradores, pelo apoio e disponibilidade no auxílio durante as pesquisas técnicas e confecção de materiais para estudos.

Aos colegas, laboratoristas que contribuíram e me auxiliaram para realização deste trabalho.

RESUMO

O ferro fundido nodular austemperado, mais conhecido como ADI (*austempered ductile iron*) é desenvolvido a partir do ferro fundido nodular, associado a um tratamento térmico de austêmpera. Tratamento térmico que proporciona ao material uma modificação em sua microestrutura e conseqüentemente em suas propriedades mecânicas. A adição de elementos de liga ao ferro fundido nodular é um meio utilizado para promover novas alterações nas propriedades desses materiais. Não é comum, a adição do nióbio como elemento promovedor dessas modificações no ferro fundido nodular. Os relatos na literatura mostram que o nióbio modifica as propriedades mecânicas do ferro fundido nodular. Este estudo apresenta uma metodologia de produção de ferro fundido nodular sem adição de nióbio e com a adição de nióbio em percentuais de 0,17% e 0,30%. Apresenta também a caracterização desses materiais por meio da análise das microestruturas, resistência à tração, limite de escoamento, alongamento, resistência ao impacto dessas ligas ferrosas, e análise de difração de raio X. Além da construção do gráfico fração transformada x tempo para as ligas em ferro fundido nodular austemperado com e sem nióbio.

Palavras-chaves: Nióbio. Ferro fundido nodular. Ferro fundido austemperado. Propriedade mecânica. Microestrutura.

ABSTRACT

The austempered, ADI better known as nodular cast iron (austempered ductile iron) is developed from nodular cast iron, associated with an austempering heat treatment. Heat treatment gives the material a change in its microstructure and consequently on its mechanical properties. The addition of alloying elements to nodular cast iron is a means used to promote new changes in the properties of these materials. It is not common, the addition of niobium as a promoting element of these changes in nodular cast iron. Reports in the literature show that the niobium modifies the mechanical properties of the nodular cast iron. This paper presents a method of producing nodular cast iron without addition of niobium and the addition of niobium in percentages of 0.17% and 0.30%. It also presents the characterization of these materials by analyzing the microstructure, tensile strength, yield strength, elongation, impact resistance of these ferrous alloys, and analysis of x-ray diffraction besides the construction of fração transformada x tempo chart for alloys in nodular cast iron austempered with and without niobium.

Keywords: Niobium. Nodular cast iron. Austempered cast iron. Mechanical property. Microstructure.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Fluxograma do processo de fundição	34
Figura 2 – Diagrama binário Fe-C	40
Figura 3 – Painel de tratamento por nodularização tipo <i>Sandwich</i>	46
Figura 4 – Crescimento da grafita nodular no interior da bolha de gás	48
Figura 5 – Relação cristalográfica na interface entre o plano (0001) da grafita e (111) da austenita	49
Figura 6 – Imagens de referência para as classes de grafita	49
Figura 7 – Modelos de transformação eutetoide: (a) nucleação da perlita na interface α/γ ; (b) nucleação da perlita em γ/γ e Gr/ γ	50
Figura 8 – Gráfico da fração de transformação decorrente do logaritmo do tempo	59
Figura 9 – Curvas esquemáticas típicas para um a transformação heterogênea que segue a equação JMAK	60
Figura 10 – Representação esquemática do processo de austêmpera	63
Figura 11 – Representação esquemática do ciclo de tratamento térmico para obtenção do ADI.....	66
Figura 12 – a) Resistência à tração decorrente do alongamento para diferentes estruturas de matriz de ferro fundido nodular; b) Tenacidade à fratura decorrente do limite de escoamento para diferentes estruturas de matriz de ferro fundido nodular.....	68
Figura 13 – Microestrutura de um ferro fundido nodular austemperado (ADI) obtido após austenitização a 900°C durante 90 min, seguida de austêmpera a 370°C.....	69
Figura 14 – Fluxograma esquemático do procedimento experimental realizado	75
Figura 15 – Fluxograma do processo de fabricação dos corpos de prova	76
Figura 16 – Forno elétrico à indução Inductotherm 1.0 t	77
Figura 17 – Coquilha refrigerada em cobre para obtenção de pastilha para análise espectrométrica	78
Figura 18 – Espectrômetro de emissão ótica	78
Figura 19 – Dimensional do corpo de prova tipo Y.....	80
Figura 20 – Forno elétrico com banho de sal – austenitização	83
Figura 21 – Forno elétrico com banho de sal – austêmpera	84
Figura 22 – Secção retirada do bloco Y, conforme norma ASTM A536-84.....	86
Figura 23 – Desenho do corpo de prova para ensaio de tração.....	86
Figura 24 – Dimensões do corpo de prova para ensaio Charpy	88
Figura 25 – Máquina de ensaio Charpy, marca Instron Wolpert PW30.....	89
Figura 26 – Microestrutura das amostras dos ferros fundidos nodulares liga 1, 2 e 3 (sem ataque químico).....	93
Figura 27 – Microestrutura das amostras dos ferros fundidos nodulares liga 1, 2 e 3 (com ataque químico).....	94
Figura 28 – Escala comparativa de durezas	97

Figura 29 – Corpo de prova em ferro fundido nodular bruto de fusão (a) e ligado com 0,30% nióbio (b) após ensaio de tração	98
Figura 30 – Evidência do micromecanismo de fratura em diferentes amostras com aspecto frágil verificado pelo ensaio de tração	98
Figura 31 – Gráficos de tensão convencional versus deformação convencional para o ferro fundido nodular bruto de fusão e autemperado	99
Figura 32 – Gráfico $\ln(\sigma_v)$ versus $\ln(\epsilon_v)$	99
Figura 33 – Gráfico de energia absorvida (J) para as temperaturas de -196 , -70 ,	101
Figura 34 – Gráfico de energia absorvida (J) para as temperaturas de -196 , -70 ,	102
Figura 35 – Gráfico de ensaio Charpy para aços laminados.....	102
Figura 36 – Superfície de fratura de corpo de prova após ensaio Charpy	103
Figura 37 – Evidência do micromecanismo de fratura com aspecto frágil para a temperatura de -196°C	104
Figura 38 – Evidência do micromecanismo de fratura com aspecto frágil para a temperatura de 0°C	104
Figura 39 – Evolução da dureza HRC com o tempo de austêmpera do ferro fundido nodular (a) sem adição de nióbio, (b) com adição de 0,17% de nióbio e (c) com adição de 0,30% de nióbio.....	105
Figura 40 – Evolução da fração transformada em função do tempo do ferro fundido nodular (a) sem adição de nióbio, (b) com adição de 0,17% de nióbio e (c) com adição de 0,30% de nióbio.....	107
Figura 41 – Gráfico de $\ln(t)$ versus $\ln(-\ln(1-y))$ do ferro fundido nodular (a) sem adição de nióbio, (b) com adição de 0,17% de nióbio e (c) com adição de 0,30% de nióbio	109
Figura 42 – Curva fração transformada x tempo para ferro fundido nodular (a) bruto sem adição nióbio, (b) com adição de 0,17% de nióbio e (c) adição de 0,30% de nióbio	111
Figura 43 – Evolução do $\ln(1/t)$ em função de $1/T$ para cálculo da energia de ativação, considerando 50% do produto transformado	112
Figura 44 – Microestrutura da amostra austemperada com tempo de manutenção de 1 min.....	113
Figura 45 – (a) Microestrutura da amostra austemperada com tempo de manutenção de 5 min. (b) Microestrutura da amostra austemperada com tempo de manutenção de 7 min	113
Figura 46 – Microestrutura da amostra austemperada com tempo de manutenção de 15 min.....	114
Figura 47 – Microestrutura da amostra austemperada com tempo de manutenção de 20 min.....	114
Figura 48 – Microestrutura da amostra temperada com 0,17% de nióbio em peso resfriada em salmoura a temperatura ambiente	115
Figura 49 – Microestrutura da amostra temperada com 0,30% de nióbio em peso resfriada em salmoura a temperatura ambiente	116

- Figura 50 – Principais fases presentes no ferro fundido nodular (a) austemperado por 120 min, (b) com adição de 0,17% de nióbio austemperado por 15 min, (c) com adição de 0,30% de nióbio austemperado por 1,15 e 60 min..... 117
- Figura 51 – Fração de austenita retida e carbono dissolvido na austenita em função do tempo de austêmpera no ferro fundido nodular (a) austemperado por 120 min, (b) com adição de 0,17% de nióbio austemperado por 15 min, (c) com adição de 0,30% de nióbio austemperado por 1,15 e 60 min..... 119

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química típica do ferro-gusa	43
Tabela 2 – Composição típica das ligas 1 e 4 nodularizantes.....	44
Tabela 3 – Características dos principais processos nodularizantes	45
Tabela 4 – Classes de ferro fundido nodular, segundo Norma ABNT NBR 6916/1981	51
Tabela 5 – Propriedades físicas do carboneto de nióbio.....	56
Tabela 6 – Especificação para o ferro fundido nodular austemperado segundo norma ASTM A 987/1990	67
Tabela 7 – Composição química de material metálico base	73
Tabela 8 – Composição química de ferroligas	73
Tabela 9 – Composição química de inoculante Mesclalloy MI 57 FU	74
Tabela 10 – Granulometria das ligas metálicas utilizadas no processo	74
Tabela 11 – Equipamentos utilizados produção do ferro fundido nodular.....	79
Tabela 12 – Teor de nióbio nos ferros fundidos produzidos.....	91
Tabela 13 – Índice de incorporação de nióbio ao ferro fundido nodular	92
Tabela 14 – Composição química das ligas fundidas	92
Tabela 15 – Morfologia da grafia e grau de nodularização nas amostras de ferro fundido bruto de fundição sem e com adição de nióbio, ligas 1, 2 e 3, segundo norma ASTM A247-67	94
Tabela 16 – Distribuição da matriz nas amostras de ferro fundido bruto de fusão sem e com adição de nióbio, ligas 1, 2 e 3, por análise comparativa.....	95
Tabela 17 – Propriedades mecânicas das ligas em ferro fundido nodular bruto de fundição, austemperado, austemperado ligado ao nióbio	96
Tabela 18 – Constantes k e n.....	100
Tabela 19 – Equações de Hollomon desenvolvida para os ferros fundidos nodular bruto de fusão, nodular austemperado.....	101
Tabela 20 – Equações das retas linearizadas para cada temperatura.....	109
Tabela 21 – Valores de k e n calculados após a linearização da equação de Avrami	110

LISTA DE SIGLAS

- ADI – *austempered ductile iron*.
- ASM – American Foundry Society.
- ASTM – American Society for Testing and Materials.
- C.E. – carbono equivalente.
- CDTN – Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear.
- HB – dureza Brinell.
- HRC – dureza Rockwell C.
- JMAK – Johnson – Mehl – Avrami – Kolmogorov.
- MEV – microscópio eletrônico de varredura.

LISTA DE SÍMBOLOS

E_w – energia absorvida pelo corpo de prova no ensaio de impacto.

F – carga utilizada.

h_0 – dureza inicial, após têmpera e manutenção na temperatura de austêmpera por 1 min.

h_f – dureza após tempo de transformação total em bainita na temperatura de austêmpera.

h_i – dureza no tempo igual a "i" de manutenção na temperatura de austêmpera e têmpera em salmoura.

l_{ff} – comprimento final do corpo de prova de tração.

m – massa do pêndulo no ensaio de impacto.

N – carga normal.

P_m – carga máxima de tração.

$s(t)$ – deflexão do corpo de prova no ensaio de impacto.

S_0 – área inicial do corpo de prova de tração.

t – tempo.

v_0 – velocidade de impacto do pêndulo no ensaio de impacto.

\bar{X} – média aritmética.

Δl – alongamento.

σ – desvio-padrão.

σ_R – tensão de resistência.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	29
1.1	Justificativas	31
1.2	Objetivo.....	32
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	33
2.1	Fundição	33
2.1.1	<i>Projeto ou definição do processo de fundição</i>	35
2.1.2	<i>Confecção de ferramental</i>	36
2.1.3	<i>Moldagem e macharia</i>	36
2.1.4	<i>Fusão</i>	38
2.1.5	<i>Vazamento</i>	39
2.1.6	<i>Desmoldagem e acabamento</i>	39
2.2	Ferros fundidos.....	40
2.3	Ferros fundidos nodulares.....	42
2.3.1	<i>Processo de nodularização</i>	44
2.3.2	<i>Processo de inoculação</i>	46
2.3.3	<i>Microestrutura</i>	48
2.4	Nióbio.....	52
2.5	Ferros fundidos nodulares com adição de elementos de liga.....	53
2.5.1	<i>A adição de nióbio em ferros fundidos nodulares</i>	55
2.6	Tratamentos térmicos dos ferros fundidos	56
2.6.1	<i>Cinética da transformação de fase</i>	57
2.6.2	<i>Tipos de tratamentos térmicos aplicados aos ferros fundidos</i>	60
2.7	Ferro fundido nodular austemperado (<i>austempered ductile iron – ADI</i>).....	65
2.7.1	<i>Propriedades mecânicas do ADI</i>	69
2.8	Ferro fundido austemperado com adição de nióbio.....	69
3	MATERIAIS	72
3.1	Materiais aplicados	72
4	MÉTODOS EXPERIMENTAIS	75
4.1	Produção de ferro fundido nodular base (bruto de fusão).....	77
4.1.1	<i>Definição de parâmetros para adição e incorporação de nióbio ao ferro fundido nodular</i>	80
4.2	Tratamento térmico.....	82
4.3	Ensaio metalográficos.....	85
4.4	Ensaio mecânicos.....	85
4.4.1	<i>Tração</i>	85
4.4.2	<i>Ensaio Charpy</i>	87
5	APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	91
5.1	Incorporação do nióbio ao ferro fundido nodular.....	91
5.2	Caracterização química	92
5.3	Caracterização da microestrutura	93
5.4	Caracterização mecânica	95
5.4.1	<i>Análise de ensaio de tração</i>	95

5.4.2	<i>Análise de ensaio de impacto Charpy</i>	101
5.5	Levantamento das curvas fração transformada x tempo	105
5.6	Análise metalográfica das amostras austemperadas.....	112
5.7	Ensaio de difração de raios X	116
6	CONCLUSÕES	120
7	SUGESTÃO PARA FUTUROS TRABALHOS.....	121
	REFERÊNCIAS.....	122
	APÊNDICE.....	128

1 INTRODUÇÃO

O setor de fundição tem grande participação no desenvolvimento econômico e social de uma nação, pois se trata de um processo de fabricação que emprega elevado e variado número de profissionais. Além de desenvolver tecnologicamente o parque industrial com aplicação de processos inovadores, estimula a economia interna com fornecimento de peças fundidas em vários tipos de ligas metálicas, e a economia externa com grandes volumes de exportações de fundidos. Foram faturados cerca de 11,6 bilhões de dólares no ano 2013, segundo dados da Associação Brasileira de Fundição (Abifa) (ABIFA,2013).

No Brasil, a fundição é um segmento que emprega diretamente um número expressivo de trabalhadores, gerando ainda uma quantidade significativa de empregos indiretos na sua cadeia produtiva. Uma das contribuições sociais da indústria de fundição esta baseada no número de pessoas empregadas. No ano 2013, o setor empregou em torno de 65 mil pessoas (ABIFA, 2013).

A indústria de fundição produz peças em diversos tipos de ligas, aços, ligas de alumínio, ligas de cobre, ligas de magnésio e ferros fundidos. Segundo Brown (2002), *ferro fundido* é a expressão destinada a ligas ferrosas que contêm acima de 2% de carbono, bem como outros elementos como o silício, manganês, fósforo e o enxofre, podendo ter ainda outros elementos em teores residuais ou em teores específicos para ligas ferrosas especiais. Foi produzido no ano de 2013 um total de 3.071,9 milhões de toneladas de fundidos. Os ferros fundidos representam em torno de 83,7% de toda a produção da indústria de fundição brasileira e os aços fundidos corresponderam a 7,6% deste valor (ABIFA, 2013).

Os ferros fundidos constituem um grupo de ligas de importância fundamental para a indústria, pela grande flexibilidade de produção de peças com grande variedade de formas e tamanhos; podendo ser peças para aplicações de extrema responsabilidade ou não; como, também, pelo fato de, mediante a introdução de elementos de liga e aplicações de tratamentos térmicos adequados, viabilizar a substituição dos componentes em aço.

Diante da competição mais acirrada pela satisfação do cliente, a indústria de uma forma geral tem buscado formas de aumentar a produtividade, associando fluxos de produção mais rápidos e confiáveis com a diminuição de custos sem perda da qualidade do produto final. A indústria de fundição tem procurado também buscar

estes objetivos por meio de uma gestão da produção moderna, equipamentos mecanizados e automatizados aplicados na linha de produção, e um significativo avanço tecnológico na metalurgia das ligas, em conjunto com *softwares* de simulação de grande aproximação da realidade do processo.

Entre os processos de fabricação, a fundição merece atenção especial, uma vez que concorrem diretamente com outros processos de fabricação, tais como conformação a frio.

O processo de fundição é um método viável para produção de peças de geometria complexa, que oferecem flexibilidade de forma e projeto não encontrados em outras técnicas de processamento. Contudo, os defeitos que as peças podem possuir tais como inclusões, porosidades e alterações dimensionais dificultam o processamento posterior (DWYER; GRIFFIN; BATES, 1996).

O ferro fundido nodular tem excelente fundibilidade, usinabilidade, capacidade de amortecimento e baixo custo de produção (LIN; LUI; CHEN, 1997). Os fatores que afetam as propriedades mecânicas do ferro nodular incluem a composição química, o tamanho, distribuição e forma dos nódulos da grafita, o tamanho e morfologia das dendritas primárias, relação ferrita/perlita, tamanho de grão da ferrita e espaçamento interlamelar da perlita (CHUZHOY *et al.*, 1997). A evolução do conhecimento relativo à solidificação dos ferros fundidos nodulares acelerou-se com o desenvolvimento da análise térmica e resfriamento brusco durante o intervalo de solidificação, que permitiram caracterizar os mecanismos que atuam na nucleação/crescimento da grafita a partir do ferro líquido.

Um desenvolvimento de ferro fundido nodular é o ferro fundido nodular austemperado (ADI), obtido a partir do tratamento térmico de austêmpera aplicado ao ferro fundido nodular. A peça, após fundição é austenitizada e, posteriormente, resfriada, objetivando estrutura e propriedades mecânicas compatíveis aos aços ultrarresistentes com menor consumo de energia na produção.

Em razão de suas propriedades mecânicas, o ADI está sendo utilizado em estruturas de componentes automotivos, agricultura, mineração e equipamento de construção civil (YANG; PUTATUNDA, 2005).

É uma característica do setor de fundição a busca por novos materiais a fim de atender à demanda por custos menores de fundidos, redução do peso dos produtos, e melhor desempenho em aplicação. No esforço de alcançar tais exigências empregam-se novos materiais com resistência similar e com baixa

densidade, ou aumenta-se a resistência de materiais tradicionais por meio de elementos de liga ou de tratamento térmico (FONSECA SOUZA, 2012).

Para a melhoria das propriedades mecânicas são produzidos ferros fundidos com adição de elementos de ligas. No entanto, apesar de melhorar o desempenho dos ferros fundidos, o emprego desses elementos apresenta desvantagens, na medida em que é um material importado e de custo elevado.

Segundo Fonseca Souza (2012), recentemente, as várias inovações propostas para a tecnologia de produção dos ferros fundidos, pode-se destacar a adição de nióbio e titânio, com o objetivo de melhoria da resistência ao desgaste (GUESSER & GUEDES, 1997; NYLÉN, 2007).

Os autores relatam que a adição de nióbio melhora as propriedades mecânicas. Guesser (2009) também comenta a adição de nióbio com vanádio para aplicações a quente em peças de ferro fundido, em decorrência da formação de carbonetos de alta dureza, e também alta resistência ao desgaste.

Neste trabalho buscou-se produzir ferro fundido nodular bruto de fusão e ferro fundido nodular com adição de nióbio nos teores de 0,17% e 0,30% em peso; e com o estudo da cinética do tratamento térmico por austêmpera, caracterizar as propriedades mecânicas e microestrutura dos ferros fundidos nodular bruto de fusão, austemperado, e austemperado ligado ao nióbio.

1.1 Justificativas

Nos últimos anos, a indústria metalúrgica nacional vem procurando processos que aperfeiçoem a produção do ferro fundido assim como o desenvolvimento de suas propriedades mecânicas. Atualmente, busca-se reduzir o peso unitário dos fundidos, reduzir tolerâncias de usinagem, aumentar o leque de ligas leves e prolongar a vida útil dos fundidos, utilizando-se materiais caracterizados por elevadas propriedades mecânicas e de utilização (YANG; PUTATUNDA, 2005).

Existem vários estudos que envolvem o ADI, assim como a adição de alguns elementos de liga em sua composição como molibdênio e níquel, mas ainda não foram feitos desenvolvimentos significativos e, ainda, pode-se considerar que a adição dos elementos de liga citados onera o custo de produção. Entre as ligas de produtos ferrosos, o ADI apresenta uma combinação muito interessante de propriedades mecânicas e melhorá-las com a adição de elementos de ligas

economicamente mais viáveis, como o nióbio, que é abundante no Brasil, é de extremo interesse.

A utilização de nióbio em ferros fundidos é de particular interesse no caso do Brasil, uma vez que o país possui 98% das jazidas disponíveis no mundo, sendo o único fornecedor de 45 países. O nióbio representa para a balança comercial brasileira 43% do faturamento externo de toda a indústria nacional de ferroligas. A capacidade de produção de ferroliga à base de nióbio vem aumentando e a empresa produtora deverá produzir até 110 mil toneladas anuais, para atender ao avanço da grande demanda mundial por ligas ferrosas de qualidade e por nióbio (SILVA, 2004).

1.2 Objetivo

O trabalho tem como objetivo a produção e a caracterização microestrutural e mecânica do ferro fundido nodular, ferro fundido nodular austemperado e ferro fundido nodular austemperado ligado com adição de teores de 0,17% Nb e 0,30% Nb.

Para o desenvolvimento do trabalho foi necessário definir objetivos específicos, sendo:

- a) produção de ferro fundido nodular com adição e incorporação de nióbio;
- b) avaliação das propriedades mecânicas apresentadas pelo ferro fundido com e sem adição de nióbio;
- c) avaliação das propriedades mecânicas apresentadas pelo ferro fundido nodular austemperado com adição de nióbio;
- d) avaliação da microestrutura dos ferros fundidos nodulares austemperados com adição de nióbio;
- e) construção das curvas fração transformada x tempo do ADI nas temperaturas 410, 395, 370, 345, 320, 290 e 270°C; do ADI 0,17% Nb e ADI 0,30% Nb nas temperaturas 270, 290, 320, 350 e 400; e
- f) análise as fases apresentadas nos resultados de difração de raio X das amostras de ferro nodular bruto, austemperado e austemperado ligado com nióbio.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A revisão bibliográfica apresentará os temas mais relevantes para elaboração do trabalho. Serão abordados na revisão tipos de ferros fundidos brutos de fundição, ligados e tratados termicamente. Será apresentada também breve descrição do processo de fundição. E resultados encontrados na literatura sobre a adição de nióbio em ferros fundidos sem tratamento térmico e austemperados.

2.1 Fundição

A fundição tem sido utilizada pelo homem há mais de quatro milênios A.C., embora somente haja cerca de quatro décadas a solidificação dos metais e suas ligas tenham começado a ser pesquisada dentro dos esquemas da metodologia científica.

A existência dos primeiros objetos de cobre, ouro, prata e ligas de cobre, com origem provável próximo ao Oriente, data de 7.000 a 3.000 A.C., destacando-se particularmente na arte de fundição os povos egípcios, ititas, gregos, etruscos e chineses (FERREIRA, 2010).

É um processo de fabricação de peças metálicas que consiste essencialmente em preencher com metal líquido uma cavidade específica de um molde com formato e medidas correspondentes aos da peça a ser fabricada.

Segundo Ferreira (2010), o principal objetivo do processo de fundição é dar a forma adequada ao metal, vertendo-o na cavidade de um recipiente denominado molde, o qual possui uma cavidade correspondente ao negativo da peça desejada, ou que se pretende fabricar.

Ainda por mais simples que possa apresentar-se, o processo de fundição é possuidor de um elevado nível tecnológico aplicado ao processo. Isto é decorrente do desenvolvimento e inovação de insumos e matérias-primas aplicados ao processo, assim como evolução tecnológica nos processos envolvidos na fundição e em equipamentos. Associado a *softwares* de simulação que permitem o estudo e análise dos fenômenos ocorridos durante as etapas ao longo do processo, torna a fundição um processo de transformação com grande aplicação.

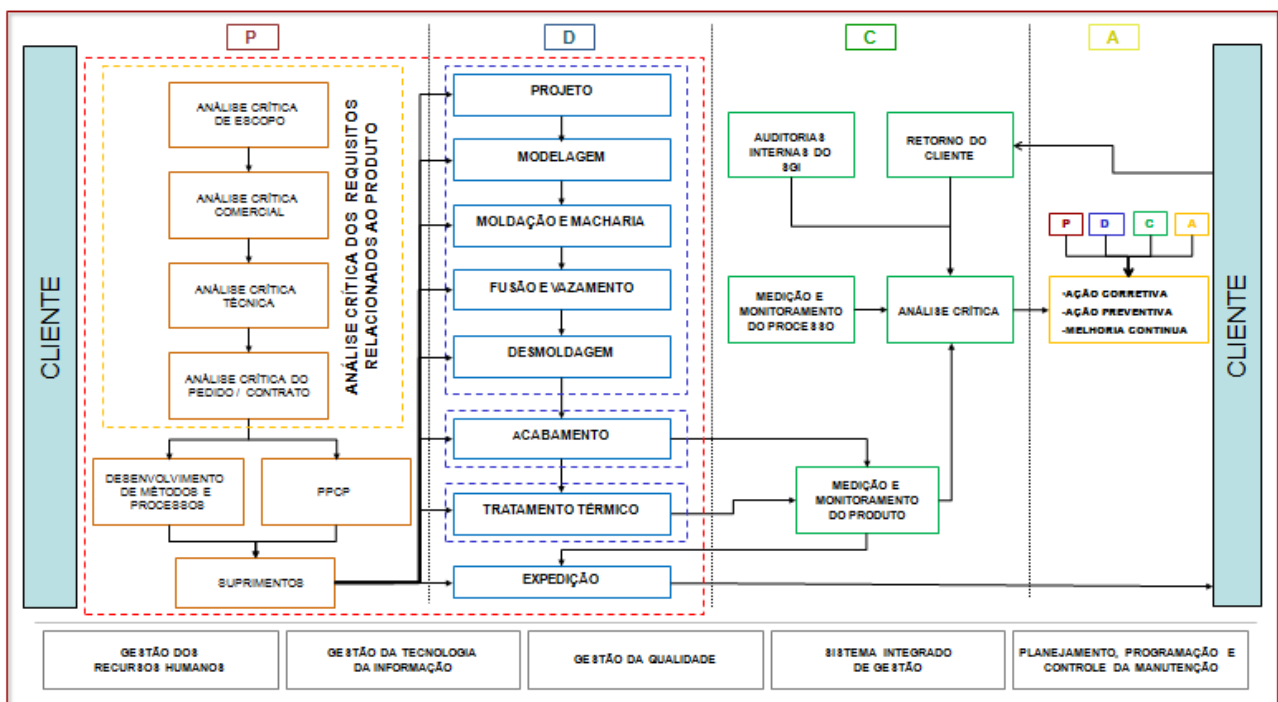
Na fundição têm-se apenas as etapas de fusão e solidificação entre a matéria-prima sólida e o produto acabado, enquanto que nos demais processos de fabricação de peças metálicas – laminação, forjamento, estampagem e trefilação –

se tem entre a matéria-prima e o produto, além das etapas de fusão e solidificação, uma deformação plástica por tratamento mecânico (SENAI, 1987).

Quanto ao tamanho, produzem-se peças fundidas que pesam desde poucos gramas e com espessuras de parede de apenas alguns milímetros até peças cujo peso pode alcançar mais de duzentas toneladas e com dimensões que dependem apenas das instalações disponíveis na fundição (SOUZA, 2002). Este tipo de tecnologia tem sérias vantagens na produção de formas complexas, peças com secções côncavas ou com cavidades internas, peças muito grandes e peças feitas a partir de materiais difíceis de maquinar/usinar. Em virtudes dessas vantagens, a fundição é um dos mais importantes processos de produção.

Em decorrência da elevada temperatura exigida para processamento do ferro, os principais avanços surgiram na Revolução Industrial, com a criação do forno Cubilot, e posteriormente fornos elétricos e com a mecanização do processo, o que permitiu que se processasse o ferro por meio da fundição.

Figura 1 – Fluxograma do processo de fundição



Fonte: Elaborada pelo autor.

O processo de fundição pode ser apresentado em etapas distintas de produção, cada uma delas com suas particularidades e importância dentro do processo, apresentadas abaixo:

2.1.1 Projeto ou definição do processo de fundição

Inicialmente, na elaboração do projeto de fundição, que define todo processo de fabricação indicado em função do tamanho da série de produção, do acabamento da peça e do tipo de liga, entre outras variáveis. Neste projeto é definido o sistema de enchimento (canais responsáveis pela condução do metal até a cavidade do molde), assim como o sistema de alimentação que consta de alimentadores (reservas de metal líquido ligado às regiões da peça que se solidificam por último) (FONSECA SOUZA, 2012).

A fase de projeto é o ponto de partida para todas as produções industriais, incluindo a produção de peças fundidas (FERREIRA, 2010).

O desenho da peça a ser fabricada, suas exigências técnicas (normas) e critérios de aceitação estabelecidos pelo cliente deverão ser analisados na etapa de projeto. Além destas variáveis, o tamanho da série de produção, tipo de acabamento superficial, e os processos de fabricação seguintes contribuirão para elaboração do projeto de fundição. Para determinar um método específico de fundição para produzir uma peça, que atenda às especificações requeridas pelo cliente, o engenheiro projetista deverá ter em consideração as variáveis de processo, como sejam: as tolerâncias, as capacidades do processo e as distorções de fundição atribuídas tanto à solidificação do material como aos estrangimentos da moldação (FERREIRA, 2010).

Serão também definidos todos os parâmetros e detalhes que orientarão todas as outras etapas do processo de fundição, até a liberação da peça no final do processo. Depois de concebido o projeto, nas outras etapas executar-se-á o que foi definido e estabelecido.

A etapa de projeto tem grande participação para o sucesso ou fracasso do produto dentro do processo de fundição e também na formação do custo de fabricação.

O estudo da alimentação de peças de ferros fundidos reveste-se de grande importância, uma vez que afeta o rendimento metálico nas peças fundidas e também a taxa de refugo de peças com defeitos de contração, incidindo, portanto, no custo (SANTOS, 1989).

Atualmente no processo de fundição é possível a utilização de *softwares* de simulação, permitindo a visão e compreensão do processo antecipadamente

calculado, o que proporcionará uma base técnica para tomada de decisões ainda na etapa de projeto e permitirá a redução do tempo de desenvolvimento de novas peças, redução de custo de fabricação, redução de refugo (perdas de peças por defeitos oriundos do processo) e melhoria da qualidade do produto.

2.1.2 Confeção de ferramental

Segundo Ferreira (2010), os modelos e caixas de macho deverão ser confeccionados para a realização do processo de fundição.

Segundo o Senai (1987), essa etapa consiste em construir um modelo com o formato aproximado ao da peça a ser fundida. O modelo deve ser ligeiramente maior que a peça original, pois, durante o processo de solidificação do metal, ocorrerão três tipos distintos de contrações do metal líquido até o final da sua solidificação e seu resfriamento: a contração líquida, contração de solidificação e contração sólida. Cada tipo de metal possui sua contração volumétrica e linear correspondente. Na construção do ferramental de fundição, deverá ser considerada a contração sólida, que promoverá a diminuição linear das dimensões da peça fundida. Desta forma, o ferramental deverá ser confeccionado de forma a compensar essa variação, por meio do aumento linear das dimensões do ferramental. Deverá ser considerado também um sobremetal para posterior processo de usinagem, caso este processo venha a ocorrer.

Para se obterem os moldes das moldações e os machos, com precisão de forma constante ao longo do processo, sendo essencial que nas superfícies dos modelos e das caixas de macho, que lhe darão origem por reprodução de formas, sejam empregues materiais com a maior durabilidade (FERREIRA, 2010).

Os modelos e caixas de macho poderão ser feitos em madeira, alumínio, aço, resina plástica e isopor. O tipo de material para confecção do modelo e caixa de macho será definido em função do tamanho da série a ser produzida, características superficiais da peça e tolerâncias dimensionais exigidas, entre outros.

2.1.3 Moldagem e macharia

Para se obter o molde da peça a ser vazada (forma negativa do volume da peça) há que se fazer uma moldação em material refratário compactado por reprodução da forma de um modelo (FERREIRA, 2010).

Nesta etapa serão confeccionados os moldes rígidos para ser preenchidos com metal líquido, e após sua solidificação, a obtenção da peça fundida. Os moldes são produzidos a partir dos modelos fabricados de acordo com parâmetros estabelecidos pelo projeto.

Os machos são elementos em areia, fabricados com o mesmo princípio dos moldes. Posteriormente serão inseridos no interior dos moldes para promover a obtenção de detalhes, furos, cavidades, ressaltos etc., conforme característica física da peça.

Os moldes podem ser classificados como permanentes ou não permanentes. Os moldes permanentes são construídos em grafite ou material metálico, o que permitirá a sua reutilização em mais de um vazamento. Já os moldes não permanentes são utilizados somente uma vez e descartados (SENAI, 1897).

Para os processos de produção das moldações permanentes, normalmente metálicas, as formas dos moldes permanentes nos blocos metálicos são obtidas ou por maquinagem direta do metal ou por processos de fundição (FERREIRA, 2010).

Atualmente existem diferentes tipos de processos de moldagem, que podem distinguir os vários processos de fundição. O processo de moldagem à base de areia poderá ser aglomerado com argila (conhecido por processo de moldagem em areia verde) ou aglomerado com resinas sintéticas (substância de composição química complexa).

O desenvolvimento, durante os anos 1950, de aglomerados orgânicos cujos sistemas podem ser curados à temperatura ambiente veio revolucionar a produção na indústria de fundição que utiliza areia para moldação (FERREIRA, 2010). O desenvolvimento de ligantes químicos autocuráveis à temperatura ambiente para materiais de moldagem substituiu os processos convencionais de moldagem manual para moldes de fundição, à base de areia aglomerada com argila. Vários moldes feitos com areia ligada com argila, e compactados mecanicamente, foram substituídos em instalações de moldagem de grandes peças, por ligantes de cura a frio que são endurecidos pela utilização de catalisador ou conversor (são compostos auxiliares utilizados em conjunto com as resinas sintéticas para promover sua polimerização ou cura).

2.1.4 Fusão

Os equipamentos de fusão e de elaboração de metal lidam com as características requeridas é um elo muito importante na cadeia de obtenção de produtos de fundição, pois são dispositivos cuja missão é o de fornecerem o metal fundido, de qualidade adequada nas quantidades necessárias, à temperatura conveniente e ao mais baixo preço (FERREIRA, 2010).

Nesta etapa ocorrerá a fusão da carga metálica sólida composta por ferro-gusa, sucata de aço e ferroliga; na fabricação de ferros fundidos, carga esta que será elaborada a partir de um cálculo de massa para aproximação dos valores desejados de composição química específica para cada tipo de liga metálica.

Os fornos de fusão são de diferentes tipos, segundo o metal a fundir e qualidade das peças que se deseja fundir (TORRE, 2004).

Podem-se classificar os fornos empregados mais comuns para a fusão de metais e suas ligas pelo tipo de aquecimento empregado:

- a) fornos a combustível: carvão/coque; óleo combustível;
- b) fornos elétricos: a arco, à indução.

O cubilot é um forno a combustível. O forno cubilot é o forno mais antigo utilizado em fundição de ferro, mas ainda tem aplicação na produção do ferro fundido cinzento (FERREIRA, 2010).

Este tipo de forno não permite trabalhos com metais com rigorosas faixas de composição química, em decorrência da falta de homogeneidade de carga metálica, e também um equipamento de difícil controle de temperatura.

Também com base nos autores, apesar da variedade de tipos de fornos, os fornos elétricos mais utilizados em fundições de pequeno e médio porte, para fabricação de ferrosos e não ferrosos, são os fornos elétricos à indução.

Segundo Ferreira (2010), os fornos elétricos à indução são fornos usados para a fusão e afinação de ligas ferrosas e não ferrosas. E garantem grande controle de ligas que são elaboradas nesse equipamento.

Os fornos elétricos à indução podem ser de baixa ou alta frequência. Em ambos os tipos de fornos de indução, de alta e baixa frequência, produz-se uma agitação do banho decorrente de forças eletrodinâmicas, o que faz com que o metal obtido seja muito homogêneo (TORRE, 2004).

2.1.5 Vazamento

O vazamento ocorrerá por meio da transferência do metal líquido do forno para o recipiente chamado de *panela*, que transportará o metal até o molde. Nesse momento ocorrerá a preenchimento do molde pelo metal pela transferência do metal da panela para o seu interior.

Esta é uma das etapas fundamentais no processo de fundição, que poderá ser por método de transferência do metal da panela para o interior do molde, de forma manual ou mecanicamente. Nesta etapa é importante também o controle da limpeza das panelas de vazamento, para não haver inclusões oriundas de escória do metal e de material refratário na peça. A temperatura também é outra variável que deverá ser controlada em duas estações diferentes, no forno e outra na panela no momento antes do vazamento.

Vazamento de metal fora da condição ideal poderá provocar defeitos de falta de preenchimento, dobra, junta fria; estas por temperatura baixa, e defeitos, como rechupe e sinterização da areia, por temperatura elevada. A velocidade de vazamento do metal líquida muito baixa provocará defeitos de expansão da areia em decorrência da irradiação de calor do próprio metal que preenche o molde; e nos casos de velocidade elevada, poderá provocar erosão na areia do molde e consequentemente grande número de inclusões de areia (SENAI, 1987).

2.1.6 Desmoldagem e acabamento

Após a solidificação e o resfriamento do material fundido no interior dos moldes, dá-se sequência com a: desmoldagem, cortes, remoção dos canais, limpeza e rebarbação.

Segundo o Senai (1987), o tempo de desmoldagem influi na matriz metálica dos ferros fundidos nodulares de maneira que em tempos mais curtos tendem a aumentar a formação de matrizes perlíticas, enquanto tempos de desmoldagens mais longos facilitam a formação de matrizes ferríticas.

Posteriormente à remoção do material fundido, seguem-se operações de limpeza, acabamento e inspeção sobre a peça.

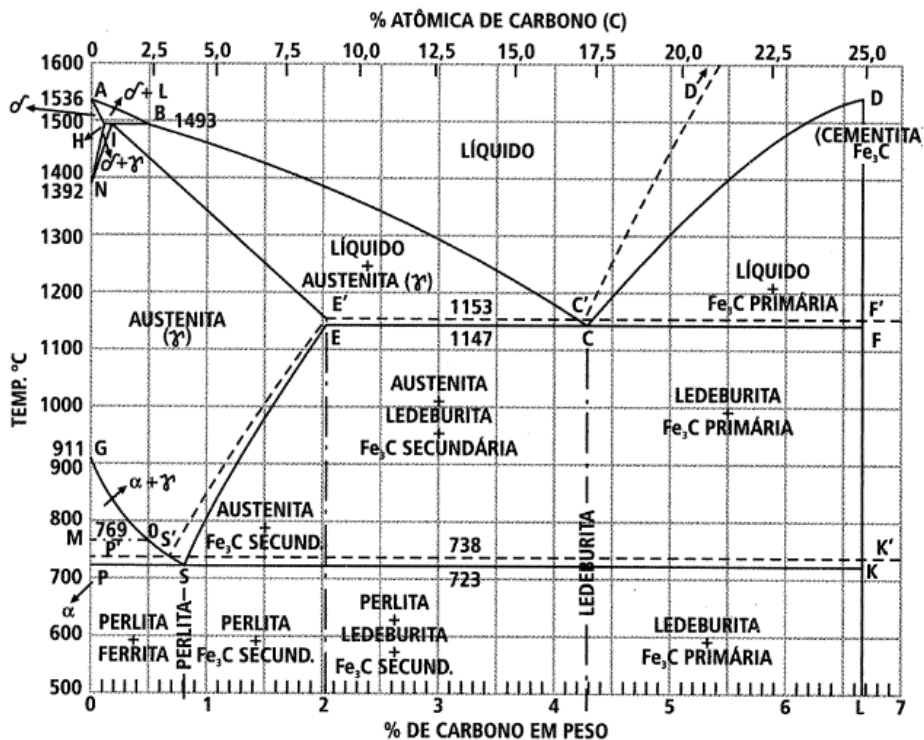
As peças vazadas, após extração das moldações, têm, em geral, de ser sujeitas a fases iniciais de acabamento que compreendem: limpeza por jato de areia

ou granalha, corte dos canais de vazamento e alimentadores, seguido de uma fase de rebarbação (FERREIRA, 2010).

2.2 Ferros fundidos

Ferros fundidos são ligas ternárias de Fe-C-Si (ferro-carbono-silício), que contêm basicamente 2,0–4,0% de carbono e 0,5–3,0% de silício, além de elementos residuais decorrentes do processo de fabricação, que passam pela reação eutética durante a solidificação. A Figura 2 mostra o diagrama de equilíbrio das ligas Fe-C e para a faixa de carbono entre 2,0 e 4,0% têm-se temperaturas de fusão entre 1147°C e 1300°C, portanto inferior aos aços que têm temperatura de fusão superior a 1500°C.

Figura 2 – Diagrama binário Fe-C



Fonte: GUESSER, 2009.

São geralmente classificados em ferros fundidos brancos quando todo o carbono presente na liga se encontra na forma de cementita e outros carbonetos, e ferros fundidos cinzentos. No ferro fundido cinzento, as fases formadas na solidificação são austenita e grafita, formando-se, portanto, após sua solidificação, grafita em forma de veios. Os ferros fundidos nodulares apresentam a grafita na

forma de nódulos ou esferoides em decorrência da adição de elementos nodularizantes.

As indústrias automobilística e agrícola foram mercados em que o ferro nodular encontrou desafio e alternativa econômica. Para alcançar tal objetivo, as fundições evitaram custo de processamento secundário, tais como tratamento térmico, melhorando a qualidade do material na condição de fundido. As condições de fabricação desempenham um importante papel no mecanismo de solidificação dos ferros fundidos nodulares e, conseqüentemente, em sua microestrutura e propriedades mecânicas.

Os ferros fundidos brancos são ligas do sistema Fe-C-Si, com baixos teores de Si e que apresentam o carbono quase que inteiramente na forma de cementita, formando um constituinte com a austenita, denominado ledeburita. Apresenta elevada dureza, ductilidade nula e fratura de coloração clara.

Este tipo de ferro fundido possui como propriedades elevada dureza, baixa tenacidade, elevada resistência ao desgaste e baixa usinabilidade.

O ferro fundido branco pode ser também ligado a altos teores de cromo e outros elementos como níquel e molibdênio, proporcionando melhor performance quando solicitados ao impacto. Isso decorre dos carbonetos de cromo formados e de uma matriz metálica diferente da obtida no ferro fundido branco sem adição de elementos de liga (SANTOS, 1989).

São materiais destinados à aplicações de revestimentos de regiões com grande desgaste por abrasão, por exemplo revestimentos de moinhos, corpos moedores etc.

Nos ferros fundidos cinzentos as fases formadas na solidificação são austenita e grafita na forma lamelar (BROWN, 2000).

A tendência de se formar grafita, grafitização, é controlada por meio da composição química e pela taxa de resfriamento. O silício em concentrações superiores a 1% e o resfriamento mais lento durante a solidificação favorecem a formação de grafita. Para os ferros fundidos cinzentos o carbono existe na forma de grafita, e tanto a microestrutura quanto o comportamento mecânico dependem de suas composições químicas.

Os ferros fundidos cinzentos constituem uma gama de limite de resistência a tração da ordem de 150 a 400 MPa, sendo o alongamento muito pequeno, não é especificado por tratar-se de um material frágil.

Os ferros fundidos cinzentos, por terem a grafita em forma de lamelas, possuem elevada condutividade térmica, e também elevada capacidade de amortecimento de vibrações, o que os torna muito empregados em componentes solicitados à fadiga térmica (a exemplo dos cabeçotes de motores) e equipamentos que necessitam de absorção de vibrações, como bases de máquinas (BROWN, 2000).

2.3 Ferros fundidos nodulares

Os ferros fundidos nodulares pertencem à classe dos cinzentos e apresentam a grafita na forma de nódulos ou esferoides no estado bruto de fusão, em decorrência da adição ou não de elementos nodularizantes.

Deve-se destacar a possibilidade de obtenção de nódulos de grafita em ligas Fe-C-Si sem se processar a adição de elementos nodularizantes (SANTOS, 1989).

Santos (1989) cita trabalhos em que essa morfologia de grafita foi obtida ao se fundir, sob vácuo, um ferro fundido comum, o que também foi observado em ligas Fe-C-Si puras. Nestes casos a obtenção da gráfica esferoidal foi mais frequente quando foram utilizadas elevadas velocidades de resfriamento.

Souza Carmo (2005) descreve as fases importantes do processo de obtenção do ferro fundido nodular, isto é, fusão e ajuste de composição do banho líquido, superaquecimento, tratamentos de nodularização, inoculação, vazamento e desmoldagem.

Os ferros fundidos nodulares podem ser obtidos com matriz metálica ferrítica ou matriz perlítica, entre outras. Os ferros fundidos ferríticos possuem grande capacidade de deformação plástica, podendo chegar a valores de alongamento entre 10 a 22% e limite de resistência a tração até 450 MPa. Os ferros fundidos nodulares perlíticos já apresentam, em decorrência de sua estrutura tipicamente perlítica, valores maiores para limite de resistência à tração, podendo chegar até 900 MPa e alongamento reduzido a 2% (GUESSER, 2009).

Os ferros fundidos nodulares são obtidos por meio da fusão de carga metálica composta de ferro-gusa, sucata de aço, sucata de ferro nodular e ferroligas, sendo

estes utilizados em proporções que são determinadas a partir do cálculo de massa, a fim de se obter composição química estabelecida pela norma que é especificada para peça fundida, e com menor custo de fabricação. A composição típica do ferro-gusa está apresentada na Tabela 1.

Tabela 1 – Composição química típica do ferro-gusa

Material	%C	%Si	%Mn	%S	%P
Ferro-gusa	4.0–4.5	0.5–1.5	0.3–1.5	0.03–0.05	0.04–0.15

Fonte: ARAÚJO, 2009.

As fases importantes do processo de obtenção do ferro fundido nodular são: fusão e ajuste de composição do banho líquido, superaquecimento, tratamentos de nodularização, inoculação, vazamento e desmoldagem (SANTOS, 1989).

O superaquecimento, uma das fases importantes do processo de obtenção do ferro fundido nodular, corresponde à ação de elevação da temperatura do metal líquido, e sua manutenção por um intervalo de tempos definido, para obtenção da homogeneização do banho.

Segundo Olsen, Skalard e Hartung (2004), durante a fusão, o ferro fundido não deve ser aquecido a temperaturas superiores a 1550°C, já que este superaquecimento provoca a destruição dos sítios de grafita em solução, podendo, eventualmente, resultar na diminuição do número de nódulos final.

A microestrutura de um ferro fundido nodular típico contém uma mistura de ferrita e perlita, em que a ferrita geralmente aparece na forma de fases concêntricas ao redor dos nódulos de grafita, o que lhes proporciona a propriedade mecânica ductibilidade. As propriedades mecânicas dos ferros fundidos nodulares dependem fortemente da quantidade e da distribuição da ferrita na matriz da microestrutura. Essa quantidade de ferrita, por sua vez, da composição química do ferro fundido e de sua taxa de resfriamento na faixa de transformação eutetoide.

Em virtude dessa grande variação de propriedades mecânicas, os ferros fundidos nodulares têm substituído com bom desempenho os ferros fundidos cinzentos, e até os aços fundidos em alguns casos.

Os ferros fundidos nodulares são aplicados em eixos de comando de válvulas, componentes hidráulicos, engrenagens, coletores de exaustão e outras aplicações de elevada exigência mecânica (BROWN, 2000).

2.3.1 Processo de nodularização

Para a produção do ferro fundido nodular os processos de nodularização e inoculação são etapas críticas e determinantes na obtenção da qualidade final do material objetivado. O processo de nodularização consiste no processo de obtenção do ferro fundido com grafita na forma esferoidal, ou nodular (KARSAY, 1985).

Este processo de nodularização é conseguido graças ao efeito nodularizante de alguns elementos como o magnésio, cálcio, cério e outros do grupo das terras-raras. O elemento nodularizante mais utilizado é o magnésio e este é geralmente utilizado na forma de ligas com outros componentes, tipicamente ligas FeSiMg (SKALAND, 2003; ONSOIEN *et al.*, 1999).

A adição das quantidades adequadas dos elementos nodularizantes é de extrema importância, já que teores excessivos de magnésio e cério, por exemplo, resultam na formação de carbonetos e grafita do tipo *spiky*, que é um tipo de grafita degenerada não nodular. Quando a quantidade de elementos nodularizantes é menor que o necessário, não ocorrerá a formação de grafita exclusivamente na forma de nódulos (SANTOS, 1989). A composição química da liga nodularizante é definida de acordo com o processo, sendo mais comumente a utilização das ligas de ferro-silício-magnésio, comercialmente conhecidas como liga 1 e liga 4. A composição química típica destas ligas é apresentada na Tabela 2.

Tabela 2 – Composição típica das ligas 1 e 4 nodularizantes

Liga	%Si	%Ca	%Al	%Mg	%TR
Liga 1	44–48	1,0–1,5	1,2 máx.	8,0–10,0	1,0–1,2
Liga 4	44–48	1,0–1,5	1,2 máx.	5,0–7,0	1,0–1,2

Fonte: ITALMAGNÉSIO, 2005.

A microestrutura da liga de FeSiMg é uma variável importante ao processo, pois esta pode apresentar diferentes fases e cada uma terá uma velocidade de dissolução e uma reatividade diferente durante o processo de nodularização.

Na Tabela 3 estão apresentados alguns dos processos mais utilizados para etapa de nodularização.

Segundo Santos (1989), o processo *Tundich Cover* consiste numa panela com compartimento no fundo para o nodularizante e possuidora de tampa, o que permite maior aproveitamento e rendimento da reação. No processo *Tundich Cover*

o rendimento pode ser próximo de 80% e esta é a principal vantagem do processo (SKALAND, 1999).

Outro método de nodularização utilizado é o processo *In Mould*, em que, no interior do molde em areia, é confeccionada uma câmara de reação, para introdução do nodularizante. Desta forma a reação ocorrerá no interior do molde.

Um método muito utilizado também em fundições de médio porte e variedade de peças é o processo *Sandwich*. Segundo Skaland (2002), as principais vantagens deste processo são: simplicidade, baixo custo, rapidez e flexibilidade.

Tabela 3 – Características dos principais processos nodularizantes

Parâmetro	<i>Sandwich</i>		<i>Tundich Cover</i>	<i>In Mould</i>	<i>Cored Wide</i>
	NiMg	FeSiMg	FeSiMg	FeSiMg	Mg ou Si-Mg
Tipo de Liga	NiMg	FeSiMg	FeSiMg	FeSiMg	Mg ou Si-Mg
Concentração de Mg (%)	4–15	3–0	3–10	3–10	10–45
Rendimento de Mg (%)	45–90	35–70	40–75	70–80	35–50
Custo	Baixo	Baixo	Médio	Médio	Médio
Flexibilidade	Boa	Boa	Média	Baixa	Média
Geração de fumos	Média	Média – alta	Baixa	Nenhum	Média
Restrição de S no metal-base (%)	0.04	0.03	0.03	0.01	Sem restrição
Restrição de peso do metal	Sem restrição	Sem restrição	Sem restrição	< 500kg	>500kg
Efeito Inoculante	Nenhum	Baixo – médio	Médio – alto	Alto	Nenhum – baixo
Violência da reação	Baixa – média	Média – alta	Baixa – média	Baixa	Alta

Fonte: SKALAND, 2002.

Neste trabalho será ressaltado o método *Sandwich*, por tratar-se de um método simples e vasta aplicação e por ser um método muito empregado em pequenas e médias fundições.

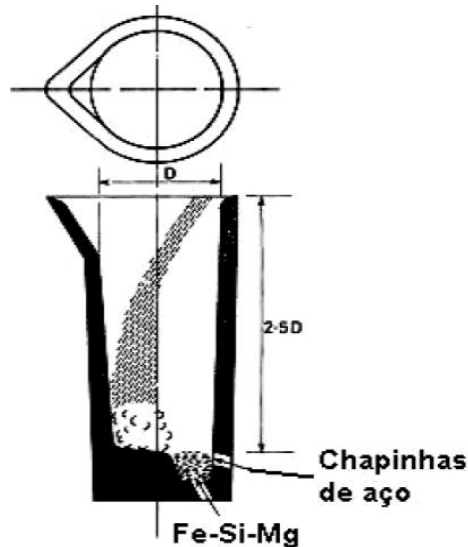
2.3.1.1 Processo de nodularização Sandwich

O processo de nodularização tipo *Sandwich* foi um dos primeiros a ser aplicado em escala industrial e, até os dias de hoje, é o mais utilizado, principalmente em pequenas e médias fundições.

No processo tipo *Sandwich* a liga nodularizante, no caso FeSiMg, contendo magnésio é adicionada na cavidade no fundo da panela de nodularização e, em seguida, faz-se uma cobertura com uma camada de pequenas chapas de aço,

conforme Figura 3. Além de proteger a liga durante o banho, as chapas de aço atuam na diminuição do impacto da reação exotérmica entre o magnésio e o ferro. Isto favorece o rendimento do magnésio, pois este aumenta com a diminuição da temperatura. O rendimento do magnésio neste processo varia de 35 a 50% (SKALAND, 2002; HUERTA; POPOVSK, 2005; ONSOEN *et al.*, 1997).

Figura 3 – Painel de tratamento por nodularização tipo *Sandwich*



Fonte: SILVA, 2004.

2.3.2 Processo de inoculação

O processo de inoculação consiste na adição de compostos que servirão diretamente como substrato para crescimento e formação de núcleos. O principal objetivo da inoculação é promover a formação de grafita durante a reação eutética e aumentar o número de nódulos. Como efeitos da inoculação nos ferros fundidos nodulares estão: o aumento da usinabilidade, da resistência mecânica e ductilidade, a redução da dureza e a promoção de uma microestrutura mais homogênea. A inoculação reduz também a tendência para a formação de rechupes durante a solidificação (SKJEGSTAD; SKALAND, 1996; SKALAND, 2001a; SKALAND, 1999; SKJEGSTAD; SKALAND, 1996a; CHAVES FILHO; PIESKE; CASTRO, 1981; SANTOS, 1989).

Comparando-se um ferro fundido inoculado com outro não inoculado, diferenças na microestrutura são facilmente notadas, as quais afetam as propriedades mecânicas finais dos fundidos (STRAFFELINI, 2003).

Vários inoculantes diferentes de função grafitizante são utilizados na fabricação dos ferros fundidos nodulares. O inoculante mais utilizado é ainda o Fe-Si, contendo residuais de cálcio e alumínio. Os inoculantes considerados mais eficientes são os que contêm zircônio, bário, estrôncio, cério ou terras-raras.

No ferro fundido nodular, durante o processo de nodularização, forma-se grande quantidade de núcleos para a precipitação da grafita. Tais núcleos são basicamente sulfetos de magnésio, cálcio ou cério. Esses núcleos são então recobertos por uma fina camada de silicato de magnésio. Essas partículas não servirão ainda de sítio de crescimento para a grafita pelo fato de a sua estrutura cristalina não ser igual à da grafita. No entanto, depois da inoculação, a superfície dessas partículas mudará decorrência da formação de camadas de outros complexos do silicato de magnésio com os óxidos dos elementos inoculantes adicionados (ONSOIEN *et al.*, 1999; SKALAND, 2001).

Deve-se lembrar que adições em excesso de inoculantes podem aumentar a ocorrência de porosidade, microrrechupes e inclusões, provocando a formação de defeitos na peça fundida (RODRIGUES, 2009).

Quanto maior o carbono equivalente (C.E.) maior será a tendência grafitizante do banho metálico (BROWN, 2000).

A eficiência de um inoculante está correlacionada a vários fatores, sendo alguns deles ligados diretamente ao inoculante e outros relacionados ao processo.

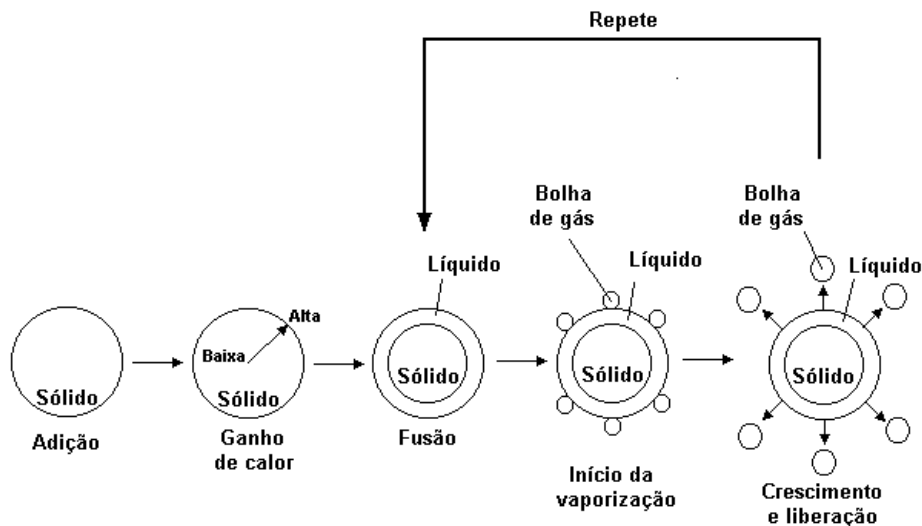
Segundo Santos (1989), muitas são as formas de se adicionarem os inoculantes de função grafitizante ao banho metálico. Entretanto, o número de inoculações a serem realizadas, as etapas do processo de fabricação em que serão efetuadas, o tipo e granulometria do inoculante, assim como a quantidade do material a se adicionar, dependem muito do processo industrial de fabricação, da composição química, do tipo e do tamanho da peça a ser fundida.

A adição de compostos grafitizantes em ferros fundidos nodulares é sempre realizada após a etapa de nodularização. A técnica mais utilizada é a simples adição do inoculante na panela de nodularização, após esta receber 2/3 do volume total e, em seguida, adiciona-se o inoculante com o restante do metal. Outra eficiente forma de realizar a adição do inoculante é pela adição sobre o jato do metal no momento da transferência da panela de nodularização para panela de vazamento (SANTOS, 1898).

2.3.3 Microestrutura

O controle do tipo e da morfologia das fases durante a solidificação de ferro fundido é função dos estágios de nucleação e crescimento. Yamamoto (1975) mostrou que a nucleação da grafita nodular pode ocorrer em bolhas de gás no banho de ferro líquido, dependendo dos elementos adicionados e das condições de pressão e temperatura. Segundo essa teoria, a grafita nucleia-se nas paredes do gás de magnésio. O mecanismo de formação da bolha de gás no ferro líquido é mostrado na Figura 4.

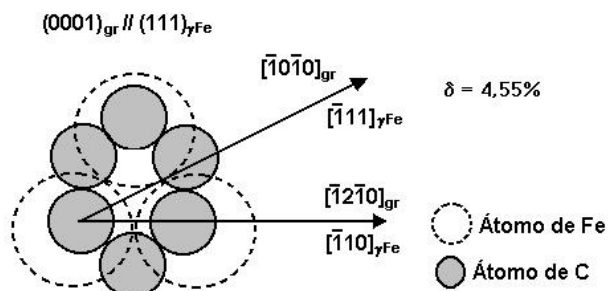
Figura 4 – Crescimento da grafita nodular no interior da bolha de gás



Fonte: SOUZA CARMO, 2005.

A teoria de nucleação heterogênea baseia-se no conceito de que a desorientação do reticulado entre a matriz e o sólido nucleante determina a quantidade de resfriamento necessário para o início da nucleação. A desorientação de 4,55% da interface entre os planos (0001) da grafita e (111) da austenita é mostrado na Figura 5.

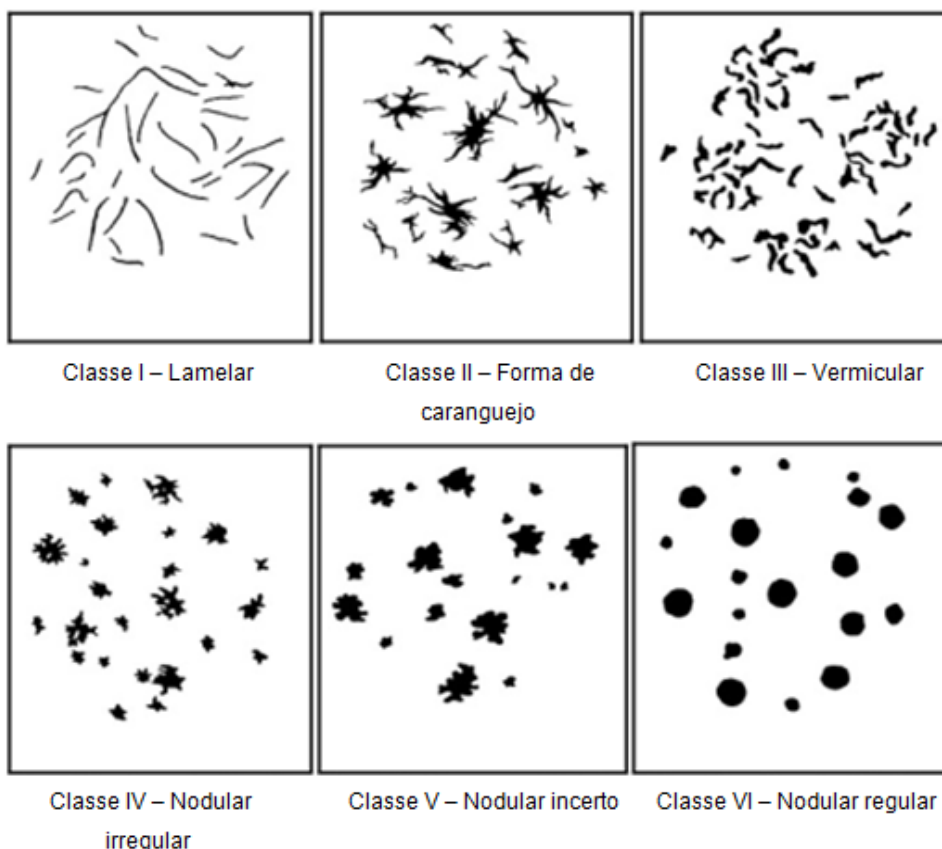
Figura 5 – Relação cristalográfica na interface entre o plano (0001) da grafita e (111) da austenita



Fonte: SOUZA CARMO, 2005.

A norma ISO-945 apresenta seis classes para caracterizar as diferentes formas de partículas de grafita. A Figura 6 mostra as seis imagens de referência que representam essas classes.

Figura 6 – Imagens de referência para as classes de grafita



Fonte: ISO 945:1975.

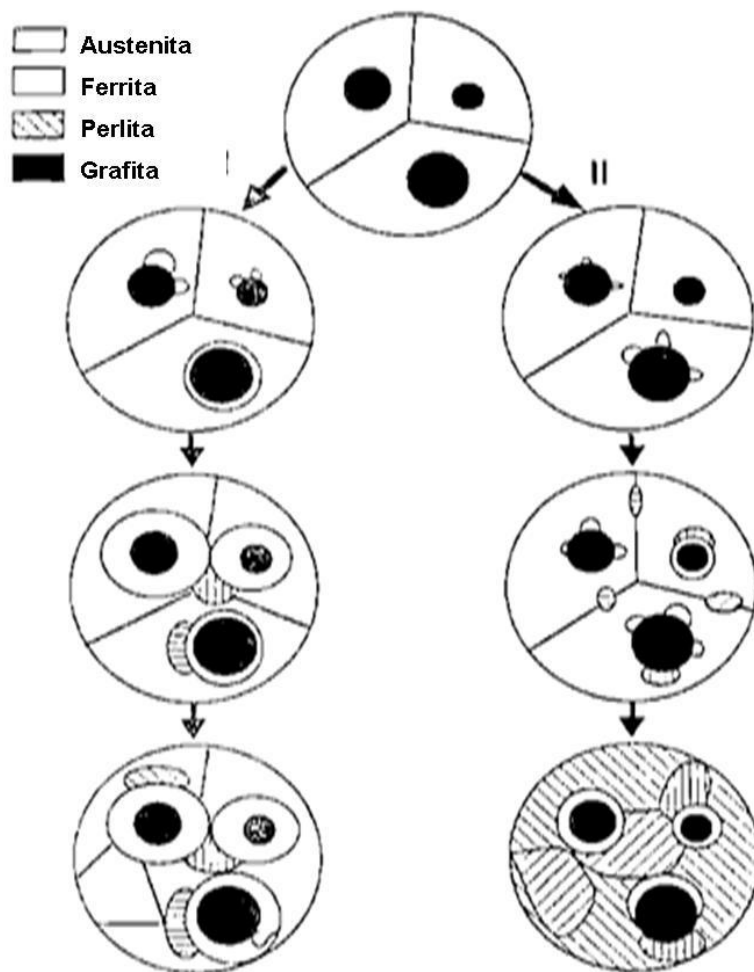
As classes V e VI correspondem às classes do ferro nodular no estado bruto de fusão, em decorrência da adição ou não de elementos alcalinos nodularizantes. O ferro fundido nodular é geralmente caracterizado pela presença de pelo menos

80% das partículas de grafita nas classes V e VI e pela ausência de partículas das classes I e II (GOMES; PACIORNIK, 2005).

Existem diversas matrizes metálicas de ferro fundido nodular (ferrítico-perlítico, martensítico, austenoferrítico ou austeníticos) resultantes de diferentes composições ou tratamentos térmicos.

O processo de transformação eutetoide pode ser resumido na Figura 7.

Figura 7 – Modelos de transformação eutetoide: (a) nucleação da perlita na interface α/γ ; (b) nucleação da perlita em γ/γ e Gr/ γ



Fonte: SOUZA CARMO, 2005.

Guo e Stefanescu (1997) mostraram que a transformação eutetoide ocorre em dois estágios para taxa de resfriamento lenta ($0,2^{\circ}\text{C/s}$):

- a) Formação de ferrita na interface austenita-grafita e, posteriormente, crescimento da ferrita com o decréscimo de temperatura.
- b) A perlita nucleia na interface ferrita–austenita e o seu crescimento é rápido.

Quando o ferro fundido nodular é resfriado abaixo da temperatura eutetoide, há duas possibilidades para decomposição da austenita eutetoide:

- a) a reação eutetoide estável na qual a ferrita e grafita são as fases produto;
- b) a reação eutetoide metaestável levando à formação de perlita.

As especificações de ferro fundido nodular baseiam-se em suas propriedades mecânicas de resistência à tração, medidas em corpos de prova padronizados, sendo indicados normalmente os valores mínimos do limite de resistência, limite de escoamento, alongamento e microestrutura.

A Tabela 4 apresenta as especificações para ferro fundido nodular.

Tabela 4 – Classes de ferro fundido nodular, segundo Norma ABNT NBR 6916/1981

Classe	Limite de resistência à tração (MPa)	Limite de escoamento convencional 0,2%, (MPa)	Alongamento mínimo, (%)	Dureza Brinell	Matrizes predominantes
FE-3817	380	240	17	140–180	Ferrítica
FE-4212	420	280	12	150–200	Ferrítica
FE-5007	500	350	7	170–240	Ferrítica/Perlítica
FE-6002	600	400	2	210–280	Perlítica
FE-7002	700	450	2	230–300	Perlítica
FE-3817-RT*	380	240	17	140–180	Ferrítica

(*) Classe com requisito de resistência ao impacto.

Fonte: Norma ABNT 6916/1981.

As propriedades dos ferros fundidos nodulares tornam-nos convenientes para aplicações tais como virabrequim, pistões, engrenagens, bombas, blocos de motor, matrizes e recipientes de armazenagem e transporte de rejeitos nucleares etc. (PUTATUNDA; JIANGHUAI, 2005).

Conforme observado anteriormente, as condições de fabricação desempenham papel importante no mecanismo de solidificação dos ferros fundidos

nodulares e, conseqüentemente, em sua microestrutura e propriedades mecânicas. Outro fator que desempenha papel importante nas propriedades mecânicas finais é o tratamento térmico da matriz do ferro nodular.

De acordo com as características a serem alcançadas, a realização de tratamento térmico posteriormente em ferros fundidos é muito usual.

Segundo Santos (1989), o objetivo tecnológico da maior parte dos tratamentos térmicos realizados nos ferros fundidos é o atendimento às especificações de microestrutura e propriedades mecânicas.

2.4 Nióbio

O nióbio é um elemento metálico de número atômico 41 na Tabela Periódica dos Elementos Químicos. Sua massa específica é de 8,57 g/cm³, pouco superior à do ferro, e seu ponto de fusão é de 2.468°C. Possui baixa resistência à oxidação e tem propriedade da supercondutividade em temperaturas inferiores a -264°C (SILVA, 2001).

A descoberta desse metal deu-se, no início do século passado, por Charles Hatchett, na Inglaterra. A origem do seu nome foi uma homenagem à América, de onde proveio o mineral, do qual o metal foi separado e denominado por ele como columbium. A ocorrência de nióbio, na natureza, está associada aos pegmatitos, sob a forma de colombita-tantalita, ou associada a carbonatitos de maciços alcalinos, que constituem o mineral denominado pirocloro. Desde 1932, o ferrocolômbio vem sendo utilizado para melhorar a qualidade dos aços e, como carboneto, é utilizado para a fabricação de ferramentas de corte rápido.

Segundo Silva (2001), o perfil do consumo de nióbio distribui-se em: 75% na fabricação de aços microligados (sob a forma de ferronióbio); 12% são utilizados na fabricação de aços inoxidáveis resistentes ao calor, também sob a forma de ferronióbio; 10% na produção de superligas na forma de óxido de nióbio; e 3% para outros usos (também na forma de óxido de nióbio).

A análise das reservas nacionais de nióbio, considerando os valores medidos, indicados e inferidos, indica que o estado do Amazonas possui 87,36% do total do País, que estão localizadas no município de São Gabriel da Cachoeira. Em Minas Gerais essas reservas de nióbio representam 12,47%, distribuídas entre os municípios de Araxá (391.993.876 t) e Tapira (21.590.000 t). O restante das

reservas nacionais de nióbio coluvionar (0,18%) encontra-se em Goiás, situadas no município de Ouidor, com 3.870.047 t, e em Catalão, com 1.997.476 t.

Do total da produção nacional de ferronióbio e óxido de nióbio, 90% são exportados, sendo os principais consumidores: a Europa (34%), o Japão (32%) e a América do Norte (30%). Os restantes 10% da produção nacional são suficientes para abastecer 100% do mercado interno, distribuído entre: Aços Especiais Itabira (Acesita), Usinas Siderúrgicas de Minas Gerais S.A. (Usiminas), Companhia Siderúrgica Paulista (Cosipa), Companhia Siderúrgica Nacional, Mannesmann, Companhia Siderúrgica Belgo Mineira, Siderúrgica Barra Mansa e Gerdau. O nióbio sofre a concorrência do vanádio, titânio, molibdênio, tungstênio e tântalo, que, isoladamente ou combinados em certas proporções, podem conferir ao produto que os contém, características próximas das obtidas com o nióbio.

Em 1992, foi desenvolvido pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM) um ferroliga – ferronióbio, especialmente para adição em aços e ferros fundidos e outras ligas metálicas. A faixa de nióbio dessa liga é de 65 a 95%, que também pode ter em sua composição outros elementos, como tântalo (1,0%), silício (3,0%), alumínio (1,5%), fósforo (0,2%), enxofre (0,10%), titânio (1,0%) e estanho (0,15%). A microestrutura dessa ferroliga facilita a dissolução do nióbio.

2.5 Ferros fundidos nodulares com adição de elementos de liga

Segundo Guessser (2009), a introdução de elementos de liga no ferro nodular é prática que tende a generalizar-se, em virtude de sua influência ser aproximadamente idêntica à que ocorre nos aços. O objetivo da adição de elementos de liga nos ferros fundidos nodulares é a procura por um material com características diferentes do ferro fundido nodular base, e que permita melhor desempenho da peça fundida durante a aplicação, e com custos menores, ou com melhor relação custo x benefício.

A tecnologia de ferros fundidos tem recebido, continuamente, importantes desenvolvimentos, tanto em processos de fabricação como em materiais. Esses desenvolvimentos são resultantes de necessidades nas áreas de aplicação ou ainda de redução de custos.

Nos ferros fundidos nodulares a concentração de manganês geralmente se situa entre 0,15 a cerca de 1%, dependendo principalmente da especificação e da

espessura da seção. O manganês é um forte perlitizante porque estabiliza a austenita (SANTOS, 1989).

Segundo Guesser (2009), o uso de ferros fundidos nodulares ferríticos, contendo Si e Mo como elementos de liga, tem se firmado em aplicações para altas temperaturas, tais como coletores de exaustão e carcaças de turbocompressores. Este material é projetado para trabalho no campo ferrítico, pois as transformações de fase no aquecimento (austenitização) e no resfriamento (transformações eutetoides ou martensítica) se dão com variação de volume, que podem resultar em tensões e, portanto, em trincas. O alto teor de Si deste material tem, então, o objetivo de expandir o campo ferrítico, permitindo o uso do componente até temperaturas mais elevadas.

Adições de Mo objetivam aumentar a resistência mecânica a altas temperaturas, diminuem, porém, a ductilidade e a usinabilidade, de modo que o teor deste elemento é geralmente ajustado para cada aplicação específica.

O níquel e o molibdênio, por exemplo, são adicionados até 1% a 2%, para aumentar a dureza e resistência mecânica. O cromo também pode ser utilizado, mas, em teores menores, em virtude da sua tendência de formar um rendilhado frágil de carboneto.

Ferros fundidos nodulares com maiores teores de Ni e Mo apresentam, após tratamento térmico adequado, excelente combinação de resistência, tenacidade e ductilidade, por causa da estrutura bainítica que se desenvolve após revenimento, a partir do estado fundido.

Vários tipos de ferros fundidos nodulares austeníticos estão sendo utilizados, caracterizados por apresentar carbono entre 2,4% e 3,0%, silício entre 1,5 e 6,0%, manganês entre 0,5 e 1,5%, níquel entre 18 e 36% e cromo entre 0 e 5,5%.

O cobre é outro elemento de liga utilizado como grafitizante de ação similar ao do níquel na solidificação e um promovedor da formação de perlita nas transformações no estado sólido (SANTOS, 1989).

O vanádio e o cromo são formadores de carbonetos na solidificação. Por isto são mais utilizados quando se necessita de elevação de resistência à abrasão, ficando em segundo plano a ductibilidade e a resistência ao impacto.

De acordo com Santos (1989), de modo geral, o limite de resistência à tração e da dureza dos ferros fundidos de mesmo carbono equivalente são aumentados à medida que se eleva o teor dos elementos de liga.

2.5.1 A adição de nióbio em ferros fundidos nodulares

Silva (2000) descreve que a adição de nióbio em ligas ferrosas, como em ferros fundidos, normalmente é feita pela utilização de ferronióbio comercial fragmentado. O ferronióbio comercial é um ferroliga com aproximadamente 65% de nióbio, tendo alumínio, titânio e silício como principais impurezas. As alternativas são a utilização de ferronióbio carburado em pó, nióbio metálico e briquetes exotérmicos com ferronióbio em pó, para os quais existem técnicas especiais de adição.

Segundo Fonseca Souza (2012), a adição de nióbio em ferros fundidos foi estudada por Sweden (2007). Sweden (2001) também apresenta trabalhos referentes a pequenas adições de nióbio (menores que 0,5%). Seus estudos mostraram pequenas alterações na estabilidade da austenita, na microdureza, no refino da estrutura gráfitica e precipitações de carbonetos de nióbio (NbC). No entanto, o autor considera que conclusões obtidas nesses trabalhos, pela dificuldade de análise dos microconstituintes, ficam incompletas, principalmente nas questões termodinâmicas associadas aos estudos. Este autor refere-se à adição de nióbio como uma nova tecnologia em comparação com o uso desse elemento em aços. O autor reforça que os estudos mais importantes de adição de nióbio em ferro fundido, até a data do artigo, se referiam à utilização da liga na indústria automotiva (para peças como cabeçotes de cilindro, anéis para pistão para caminhões), e ainda com poucos estudos realizados. Essa aplicação refere-se à necessidade de resistência ao desgaste exigida. Segundo o autor, a melhoria da resistência ao desgaste deve-se ao fato de que o nióbio (da mesma forma como a maioria dos elementos presentes nos grupos 4 e 6 da Tabela Periódica) apresenta tendência à formação de carbonetos.

Nos estudos de Silva (2000) foram observados aspectos da dissolução de ferronióbio em ferros fundidos. Segundo os autores, a assimilação de ferronióbio em ferros fundidos é muito lenta quando comparada à assimilação do mesmo em aço. Isto ocorre em decorrência da menor temperatura de elaboração e a solubilidade reduzida do carboneto de nióbio neste tipo de liga.

De acordo com Fonseca Souza (2012), a microestrutura obtida nos ferros fundidos com adição de nióbio apresenta forte formação de carbonetos de nióbio (esses são formados tanto nos aços quanto nos ferros fundidos). Esses carbonetos

são formados em temperaturas elevadas e suas propriedades são apresentadas na Tabela 5.

Tabela 5 – Propriedades físicas do carboneto de nióbio

Propriedade física	Valores
Densidade – g/cc	7,82
Dureza Rockwell	90
Microdureza Vickers	2400
Estrutura cristalina	Cúbica
Temperatura liquidus –°C	3575

Fonte: Adaptada de FONSECA SOUZA (2012).

Segundo Fonseca Souza (2012), quando se adiciona nióbio ao ferro fundido na forma de ferronióbio, ocorre a precipitação de partículas de NbC em temperaturas muito mais altas do que a temperatura *liquidus* nominal da liga-base. A questão é que a dissolução precisa ser controlada para não causar aglomeração e perda de NbC para a escória do forno e panela, reduzindo, assim, o rendimento do nióbio adicionado.

De acordo com trabalhos realizados por Fonseca Sousa (2012), pode-se dizer que a adição entre 0,2 a 0,8% de nióbio nos ferros fundidos nodulares aumenta o teor de perlita na estrutura do material, e o nióbio afeta as propriedades mecânicas do ferro fundido nodular.

Nos trabalhos realizados pela Fonseca Souza (2012), foi observado que as adições de nióbio indicaram uma melhoria nas propriedades de resistência à tração, limite de escoamento, alongamento, dureza, resistência ao impacto e fadiga.

2.6 Tratamentos térmicos dos ferros fundidos

Os tratamentos térmicos são aplicados nos ferros fundidos com vários objetivos diferentes. Estes objetivos podem ser eliminação de tensões residuais do processo de solidificação das peças fundidas, homogeneização da microestrutura das peças fundidas, melhora da usinabilidade do fundido, aumento da tenacidade, resistência mecânica, e resistência ao desgaste, entre outros.

Os ferros fundidos brancos normalmente podem ser tratados termicamente por têmpera e revenimento, com objetivo de controlar a dureza e tenacidade do material.

Os ferros fundidos cinzentos normalmente são submetidos a tratamento térmico de alívio de tensões e normalização.

Já os ferros fundidos nodulares são amplamente tratados termicamente pela sua ampla capacidade de variação de propriedades a partir das transformações térmicas.

Contudo, um fator que deverá ser levado em conta e considerado uma restrição no processo é o custo desses tratamentos térmicos, pois na maioria dos casos contribui significativamente para a elevação dos custos de fabricação.

2.6.1 Cinética da transformação de fase

Segundo Christian (1978), fases são regiões homogêneas e fisicamente distintas em que um conjunto de moléculas atinge o equilíbrio sob dadas condições externas. Mas a definição mais comumente usada pelos metalurgistas é dada por Guggenheim (*apud* Christian, 1978): “Um sistema heterogêneo é composto de certo número de partes homogêneas denominadas fases, sendo que cada uma delas pode ser descrita especificando-se certo número de propriedades”.

Um conceito importante para o entendimento da cinética de transformação de fases é o de reações homogêneas e heterogêneas.

Reações homogêneas acontecem numa única fase, isto é, ocorre num mesmo meio, por exemplo, em meio gasoso ou em soluções líquidas. A difusão é considerada uma reação homogênea.

Reações heterogêneas são aquelas em que, durante a transformação, pode-se distinguir mais de uma fase e estas fases apresentam características distintas umas das outras, podendo ser facilmente diferenciadas. Essa transformação ocorre em determinados locais da fase original, por meio da nucleação e do crescimento.

A nucleação consiste na formação de pequenos núcleos da nova fase nas regiões em que apresentam imperfeições, geralmente nos contornos de grão. Logo após, esses núcleos começam a crescer, diminuindo o volume da fase inicial, até que seja estabilizada a proporção de equilíbrio entre as fases.

Para se determinar a cinética global de uma reação ou transformação, mede-se a concentração ou a fração volumétrica de certa fase decorrente do tempo, obtendo-se a partir daí a velocidade da transformação (RANGEL; PADILHA, 2007).

O ponto fundamental para o estudo da cinética das transformações é a determinação e a predição da fração transformada, y , em virtude do tempo de reação, t .

Para o levantamento da curva y versus t é obtida experimentalmente por meio de dois métodos: direto e indireto.

O método direto consiste em determinar a fração transformada por meio da metalografia quantitativa. Este método é trabalhoso e necessita de muitas amostras para alcançar o resultado final.

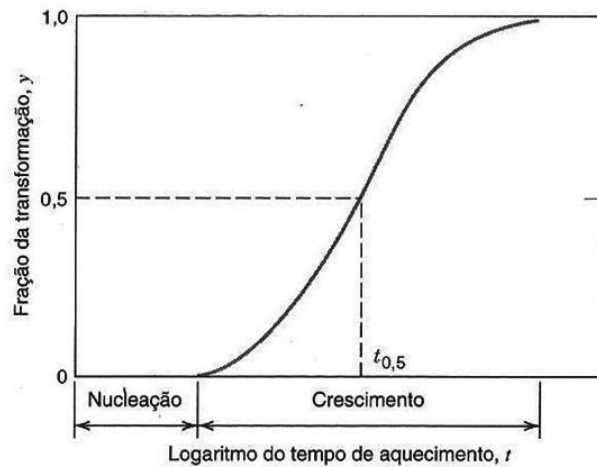
O método indireto consiste no levantamento de uma propriedade que seja influenciada pela microestrutura, por exemplo, dureza. Tem-se preferência pela determinação por meio da dureza decorrente de dois fatores (RANGEL; PADILHA, 2007):

- a) As medidas de microdureza Vickers cobrem toda a faixa de dureza dos materiais.
- b) Permitem a medida em fases individuais nos materiais polifásicos, desde que essa fase seja grande o suficiente para acomodar as impressões de dureza.

A maioria das transformações de fase provoca modificações nas propriedades mecânicas, principalmente na dureza, sendo, portanto, em muitos casos, possível a utilização de macrodureza.

Uma vez obtida experimentalmente a curva y versus t , os estágios de nucleação e crescimento podem ser representados conforme a Figura 8.

Figura 8 – Gráfico da fração de transformação decorrente do logaritmo do tempo



Fonte: CALLISTER, 2000.

Para transformações isotérmicas nos sólidos a fração transformada, a equação utilizada para representar o comportamento cinético, é de acordo com a Equação (1) de forma sigmoide, denominada Johnson-Mehl – Avrami – Kolmogorov, ou simplesmente JMAK:

$$y = 1 - \exp(-k \times t^n) \quad (1)$$

k é a constante cinética da velocidade de transformação;
 n está relacionado com a geometria de crescimento.

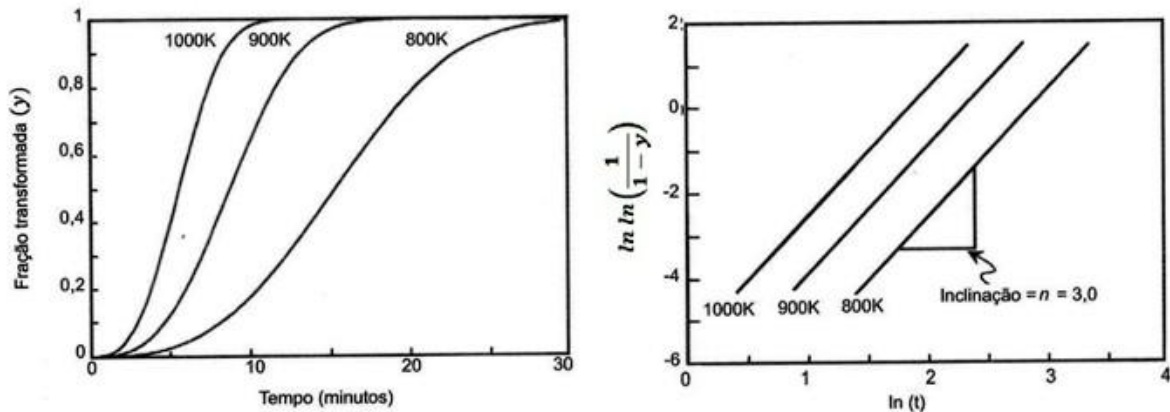
Estes coeficientes são determinados pelo ajuste da Equação 1 aos dados obtidos experimentalmente. Este ajuste permite uma análise da influência de cada fator na cinética de transformação, como temperatura e a composição por meio da comparação entre valores de k e n .

Para a obtenção dos coeficientes k e n , a Equação 1 é linearizada e é escrita conforme Equação (2).

$$\ln(-\ln(1 - y)) = \ln(k) + n \ln(t) \quad (2)$$

Na Figura 9 são apresentadas curvas sigmoideais e linearizadas para três temperaturas diferentes.

Figura 9 – Curvas esquemáticas típicas para uma transformação heterogênea que segue a equação JMAK



Fonte: RIOS; PADILHA, 2007.

2.6.2 Tipos de tratamentos térmicos aplicados aos ferros fundidos

Os principais tipos de tratamento térmico aplicados aos ferros fundidos são:

- a) alívio de tensões;
- b) recozimento;
- c) normalização;
- d) têmpera e revenido; e
- e) austêmpera

2.6.2.1 Alívio de tensões

Segundo Guessser (2009), o tratamento térmico de alívio de tensões tem como objetivo remover as tensões residuais que foram introduzidas nas peças em etapas anteriores. A principal causa da geração de tensão residual é a diferença de temperatura entre diferentes regiões das peças, conduzindo a diferentes contrações.

A presença de tensões residuais tende a diminuir a resistência efetiva da peça a solicitações externa, ou ainda conduzir a deformações na usinagem, modificando as dimensões das peças (GUESSER, 2009).

O tratamento térmico de alívio de tensões tem como princípio na elevação da temperatura em que a peça esteja exposta, até a temperatura suficiente para que as tensões superficiais sejam maiores que as tensões de escoamento do material, promovendo desta forma o alívio dessas tensões por deformação plástica.

A elevação da temperatura no interior do forno deverá ser de forma lenta e controlada, a fim de evitar grandes variações de temperatura e promover uma trinca no fundido.

O resfriamento das peças ao final do processo desse processo de tratamento térmico deverá ser realizado em velocidade lenta, até uma temperatura baixa o suficiente para que não possibilite a geração de novas tensões residuais decorrentes do próprio tratamento térmico.

2.6.2.2 Recozimento

Em estruturas brutas de fundição podem formar-se carbonetos, principalmente em seções finas, solidificadas rapidamente. Isto pode ocorrer tanto em ferro fundido cinzento quanto em nodular (GUESSER, 2009).

Neste processo de tratamento térmico será vista a ocorrência da transformação de fase da cementita em austenita e grafita.

O tratamento térmico de recozimento também poderá ter como objetivo a obtenção de uma matriz totalmente ferrítica, muitas vezes quando isto não é possível de ser obtido diretamente por meio do processo de fundição.

Segundo Guesser, existem diferentes opções de ciclo térmico para recozimento de ferritização, sendo recozimento pleno, recozimento subcrítico e recozimento dentro da zona crítica. No recozimento pleno efetua-se a austenitização, seguida de resfriamento lento por meio da zona crítica, de modo que ocorra a transformação eutetoide estável, resultando em matriz ferrítica. No recozimento subcrítico decompõe-se a cementita da perlita. O tempo de recozimento depende da composição química e espessura da peça. No recozimento dentro da zona crítica, será efetuada austenitização parcial, seguida de resfriamento lento.

2.6.2.3 Normalização

O tratamento térmico de normalização aplicado aos ferros fundidos tem como objetivo o aumento das propriedades mecânicas da peça ou homogeneização das propriedades mecânicas na peça.

A normalização, via de regra, produz uma estrutura homogênea de perlita fina, podendo-se, todavia, obter estruturas martensíticas em peças de pequena secção transversal (SANTOS, 1989).

De acordo com Santos (1989), o tratamento térmico por normalização aplicado em ferro fundido consiste na aquecimento da peça fundida até a temperatura de austenitização, e resfriamento ao ar, até a temperatura ambiente.

Este tratamento térmico é aplicado tanto no ferro fundido cinzento, quanto no ferro fundido nodular.

A adição de elementos promovedores de perlita na composição do ferro fundido facilitará o aumento da resistência mecânica dos ferros fundidos cinzentos, quando normalizados. Fato semelhante será observado nos ferros fundidos nodulares.

Segundo Guessser (2009), o tratamento térmico de normalização poderá ser realizado segundo três diferentes ciclos térmicos: normalização, normalização seguido de recozimento e normalização dentro da zona crítica.

2.6.2.4 Têmpera e revenimento

Este tratamento térmico tem como objetivo promover um aumento da resistência mecânica e alguma resistência ao impacto. Este tratamento térmico envolve a austenitização e resfriamento rápido, geralmente em óleo.

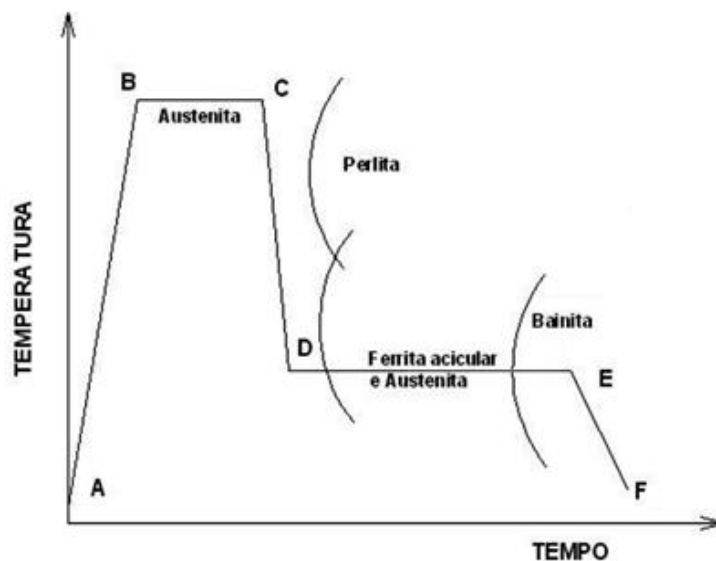
Como citado por Guessser (2009), a temperabilidade do ferro fundido necessária para obtenção de têmpera plena em toda seção pode ser aumentada com uso de elementos de liga, destacando para ferro fundido nodular o manganês, níquel e molibdênio.

Obtém-se, como a têmpera, uma sensível elevação da dureza, sendo necessário um revenimento posterior para aliviar as tensões provenientes desse tratamento (SANTOS, 1989).

2.6.2.5 Austêmpera

O processo de austêmpera envolve a austenitização do material (FIGURA 7: A–B–C), resfriamento rápido (FIGURA 7: C–D) e transformação isotérmica na temperatura da região bainítica por um tempo suficiente para a transformação completa e, em seguida, resfriamento em qualquer meio até a temperatura ambiente (FIGURA 7: D–E–F). Os processos de austenitização e austêmpera são conduzidos em banhos de sais fundidos para precaver a oxidação das peças. A Figura 10 mostra a representação esquemática do processo de austêmpera.

Figura 10 – Representação esquemática do processo de austêmpera



Fonte: Adaptada de KOVACS, 1990.

A austenita é obtida durante a austenitização do material em tratamento. Em virtude da temperatura de austenitização, ocorre a variação do teor de carbono contido na austenita. Quando ocorre a transformação da ferrita bainítica, a austenita remanescente enriquece de carbono, reduzindo a força motriz, o que irá provocar uma estrutura mais grosseira. Quando há o equilíbrio da transformação bainítica e esta cessa, a austenita, que está rica em carbono, conseqüentemente fica retida na estrutura em temperatura ambiente. É possível se ter uma fração de austenita retida na estrutura. A austenita residual, porém, pode transformar-se em martensita durante o resfriamento ou mesmo em temperatura ambiente, por meio de trabalhos mecânicos, como a usinagem. A austenita cresce com uma forma equiaxial quando a microestrutura inicial é perlita e na forma de camadas entre planos quando a microestrutura inicial for bainita ou martensita (BHADESHIA, 2001; PUTATUNDA, 2006).

Aumentando-se a temperatura de austenitização, produz-se um aumento da quantidade de carbono na austenita e, assim, aumenta-se o volume de fração de austenita retida, sendo desejável que esta quantidade esteja maximizada na microestrutura. A austenitização a altas temperaturas propicia a formação de uma considerável quantidade de martensita nos interiores dos grãos austeníticos, reduzindo a ductilidade e tenacidade, e isto não é desejável. Por esta razão, prefere-

se realizar a austenitização em temperaturas menores, obtendo-se uma estrutura mais refinada (PRASAD; PUTATUNDA, 2003).

No intervalo de resfriamento contínuo até alcançar a temperatura ambiente, se a austenita estiver pouco enriquecida de carbono, a austenita pode transformar-se em martensita, sendo que essas transformações podem ocorrer preferencialmente nas deformações do reticulado cristalino como: discordâncias, lacunas, defeitos de empilhamento e maclas. Isso ocorre por existirem nesses sítios arranjos atômicos metaestáveis, os quais são favoráveis para a formação da martensita estável, por meio de vibrações térmicas dos átomos ou tensões aplicadas. A martensita dá-se na forma de placas ou na forma de partículas grossas entre os agrupamentos bainíticos (FERRER, 2003).

De acordo com Guessser (2009), no caso da austêmpera aplicada aos ferros fundidos, normalmente os nodulares, a microestrutura resultante é uma mistura muito fina de ferrita e de austenita estabilizada, denominada de *ausferrita*. Ela difere da bainita, estrutura obtida nos aços austemperados, por não apresentar carbonetos, o que confere propriedades mecânicas muito especiais a esta família de ferros fundidos nodulares.

A microestrutura do ADI consiste basicamente de ferrita acicular e austenita com alto teor de carbono. Outros microconstituintes e fases, tais como perlita, martensita e carbonetos podem ser encontrados na microestrutura, dependendo das condições de tratamento térmico, da composição química e da segregação de elementos de liga. Nos processos normais de obtenção do ADI, uma ou mais destas fases indesejáveis são geralmente encontradas (KOVACS, 1990; PUTATUNDA; JIANGHUAI, 2005).

No tratamento térmico de austêmpera, existe diferença para a realização desse tratamento do ferro fundido para o aço, pois a reação bainítica ocorre de forma diferente. Enquanto nos aços a reação procede num único estágio, isto é, a austenita é transformada em ferrita e carbonetos, nos ferros fundidos ela ocorre em dois estágios. Num primeiro estágio a austenita transforma-se em ferrita acicular e austenita estável com um alto teor de carbono. Após um período de estabilidade, inicia-se o segundo estágio, no qual a austenita de alto carbono se transforma em ferrita e carbonetos, ou seja, em bainita como nos aços. As melhores combinações de resistência mecânica, ductilidade e tenacidade são obtidas entre o final do

primeiro estágio e o início do segundo. Este período de tempo é conhecido como janela do processo (CARMO & DIAS, 2001).

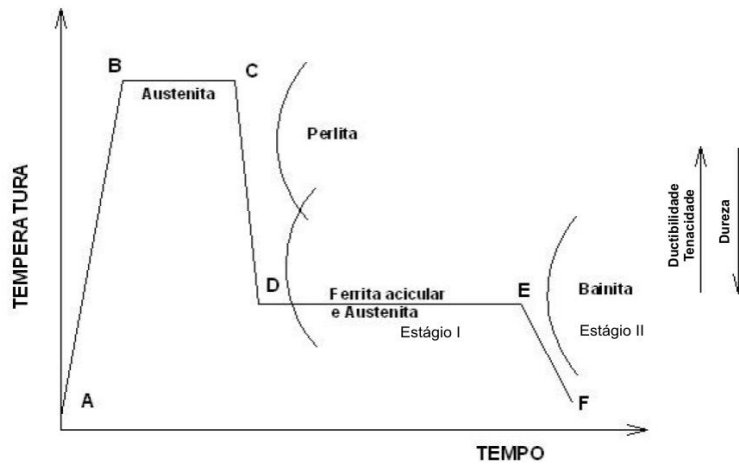
2.7 Ferro fundido nodular austemperado (*austempered ductile iron* – ADI)

O tratamento térmico de austêmpera produz em aços uma microestrutura formada de ferrita acicular e carbonetos de ferro, que é denominada de bainita. Enquanto para ferro fundido, o resultado microestrutural do tratamento térmico de austêmpera é a ausferrita, e esta matriz consiste de ferrita acicular em conjunto com austenita de alto carbono. A austenita de alto carbono é metaestável, mas a austenita não se transforma em martensita durante o resfriamento até a temperatura ambiente. Para tempos de austêmpera prolongados, a austenita de alto carbono decompõe-se em ferrita acicular e carbonetos de ferro, e a presença destes carbonetos fragiliza o material.

O ferro fundido nodular austemperado (*austempered ductile iron* – ADI, sigla em inglês) é o tipo mais recente a integrar a família dos ferros fundidos nodulares. Produzido por meio do processo de tratamento térmico de austêmpera, realizada na faixa de 230 a 400°C, geralmente em ferros fundidos nodulares de matriz perlítica. Entre todas as classes de nodulares, os austemperados são os que apresentam a melhor combinação de resistência mecânica, tenacidade, resistência à fadiga e resistência ao desgaste.

Embora a austêmpera se processe na região bainítica, a microestrutura metaestável de alto carbono consiste em austenita retida e ferrita acicular chamada de ausferrita. Ela é formada antes da bainita (Figura 11: D–E–F).

Figura 11 – Representação esquemática do ciclo de tratamento térmico para obtenção do ADI



Fonte: Adaptada de KOVACS, 1990.

Placas individuais de ferrita separadas por uma fina camada de austenita saturada de carbono nucleiam e crescem a partir do contorno de grão austenítico. Como a quantidade de carbono na austenita é relativamente elevada, maior que 1,5%, a austenita, torna-se estável a temperatura ambiente e consequentemente a microestrutura resultante consiste de ferrita acicular e austenita estável, com alto teor de carbono. Esta é a microestrutura desejada no estágio I para o ADI, devendo ser livre de perlita, carbonetos bainíticos e martensíticos. Essa estrutura é diferente da bainita obtida em aços, que é composta de ferrita e cementita. Se o tempo de austêmpera é prolongado, a ausferrita desintegra-se numa estrutura bainítica típica, ocorrendo redução da tenacidade e ductilidade (ZIMBA; SIMBI; NAVARA, 2003).

As melhores propriedades mecânicas do ADI surgem ao final do estágio I da reação, mas, antes de se iniciar o estágio II. Este intervalo entre a conclusão do estágio I e o início do estágio II denomina-se *janela de processo* (HAMID; ELLIOTT, 1996; PRASAD; PUTATUNDA, 1997).

Portanto, nos ferros fundidos nodulares a reação de austêmpera não ocorre como nos aços. Enquanto nos aços a reação ocorre num único estágio, isto é, a austenita (γ) é transformada em ferrita (α) e cementita, nos ferros fundidos ela ocorre em dois estágios (BAHMANI; ELLIOTT, 1997; MALLIA; GRECH; SMALLMAN, 1998).

- Estágio I: $\gamma_0 \rightarrow \alpha + \gamma_{\text{est}}$ (ausferrita)
- Estágio II: $\gamma_{\text{est}} \rightarrow \alpha + \text{cementita}$ (bainita)

Em que:

γ_0 é a austenita primária;

γ_{est} é a austenita estável enriquecida de carbono.

O silício é responsável por dividir em dois estágios a transformação microestrutural da austenita durante o tratamento térmico de austêmpera em ferro fundido. Este elemento atrasa a formação de carbonetos de ferro, permitindo a obtenção da estrutura ausferrítica

É importante salientar que quanto maior for a temperatura de austêmpera, maior será a ductilidade e tenacidade do material, entretanto, penaliza-se o material quanto a dureza (LIN; LAI; SHIH, 1996; GRENO; OTEGUI; BOERI, 1999). Portanto, simplesmente com a variação da a temperatura ou do tempo de austêmpera para o mesmo material, obtêm-se materiais com propriedades mecânicas diferentes (ZIMBA; SIMBI; NAVARA, 2003).

Peças com maiores espessuras são fabricadas com a introdução de elementos como Mn, Cu, Ni e Mo individualmente ou combinados. Esses elementos são adicionados para aumentar a temperabilidade da liga, ou seja, evitar a formação de perlita durante o resfriamento da temperatura de austenitização até a temperatura de austêmpera (HAMID; ELLIOTT, 1997; PUTATUNDA, 2001; KIM *et al.*, 2008).

As propriedades mecânicas especificadas para o ferro fundido nodular austemperado (ADI) são as obtidas por ensaio de tração (limites de resistência, escoamento e alongamento), ensaio de dureza e impacto.

A Tabela 6 mostra as propriedades mecânicas do ferro fundido nodular austemperado (ADI) segundo a norma ASTM A-897M.

Tabela 6 – Especificação para o ferro fundido nodular austemperado segundo norma ASTM A 987/1990

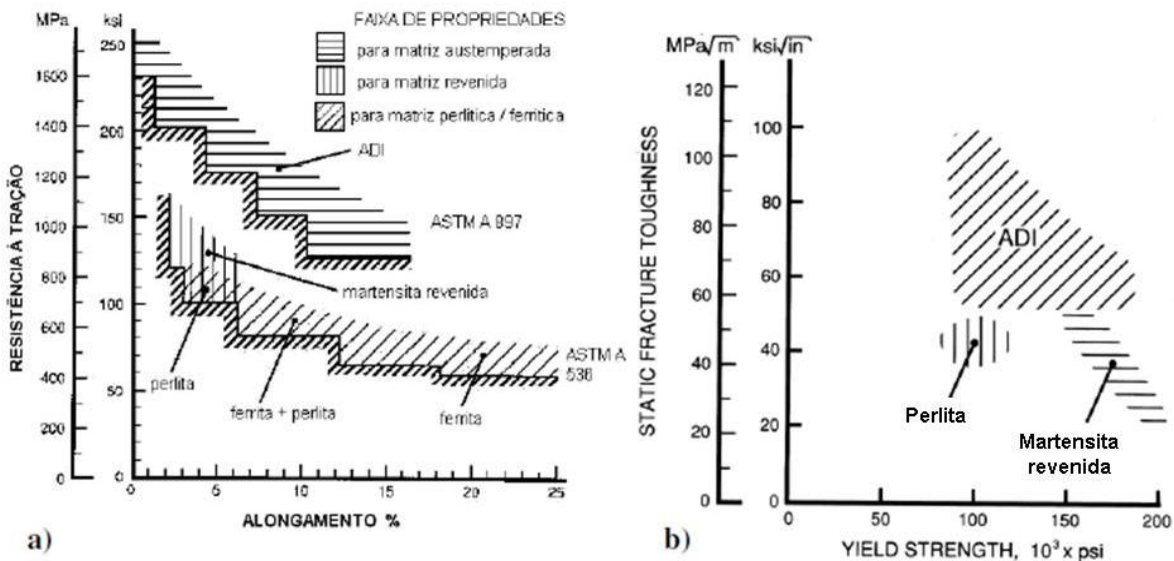
Classe	Propriedades mínimas específicas				Dureza (HB)
	Limite de Resistência (MPa)	Limite de Escoamento (MPa)	Alongamento (%)	Resistência ao Impacto (J) (*)	
1	850	550	10	100	269–321
2	1050	700	7	80	302–363
3	1200	850	4	60	341–444
4	1400	1100	1	35	388–477
5	1600	1300	–	–	444–555

(*) não entalhado, temperatura ambiente

Fonte: ASTM A-897M.

A Figura 12 (a) e Figura 12 (b) compara a resistência à tração à tenacidade ao impacto do ADI com outros tipos de matrizes de ferros fundidos nodulares, mostrando a superioridade da matriz ausferrítica em relação às demais.

Figura 12 – a) Resistência à tração decorrente do alongamento para diferentes estruturas de matriz de ferro fundido nodular; b) Tenacidade à fratura decorrente do limite de escoamento para diferentes estruturas de matriz de ferro fundido nodular

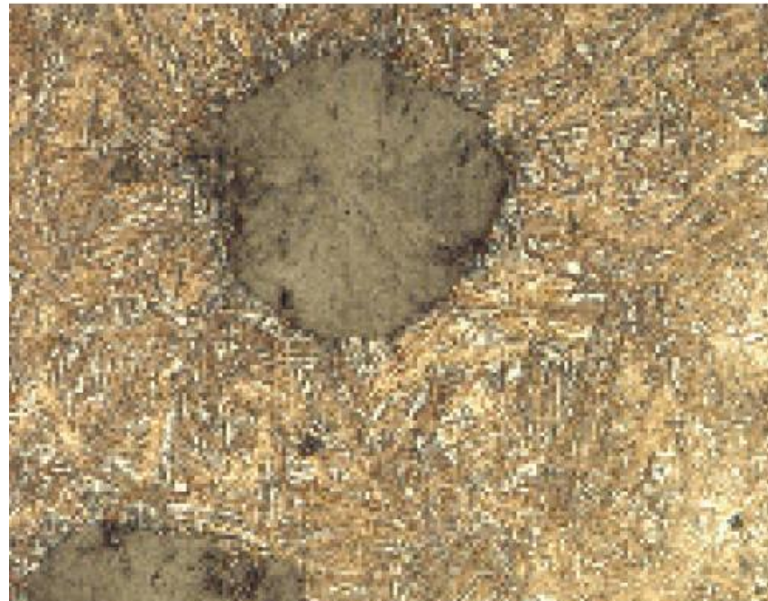


Fonte: SORELMETAL, 1990.

A peça fundida, no estado bruto de fusão, deve apresentar as menores quantidades possíveis de inclusões não metálicas, de carbonetos e de porosidades. A porcentagem de carbonetos e inclusões não metálicas não deve ser superior a 0,5% e o volume de porosidades não deve ultrapassar 1% (HAYRYNEN; BRANDENBERG, 2002). As propriedades de resistência e ductilidade do ADI são afetadas pelo tamanho da seção e o número de nódulos de grafita na matriz metálica. O alongamento destas ligas é afetado por uma série de variáveis, as mais comuns são: contração (rechupes), *drosses* (escória ou borra), presença de martensita formada durante o resfriamento e tensões superficiais (KOVACS, 1990).

Um exemplo de microestrutura típica do ADI pode ser observado na Figura 13, em que se observa a presença de nódulos de grafita, ripas de ferrita acicular (regiões marrons) e um fundo de austenita retida (regiões brancas).

Figura 13 – Microestrutura de um ferro fundido nodular austemperado (ADI) obtido após austenitização a 900°C durante 90 min, seguida de austêmpera a 370°C



Fonte: SILVA, 2006.

2.7.1 Propriedades mecânicas do ADI

O ADI combina uma série de propriedades mecânicas como: alta ductilidade, tenacidade, resistência à tração, resistência à abrasão e à fadiga, que são determinadas de acordo com a quantidade de cada microconstituente, formado após o tratamento térmico. Quando comparado com o ferro fundido nodular convencional apresenta duas vezes mais resistência à tração; comparando-se com aços, possui resistência à fadiga igual ou superior, maior capacidade de amortecimento de vibrações, maior alongamento, sendo 10% mais leve e mais fácil de usinar que os aços com durezas equivalentes, sendo a grafita a responsável pelas propriedades físicas do material (MULLINS, 1990; PUTATUNDA, 2001; GHADERI, 2003; KLOCKE & KLÖPPER, 2002).

2.8 Ferro fundido austemperado com adição de nióbio

Nos ferros fundidos austemperados a microestrutura típica vista é a grafita esferoidal numa matriz ausferrítica (GUESSER, 2009), o que é proveniente da transformação ocorrida no tratamento térmico de austêmpera.

Não existem muitos trabalhos realizados com amostras de ferro fundido nodular austemperado com adição de nióbio.

Fonseca Souza (2012) conclui, pela análise termodinâmica do sistema e de ensaios realizados, que a dissolução de ferronióbio em ferros fundidos, ocorre por meio de uma carburação superficial do ferronióbio, que provoca a liberação de aglomerados de carbonetos de nióbio no banho.

Segundo Fonseca Souza (2012), observa-se em ensaios da microestrutura realizados em amostras de ferro fundido nodular com adição de nióbio austemperado, a permanência da matriz ausferrítica na microestrutura da amostra com esferoides de grafita. Observou-se ainda que o nióbio não alterou a obtenção da matriz ausferrítica pelo tratamento térmico de austêmpera, pois foi observada a sua presença em todas as microestruturas analisadas dos ferros fundidos nodulares austemperados com os teores de nióbio: 0,23%Nb; 0,47%Nb; 0,67%Nb; e 0,85%, adicionados nas ligas de ferro fundido.

Quanto ao desempenho das características mecânicas do ferro fundido nodular austemperado com adição de nióbio, os trabalhos já realizados apresentam uma modificação nestas propriedades decorrentes da adição deste elemento.

Em Fonseca Souza (2012) é citado que Abdullah *et al.* (2012) austemperaram um ferro fundido com 0,25% de nióbio, 0,68% de cobre e 0,51% de níquel. As temperaturas utilizadas no ciclo térmico de austêmpera foram similares às utilizadas no presente estudo. O autor utilizou tempos variados de manutenção no banho de sal, sendo de 1 h, 2 h e 3 h. A resistência à tração aumentou para todos os tempos utilizados. O maior valor obtido foi 1066,93 MPa com 1 h de manutenção. O valor obtido com adição somente de nióbio, para esta pesquisa, foi superior ao valor obtido pela utilização desse elemento com associação de outros elementos. Abdullah *et al.* (2010) associaram o aumento da resistência à introdução do nióbio, que, solubilizado na matriz, aumentou sua resistência. Abdullah *et al.* (2012) também encontraram valores de alongamento maiores para o teor de nióbio estudado, confirmando os dados da atual pesquisa. Ele associou o aumento do alongamento à microestrutura obtida nas amostras.

Pode-se notar que a resistência à tração apresentou um ligeiro incremento com a adição progressiva de nióbio para teores de aproximadamente 0,45%. O limite de escoamento praticamente se manteve constante, mostrando uma ligeira queda para teores de nióbio próximos a 0,45%. O alongamento apresentou valores maiores para as adições de 0,23% e 0,45% de nióbio. A partir desse valor de adição de nióbio no ferro fundido, houve um decréscimo dessa propriedade, chegando a

reduzir o valor obtido para o ferro fundido sem adição de nióbio (FONSECA SOUZA, 2012).

Observa-se que o teor de nióbio praticamente não afeta os resultados obtidos de dureza, notando-se um ligeiro acréscimo de valor dessa propriedade para teores de 0,67%. Esse comportamento assemelha-se ao obtido por Abdullah *et al.* (2012), que obtiveram um aumento de dureza de 36 para 38 HRC (que corresponde a 353 HB para 376 HB) para um ferro fundido nodular com adições de nióbio (FONSECA SOUZA, 2012).

Pode-se observar, como citado pelos autores, que o nióbio promove alterações nas propriedades mecânicas dos ferros fundidos nodulares tratados termicamente por austêmpera.

Segundo Fonseca Souza (2012), a adição crescente de nióbio no estudo realizado não afetou o grau de nodularidade, cujo resultado foi de aproximadamente 90%, e nem o número de esferoides, que ficou entre 130 a 160 esferoides por milímetro quadrado. Em relação às propriedades mecânicas, os pesquisadores observaram um ligeiro incremento de resistência. Foi colocada a dificuldade de estabelecer a participação de cada fator (como presença de carbonetos de nióbio, evolução na quantidade de perlita e refino da estrutura), com a melhoria da resistência à tração e escoamento. Já a perda de ductilidade foi atribuída à presença de carboneto na estrutura, atribuída, pelos autores, aos carbonetos de nióbio contidos na microestrutura (1% para 0,8% de nióbio).

3 MATERIAIS

O trabalho experimental teve como etapas de desenvolvimento: definição de metodologia para produção de ferro fundido nodular sem e com nióbio, produção de ferro fundido nodular base (bruto de fusão), ferro fundido nodular com adição de nióbio, definição e realização do tratamento térmico de austêmpera, construção de curva fração transformada x tempo para ferro fundido nodular austemperado com e sem adição de nióbio e caracterização química, mecânica e microestrutural do material produzido.

Para a realização dos experimentos foram estabelecidos material-base para produção do ferro fundido nodular base (bruto de fusão) e ferroligas para correção de composição química e adição de nióbio ao ferro fundido nodular.

Os experimentos de fundição foram realizados na empresa Fundição de Ligas L.^{tda} (Fulig), em que os processos foram acompanhados e monitorados; e os experimentos de tratamento térmico foram realizados na Metaltemper.

3.1 Materiais aplicados

Para a produção dos ferros fundidos utilizados nos experimentos foram utilizados matérias-primas, ferro-gusa, sucata de aço, retorno de ferro fundido nodular, em forma de alimentadores e canais, ferrossilício (FeSi) e ferromangânês (FeMn) para correção da composição química desejada.

Os materiais metálicos utilizados tiveram suas composições químicas conhecidas a partir dos certificados de qualidade fornecidos pelos fornecedores de ligas metálicas utilizadas pela empresa que produziu os corpos de prova. Este critério foi utilizado, uma vez que a empresa possui um sistema de gestão integrado dotado de um sistema de qualidade que garante, por meio de fornecedores homologados e auditorias internas e externas, a confiabilidade desse parâmetro no processo de fabricação.

Todas as ligas metálicas utilizadas no processo de fabricação dos corpos de prova para os experimentos foram produtos oriundos de lotes de fornecimentos já utilizados e com composição química confirmada pelo sistema inspeção de recebimento de materiais da empresa e por produções já realizadas com essas ligas.

A sucata de aço utilizada foi gerada por processo de laminação de barras redondas, fabricado em SAE 1010, com composição química conhecida.

O retorno de ferro fundido nodular utilizado na composição da carga metálica foi oriundo de uma corrida de ferro fundido nodular norma DIN 1693, classe GGG40, de composição química conhecida, constituído de alimentadores e canais de enchimento jateados por granalha de aço, oriundos de peças produzidas pela empresa que produziu os corpos de prova.

As ligas metálicas utilizadas para produção dos corpos de provas tiveram as mesmas granulometrias das ligas utilizadas em linha de fabricação usual por fundições. Exceto para o ferronióbio, que teve sua granulometria específica, isto em decorrência da dificuldade de incorporação do nióbio a liga-base.

As composições químicas informadas nos certificados de qualidade foram utilizadas para elaboração da carga metálica para fabricação dos corpos de prova, são apresentadas na Tabela 7, Tabela 8 e na Tabela 9.

Tabela 7 – Composição química de material metálico base

Liga	%C	%Si	%Mn	%S	%P	%Cu	%Mg	%Nb
Ferro-gusa	4,05	1,84	0,09	0,013	0,08	–	–	–
SAE 1010	0,12	0,38	0,45	0,05	0,03	–	–	–
Retorno	3,52	2,49	0,28	0,01	0,09	–	0,042	–

Fonte: Fundição de Ligas L.^{tda} (Fulig).

Tabela 8 – Composição química de ferroligas

Liga	%C	%Si	%Mn	%S	%P	%Mg	%Cr	%Ca
FeMn	6,80	0,57	77,05	0,02	0,28	–	–	–
FeSi	0,13	75,3	0,71	0,02	0,038	–	0,18	0,47
FeNb	0,08	1,42	–	0,09	0,10	–	–	66,3
FeSiMg	–	45,5	–	–	–	6,46	–	0,62

Fonte: Fundição de Ligas L.^{tda} (Fulig).

Dentro das várias opções de inoculantes ofertados pelo mercado, foi utilizado um inoculante à base de ferrossilício, com adição de terras-raras, com composição química conforme Tabela 9.

Tabela 9 – Composição química de inoculante Mesclalloy MI 57 FU

Liga	%C	%Si	%Mn	%Al	%Ca	%Ba
Inoculante		68,4	6,8	1,1	1,98	1,4

Fonte: Fundição de Ligas L.^{tda} (Fulig).

A granulometria dos ferroligas e inoculante utilizados para correção de composição química e incorporação de nióbio, são apresentados na Tabela 11.

Tabela 10 – Granulometria das ligas metálicas utilizadas no processo

Liga	Granulometria (mm)
FeMn	40 x 120
FeSi	10 x 100
FeNb	2 a 6
FeSiMg	6 a 12

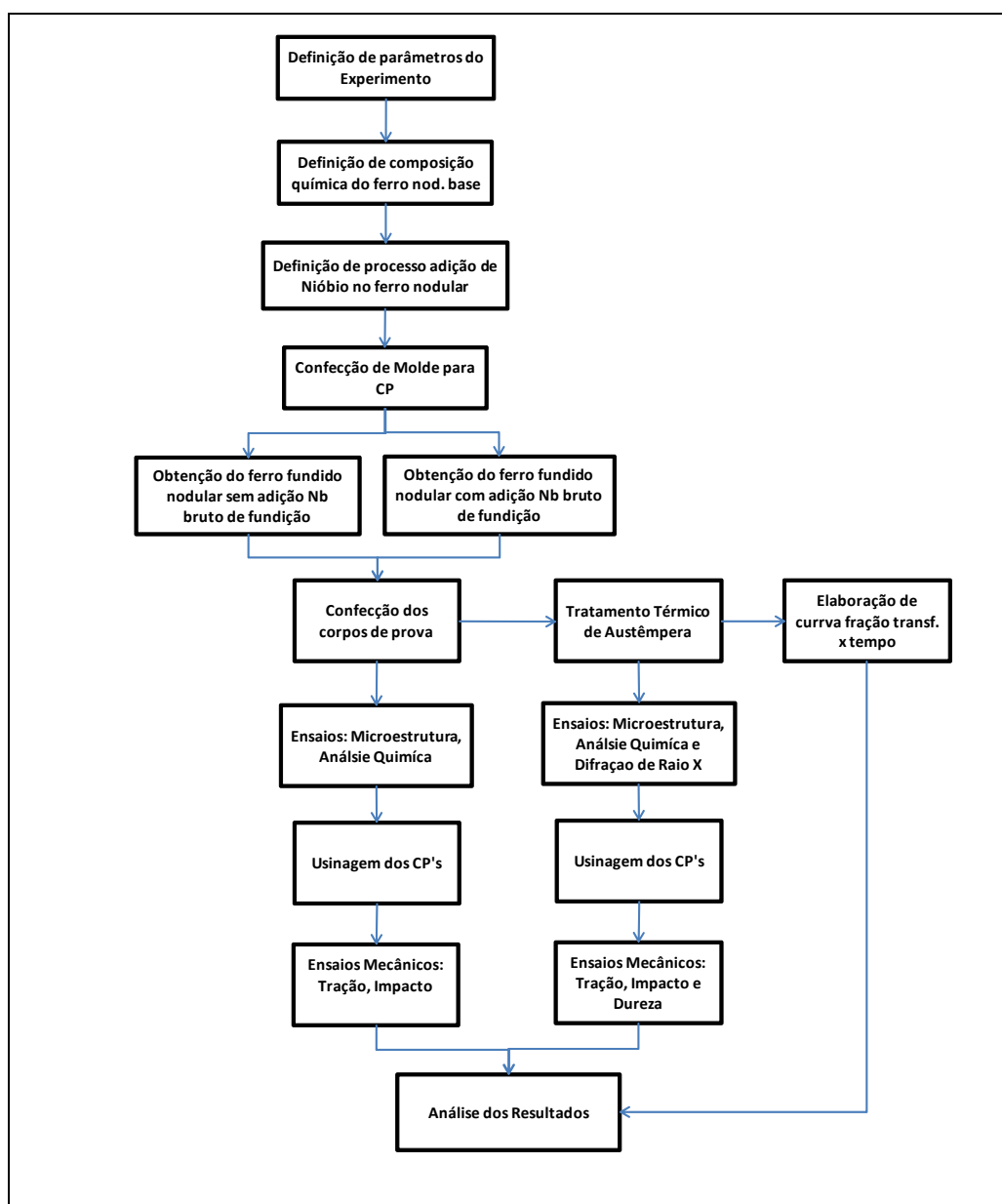
Fonte: Fundição de Ligas L.^{tda} (Fulig).

Os moldes para fusão dos corpos de prova foram confeccionados de forma individual, em que cada corpo de prova foi vazado em seu respectivo molde de areia. Para confecção dos moldes em areia de corpos de prova foi utilizada areia silicosa aglomerada com resina química de cura a frio, fenólica alcalina e catalisador triacetina. Os percentuais de resina e catalisador foram utilizados de acordo com padrão de calibração dos misturadores recomendados pelo fabricante da resina, Foseco.

4 MÉTODOS EXPERIMENTAIS

O trabalho experimental teve como etapas de desenvolvimento: definição de metodologia para produção de ferro fundido nodular sem e com nióbio, produção de ferro fundido nodular base (bruto de fusão), ferro fundido nodular com adição de nióbio, definição e realização do tratamento térmico de austêmpera, construção de curva fração transformada x tempo para ferro fundido nodular austemperado com e sem adição de nióbio e caracterização química, mecânica e microestrutural do material produzido, conforme Figura 14.

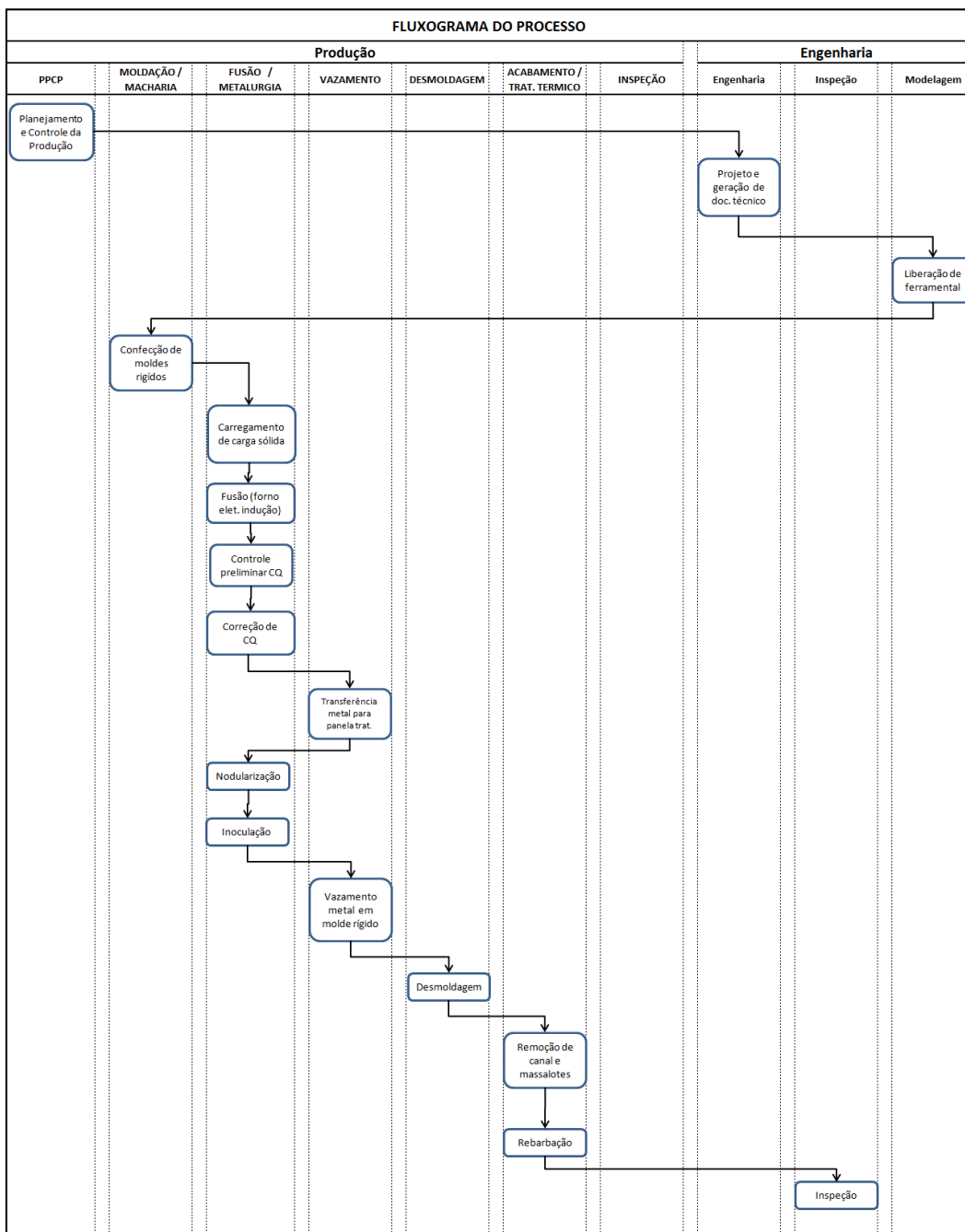
Figura 14 – Fluxograma esquemático do procedimento experimental realizado



Fonte: Elaborado pelo autor

Para a produção dos corpos de prova utilizados nos experimentos foi seguido o fluxo interno de processos utilizado pela Fulig, conforme Figura 15. Foram emitidas ordens de produção para fabricação dos corpos de prova, e elaborada uma programação para os setores de moldagem, fusão e vazamento, desmoldagem e acabamento. Estes setores receberam também, com a ordem de produção, uma ficha técnica com parâmetros técnicos para obtenção dos corpos de prova nas condições especificadas.

Figura 15 – Fluxograma do processo de fabricação dos corpos de prova



Fonte: Elaborado pelo autor

4.1 Produção de ferro fundido nodular base (bruto de fusão)

O processo de fabricação adotado para produção das amostras (corpos de prova) em ferro fundido nodular no estado bruto de fusão foi o mesmo utilizado na empresa Fulig para processamento de ligas destinadas ao atendimento de encomendas normais realizados pela empresa.

Pela dificuldade de se produzir uma pequena quantidade de liga metálica específica para o trabalho experimental, foi definido que o ferro fundido nodular base a ser empregado para análise e posterior adição de nióbio, seria uma liga em ferro fundido nodular ferrítico-perlítico, segundo norma DIN 1963 Classe GGG40.

O metal-base foi processado em fornos elétricos à indução de média frequência, marca Inductotherm, e de capacidade igual a 1.0 tonelada.

Figura 16 – Forno elétrico à indução Inductotherm 1.0 t



Fonte: Elaborado pelo autor

O carregamento do forno foi realizado pela adição de ferro-gusa, retorno de ferro fundido nodular e sucata de aço. Após a fusão da carga metálica, foi adicionado FeSi e FeMn para correção da composição química o metal-base.

Após a fusão completa da carga metálica, foi utilizada uma concha metálica revestida com lama refratária, para coleta de uma porção de metal líquido, para o vazamento deste numa coquilha de cobre refrigerada a fim de se obter a pastilha, para verificação da composição química do metal-base, por meio de espectrometria de emissão ótica.

Figura 17 – Coquilha refrigerada em cobre para obtenção de pastilha para análise espectrométrica



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 18 – Espectrômetro de emissão ótica



Fonte: Elaborado pelo autor

De posse dos resultados da análise química, foi elaborado cálculo de carga, considerando ainda as etapas a serem realizadas, etapas de nodularização e inoculação (tratamento do metal) para correção final do metal-base e obtenção da composição química especificada.

A técnica para nodularização utilizada foi tipo *Sandwich* e ocorreu com metal a uma temperatura de 1.490°C. Foi utilizada uma panela de tratamento e transferência, dotada de um degrau no fundo, em que foi colocada a liga

nodularizante, neste caso ferro-silício-magnésio, liga 4. A liga nodularizante foi coberta com limalha fina de ferro fundido para sua retenção no fundo, retardando a sua reação com metal-base, melhorando o rendimento da reação de nodularização.

O processo de inoculação foi realizado simultaneamente com o vazamento do metal nodularizado para as placas de vazamento manual, com capacidade da ordem de 60 quilos de metal líquido. A técnica de inoculação utilizada foi por meio da adição de compostos de ferrossilício e terras-raras (MESCLALLOY MI 57 FU – COMIL), por meio do basculamento de uma concha com inoculante direto no jato do metal, durante a sua transferência para placa de vazamento.

Após adição de inoculante e transferência do metal para placa de vazamento, foi coletada outra porção deste metal e vazada numa coquilha de cobre refrigerada para obtenção de pastilha, e confirmação da composição química do metal-base, por espectrometria de emissão ótica.

A temperatura de vazamento foi da ordem de 1375°C. O controle e medição de temperatura foram realizados por meio de pirômetros de imersão. Todos os corpos de prova foram vazados à mesma temperatura em todas as fusões realizadas, com variação da ordem de +/- 5 °C.

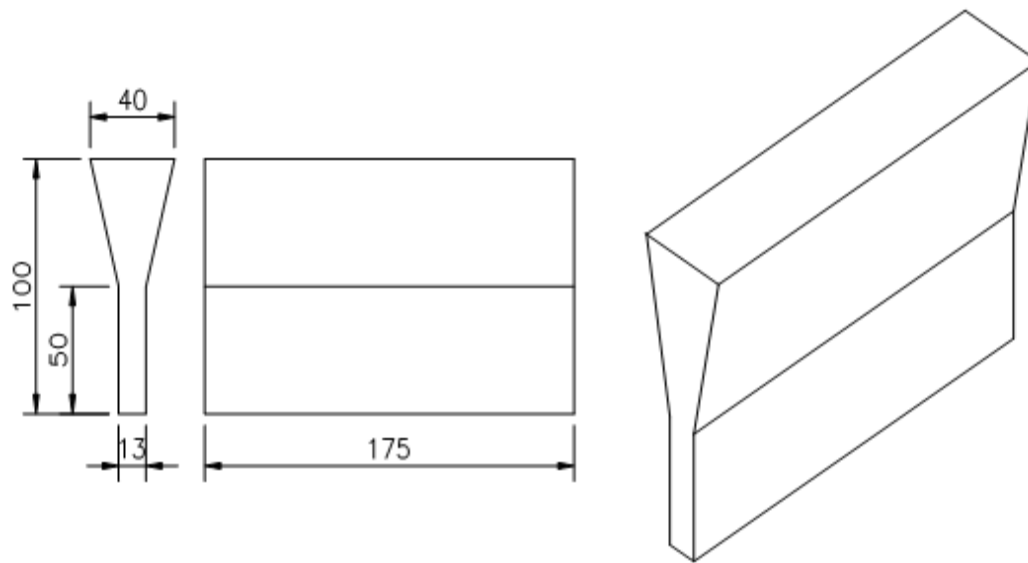
Tabela 11 – Equipamentos utilizados produção do ferro fundido nodular

Ensaio/Processo	Equipamento	Calibração	Manutenção
Fusão	Forno Inductotherm VIP Power Track	–	Manutenção preventiva realizada pela Servmelt
Temperatura	Pirômetro forneiro Italterm	Prestador serviço cadastro no RBC/Inmetro	Manutenção e calibração realizada térmica
Composição Química	Espectrômetro emissão ótica Shimadzu OHS5500	Shimadzu	Manutenção e calibração realizada semestralmente pela Shimadzu

Fonte: Elaborado pelo autor

Em seguida, depois de retirada das amostras para análise química, foi realizado o vazamento do ferro fundido nodular em moldes tipo Y, para posterior retirada de corpos de prova para realização de ensaios mecânicos, conforme Figura 19.

Figura 19 – Dimensional do corpo de prova tipo Y



Fonte: ASTM A 536 – 84.

Todos os moldes foram confeccionados em areia resinada de cura a frio, fenólica alcalina. A desmoldagem foi realizada 16 horas após vazamento, para todos os moldes, mantendo-se a mesma taxa de resfriamento para todos os corpos de prova e evitando-se a possibilidade de influência na microestrutura do material.

Após a desmoldagem, os corpos de prova foram jateados em jato de granalha e disponibilizados para preparação e ensaios mecânicos.

4.1.1 Definição de parâmetros para adição e incorporação de nióbio ao ferro fundido nodular

Para a escolha do método de incorporação do nióbio ao ferro fundido nodular, duas opções foram discutidas. A adição do ferroliga no forno a uma temperatura próxima a 1.500°C, e outra, a adição do ferroliga na panela de nodularização com ferro-silício-magnésio à temperatura de nodularização.

Segundo Souza (2012) e Silva (2000), o FeNb possui uma dificuldade de dissolução em materiais de alto teor de carbono.

A adição do ferroliga na panela de nodularização poderia provocar uma dificuldade de incorporação do nióbio ao ferro fundido nodular, além de promover resfriamento do metal, comprometendo a obtenção dos corpos de prova.

Desta forma, o método escolhido foi a adição do ferroliga no forno. Como não foi possível a utilização de todo metal de uma fusão completa (1.0 tonelada) para

produção dos corpos de prova, foi utilizado o volume de 200 kg de ferro fundido nodular líquido para sofrer incorporação de nióbio.

Em virtude da necessidade de redução do volume de metal no forno, para ser incorporado com nióbio, e da dúvida quanto ao real rendimento de incorporação, o teor de nióbio nos corpos de prova poderia sofrer um desvio em relação ao previsto.

Foram produzidas duas ligas com adição de nióbio. Os percentuais projetados e calculados foram para obtenção de ligas de ferros fundidos nodulares com teores da ordem de 0,30% nióbio e 0,5% nióbio sobre o peso.

Esses valores foram estabelecidos a partir da pesquisa na literatura sobre a adição de ferronióbio ao ferro fundido nodular e para produção de ferro fundido austemperado. Durante a pesquisa pôde ser verificado que até esses valores, pode-se observar um aumento dos valores de propriedades mecânicas, e que adições de percentuais maiores podem provocar a redução de propriedades mecânicas. Tendo como objetivo para entendimento do comportamento dos ferros ligados ao nióbio, foram escolhidos valores que pudessem promover aumento nos valores dessas características do material em estudo.

Para tratamento do metal (adição do ferronióbio), foi então definido pela manutenção de um volume de 200 kg de metal líquido no forno para realização de adição do nióbio ao metal-base. Este volume foi definido em função de uma quantidade mínima suficiente para que fosse possível a manipulação do metal, coleta de amostra para análise, e garantia de incorporação do nióbio, sem perdas por oxidação do ferroliga e grandes gerações de escória; e ainda permitisse a medição de temperatura do banho.

Foram produzidas duas ligas de ferro nodular com adição de nióbio. As duas adições de ferronióbio ocorreram sobre um volume de 200 kg de metal líquido em dois momentos diferentes para obtenção dos dois teores de nióbio. As duas adições ocorreram a uma temperatura mantida do metal no forno entre 1.490°C a 1.500°C.

Após a adição de ferronióbio foi aguardado um intervalo de tempo de aproximadamente entre 5 a 10 min para dissolução da liga no banho. Após esse intervalo, foi procedida a etapa de nodularização.

A técnica para nodularização também foi tipo *Sandwich* e ocorreu a uma temperatura de 1.490°C. Foi utilizada a mesma panela de tratamento e transferência, e liga nodularizante ferro-silício-magnésio coberta com limalha fina de ferro fundido.

O processo de inoculação foi realizado simultaneamente com o vazamento do metal nodularizado para as placas de vazamento manual, com capacidade da ordem de 60 kg de metal líquido. A técnica de inoculação utilizada foi pela adição de compostos de ferrossilício e terras-raras (inoculante), por meio do basculamento de uma concha com inoculante direto no jato do metal, durante a sua transferência para placa de vazamento.

Após adição de inoculante e transferência do metal para placa de vazamento, foi coletada uma porção deste metal e vazada numa coquilha de cobre refrigerada para obtenção de pastilha, e confirmação da composição química do metal-base, por espectrometria de emissão ótica.

A temperatura de vazamento foi da ordem de 1375°C. O controle e medição de temperatura foram realizados por meio de pirômetros de imersão. Todos os corpos de prova foram vazados à mesma temperatura em todas as fusões realizadas, com variação entre 1370°C e 1380°C.

As amostras para análises químicas foram retiradas por meio do vazamento em coquilhas de cobre refrigerada, após a adição de nodularizante e inoculante. A análise química foi feita na pastilha, em espectrômetro ótico de emissão, marca Shimadzu OHS5500, para confirmar a incorporação do nióbio e seu rendimento.

Posteriormente à análise química, a placa foi transportada para a área de vazamento e novamente medida a temperatura do metal para a realização do vazamento. Após confirmada a temperatura correta de vazamento, realizou-se o vazamento do metal nos moldes. A desmoldagem foi realizada 16 h após vazamento, mantendo o mesmo padrão adotado para ferro fundido nodular. Em seguida, os corpos de prova foram jateados em jato de granalha e disponibilizados para preparação e ensaios mecânicos.

Após a desmoldagem, feita manualmente, e o jateamento por granalha, o bloco Y foi cortado em serra de fita, marca Franho, para usinagem dos corpos de prova para os diferentes ensaios mecânicos.

4.2 Tratamento térmico

Para realização do tratamento térmico de austenitização foi estabelecida uma temperatura definida para todos os experimentos. Já para o tratamento térmico de austêmpera, não foi possível a manutenção das mesmas temperaturas para todos

os três tipos de ligas (ADI sem liga, ADI com adição de Nb – dois teores), pois o tratamento térmico também se deu da mesma forma que a fabricação dos corpos de prova. Foram realizados numa empresa de produção normal, e em paralelo com o seu processo produtivo.

Por este motivo, as faixas de temperatura de austenitização dos corpos de prova em ADI são diferentes.

O tratamento térmico de austêmpera consistiu na austenitização em forno de banho de sal à temperatura de 900°C com tempo de 1 h, conforme mostrado na Figura 20.

Figura 20 – Forno elétrico com banho de sal – austenitização



Fonte: Elaborado pelo autor

A faixa de temperatura para o segundo tratamento térmico austêmpera foi definido a partir das temperaturas recomendadas com base na pesquisa teórica realizada.

As temperaturas estabelecidas para austêmpera foram, 410, 395, 370, 345, 320, 290 e 270°C; para a liga em ferro fundido nodular sem nióbio. E para a liga em ferro fundido nodular com adição de 0,17% e 0,30% Nb foram tratados às temperaturas 400, 350, 320, 290, 270°C. Ambas sofreram também resfriamento em salmoura posteriormente.

O controle dessas temperaturas foi feito por meio de termopar tipo k imerso no banho, e o sinal de tensão jogado em computador de processo para registro e conversão em temperatura.

Figura 21 – Forno elétrico com banho de sal – austêmpera



Fonte: Elaborado pelo autor

Os sais utilizados para tratamentos térmicos de austenitização e austêmpera foram respectivamente: austenitização – banho de sal TEC 750 e R2; e austêmpera – banho de sal TEC 140. E resfriamento até temperatura ambiente em salmoura a 10% NaCl.

O controle do banho de sal é feito semanalmente para monitoramento da variação de composição química e fluidez do banho.

O aquecimento destes fornos de banho de sal foi feito por meio de resistência elétrica, e controlados por painéis de comando elétrico e termopares tipo k.

Os tempos de manutenção para as temperaturas de austêmpera também foram definidos com base na pesquisa teórica e literatura. Os tempos de manutenção nestas temperaturas de austêmpera foram de 1, 3, 5, 7, 10, 15, 20, 30 e 60 min. Posteriormente a este tempo de manutenção, as amostras foram resfriadas em salmoura até a temperatura ambiente.

As amostras foram preparadas por meio de polimento mecânico e de acabamento para medição de dureza pelos métodos Rockwell e Vickers.

A medição de dureza Rockwell foi feita em equipamento marca Wilson Rockwell Series 2000 da Instron, na escala HRC. Foram feitas oito medições em cada uma das amostras e calcularam-se a média e o desvio-padrão por meio das seguintes Equações (3) e (4).

$$\bar{X} = \frac{\sum x}{n} \quad (3)$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum(X - \bar{X})^2}{(n - 1)}} \quad (4)$$

4.3 Ensaios metalográficos

A metalografia fez-se necessária com o propósito de verificar e constatar as fases presentes na microestrutura dos materiais. Foram utilizadas as amostras em estado bruto de fusão e austemperadas a 320°C com tempo de manutenção de 1, 3, 7, 10, 15, 20 e 30 min. Para a caracterização do ferro fundido quanto à forma, distribuição e dimensão dos nódulos de grafita, utilizou-se microscópio óptico Analysys Five e norma Fiat 50260. As amostras, sem ataque químico, foram posicionadas e observadas num microscópio com aumento de 500 X.

Foi realizado ataque químico em solução de nital (4% de ácido nítrico e 96% de álcool etílico) nas amostras em estado bruto de fusão e austemperadas. Posteriormente, essas amostras foram analisadas no microscópio óptico Analysys Five, caracterizando-se a microestrutura do material.

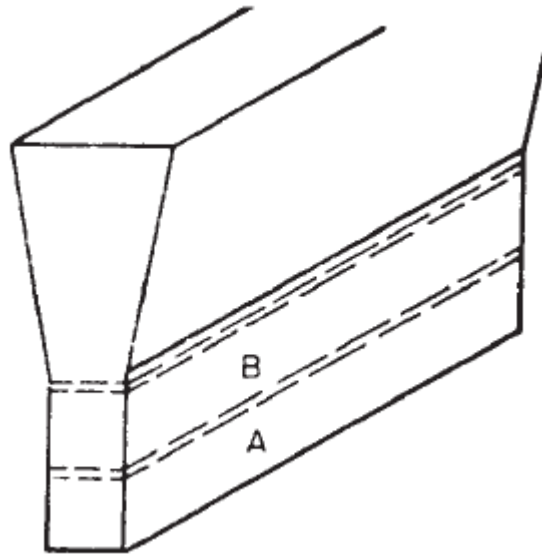
4.4 Ensaios mecânicos

A seguir serão listados todos os ensaios mecânicos realizados neste trabalho.

4.4.1 Tração

Os corpos de prova para ferro nodular bruto de fundição, ferro nodular austemperado, foram fabricados conforme norma ASTM A536-84 (reaprovado 2004). A partir destes blocos foram retiradas seções para confecção de corpos de prova para ensaios mecânicos, conforme Figura 22.

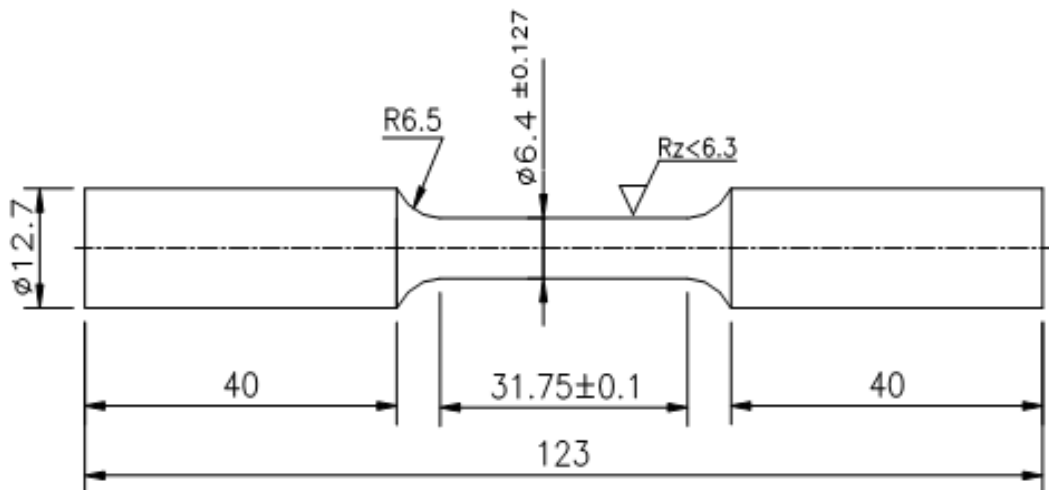
Figura 22 – Seção retirada do bloco Y, conforme norma ASTM A536-84



Fonte: ASTM A 536 – 84 (Reapproved 2004).

Os corpos de prova tipo Y, no estado bruto de fusão e austemperado em ferro fundido nodular sem liga, foram fundidos pelo processo já descrito, e foram usinados, conforme norma ASTM E-8M, 1995 (Figura 23).

Figura 23 – Desenho do corpo de prova para ensaio de tração



Fonte: ASTM E-8M-13a, 2013

Este ensaio foi realizado em máquina universal Wolpert, com acionamento hidráulico e células de carga de 30 t, acoplada num computador com programa de controle, recebimento e tratamento de dados. O valor do limite de escoamento foi

obtido do gráfico *tensão versus deformação*, a partir da deformação de 0,2%. O limite de resistência foi calculado por meio da Equação (5).

$$\sigma_R = \frac{P_m}{S_0} \quad (5)$$

em que:

σ_R : tensão de resistência;

P_m : carga máxima de tração;

S_0 : área inicial do corpo de prova de tração.

O alongamento foi obtido pela Equação (6)

$$\Delta l = \frac{l_{ff} - l_0}{l_0} \quad (6)$$

em que:

l_{ff} : comprimento final do corpo de prova;

l_0 : comprimento inicial do corpo de prova de tração.

A fratura dos corpos de prova de tração, para o ferro fundido nodular sem liga no estado bruto de fusão, foi analisada no MEV (microscópio eletrônico de varredura), marca Philips.

Para o material ligado a 0,17% de nióbio o limite de resistência à tração foi obtido por meio da sua relação com os valores de dureza Brinell, dada pela Equação (7) (CALLISTER, 2000), extraído da equação abaixo:

$$LRT = 3,45 * HB \quad (7)$$

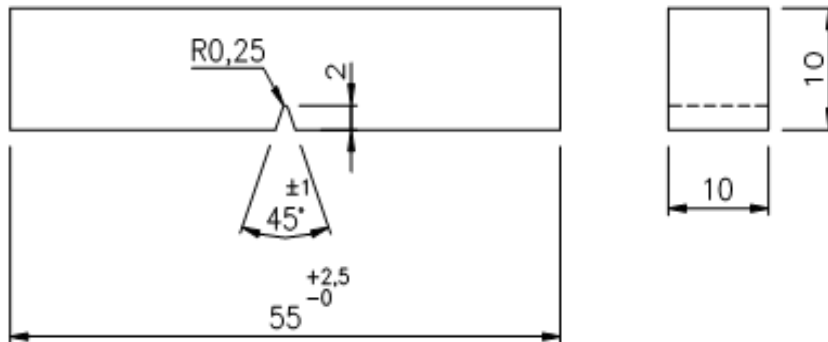
em que:

LRT: limite de resistência à tração;

HB: dureza Brinell.

4.4.2 Ensaio Charpy

As dimensões dos corpos de prova de Charpy estão mostradas na Figura 24, conforme norma ASTM E-23/96, 1996.

Figura 24 – Dimensões do corpo de prova para ensaio Charpy

Fonte: ASTM E-23-12c, 2013

Utilizou-se uma retífica plana, e o sobremetal deixado foi de 0,2 mm para as dimensões de 10,0 mm dos corpos de prova. O entalhe foi feito no Centro de Desenvolvimento de Tecnologia Nuclear (CDTN), dotada de ferramenta com perfil do entalhe desejado.

Foi utilizada uma máquina de ensaio Charpy instrumentada, marca Instron Wolpert PW30, de capacidade máxima 300 J (Figura 25). Esta máquina é constituída, basicamente, de um pêndulo, dial de leitura, suporte para corpo de prova, martelo e cutelo. Foram utilizados os meios de resfriamento, nitrogênio, água, álcool e gelo, para se garantirem as temperaturas de ensaio que foram: -196 , -70 , -35 , 0 , 20 , 70 , 100°C .

Figura 25 – Máquina de ensaio Charpy, marca Instron Wolpert PW30



Fonte: Elaborado pelo autor

Para medição dessas temperaturas, foi utilizado um termopar de mercúrio com sensibilidade de $\pm 5^{\circ}\text{C}$.

Essa máquina de ensaio Charpy é dotada de interface, marca Impact 95, cuja frequência de aquisição de dados é de 1 MHz. Um medidor de deformação é colado no martelo e o sinal de carga é enviado à interface. A coleta de sinal inicia-se no contato do martelo com o corpo de prova. Esse sinal coletado em mV é convertido em carga por meio de uma curva de calibração da máquina.

Esse sinal de carga versus tempo, $F(t)$, é utilizado para cálculo de velocidade do pêndulo por meio da Equação (8).

$$v(t) = v_0 - \left(\frac{1}{m}\right) \int_0^t F(t)dt \quad (8)$$

em que:

v_0 = velocidade de impacto do pêndulo;

m = massa do pêndulo;

t = tempo.

A deflexão do corpo de prova em função do tempo, $s(t)$, foi determinada por meio da integração da curva velocidade *versus* tempo, conforme Equação (9).

$$s(t) = \int_0^t v(t)dt \quad (9)$$

A energia absorvida pelo corpo de prova em função do deslocamento, $E_w(s)$, foi determinada pela integração da curva força *versus* deslocamento, conforme Equação (10).

$$E_w(s) = \int_0^s F(s)ds \quad (10)$$

A fratura dos corpos de prova Charpy foi analisada no MEV, marca Philips.

5 APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Serão descritas aqui a apresentação dos resultados obtidos no que se refere à incorporação de nióbio ao ferro fundido nodular e também a caracterização do ferro fundido nodular bruto, austemperado sem liga e ligado ao nióbio, segundo características química, mecânica e microestrutural.

5.1 Incorporação do nióbio ao ferro fundido nodular

Como descrito, a incorporação de nióbio ao ferro fundido nodular foi processada pela adição do ferroliga direto no forno ao volume de 200 kg de metal líquido.

A adição do ferroliga deu-se pela introdução direta no forno, com manutenção da temperatura na faixa de 1.490°C a 1.500°C durante 10 min.

A incorporação de nióbio por meio decorrente do método adotado, adição direta no forno, foi privilegiada pela agitação do banho metálico e redução de perda de temperatura do metal após a adição do ferroliga.

Como dito por Fonseca Souza (2012), a granulometria do FeNb afeta seu grau de dissolução.

As ligas foram identificadas como liga 1,2 e 3; com a seguinte correlação:

- a) Liga 1 – ferro fundido nodular sem adição de nióbio;
- b) Liga 2 – ferro fundido nodular com primeira adição de nióbio;
- c) Liga 3 – ferro fundido nodular com segunda adição de nióbio.

Foi verificado por meio de análise química preliminar do metal-base no forno, que o teor de nióbio na liga-base era desprezível, como mostrado na Tabela 13.

Tabela 12 – Teor de nióbio nos ferros fundidos produzidos

Liga	Teor de Nb (%)
1	0,005
2	0,17
3	0,30

Fonte: Elaborado pelo autor

Com base nos dados apresentados na Tabela 13, e cálculos de carga realizados a partir do teor de nióbio no ferroliga e quantidade adicionada no forno, pode-se observar que o teor de nióbio obtido ficou abaixo do esperado.

Tabela 13 – Índice de incorporação de nióbio ao ferro fundido nodular

Liga	Índice incorporação Nb
2	56 %
3	60 %

Fonte: Elaborado pelo autor

Isso confirma um rendimento de incorporação do nióbio ao ferro fundido nodular abaixo do esperado, por meio do método de adição utilizado, o que confirma os dados verificados na revisão bibliografia do trabalho.

5.2 Caracterização química

Os resultados de composição química dos ferros fundidos nodulares com e sem adição de nióbio, denominados como ligas 1, 2 e 3, foram obtidos a partir de ensaio em espectrômetro de emissão ótica realizados pela Fulig, a partir de amostras coquilhadas retiradas no processo de fusão. A Tabela 14 apresenta os resultados em peso dos elementos analisados.

Tabela 14 – Composição química das ligas fundidas

Liga	%C	%Si	%Mn	%S	%P	%Cu	%Mg	%Nb	%Fe
1	3,57	2,57	0,31	0,01	0,08	0,03	0,04	–	restante
2	3,57	2,57	0,31	0,01	0,08	0,03	0,04	0,17	restante
3	3,57	2,57	0,31	0,01	0,08	0,03	0,04	0,30	restante

Fonte: Elaborado pelo autor

A composição química analisada é correspondente ao ferro fundido nodular segundo norma DIN1693, classe GGG40. É importante ressaltar que esta norma não tem como referência a composição química, mas, sim, propriedades mecânicas dos materiais contemplados nela.

A presença dos teores de magnésio da ordem de 0,04% confirmados em análise química indica a incorporação deste elemento oriundo do ferroliga FeSiMg,

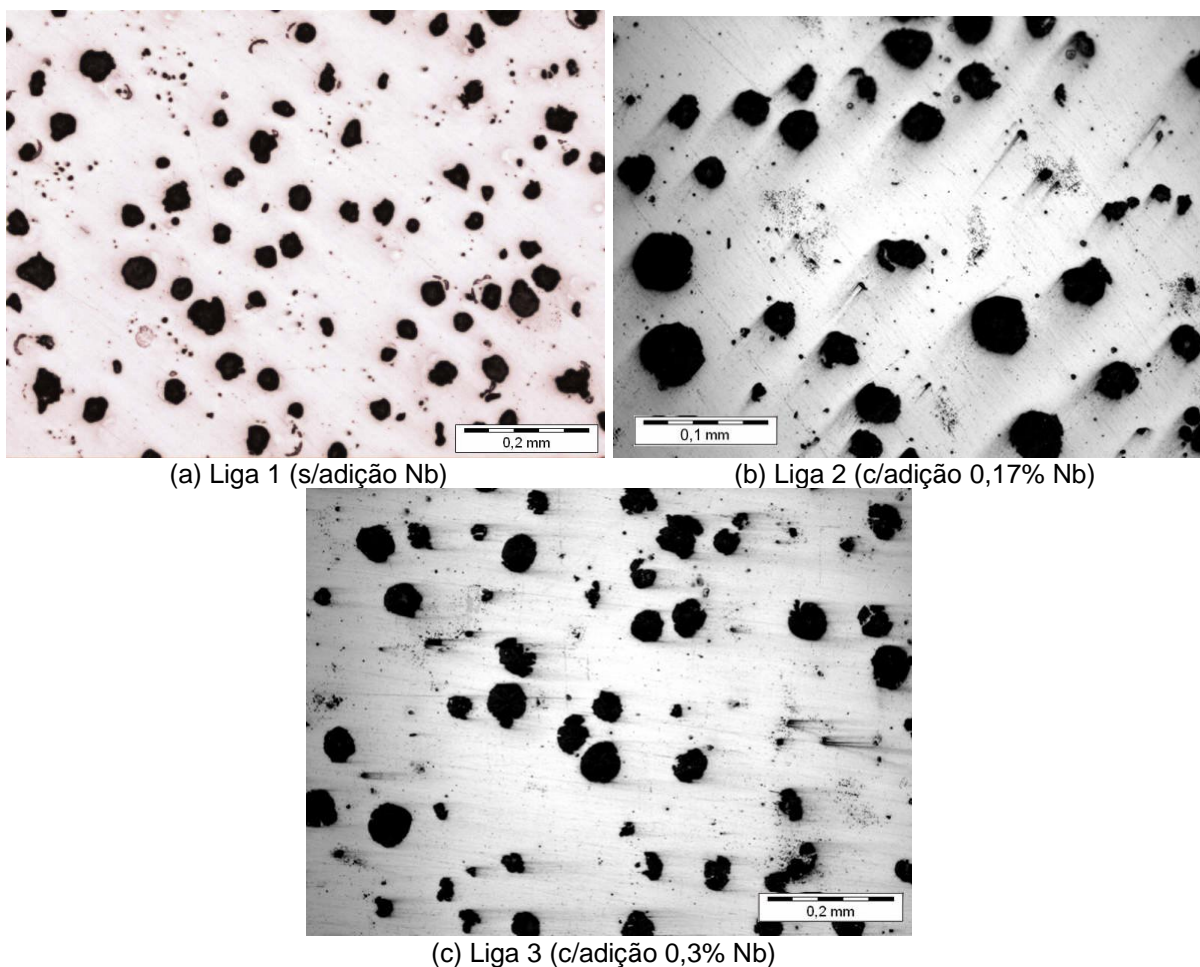
utilizado na etapa de nodularização. E que foi o promovedor da alteração da morfologia da grafita lamelar para esferoidal.

5.3 Caracterização da microestrutura

As amostras utilizadas para realização dos ensaios metalográficos foram retiradas dos corpos de prova produzidos no processo descrito ao longo do trabalho, partindo dos blocos em Y.

As amostras foram preparadas em laboratórios e analisadas em microscópio Analysys Five (Figura 26).

Figura 26 – Microestrutura das amostras dos ferros fundidos nodulares liga 1, 2 e 3 (sem ataque químico)



Fonte: Elaborado pelo autor

As amostras analisadas em microscópio sem ataque químico apresentaram uma estrutura da grafita na forma esferoidal, classificadas conforme Tabela 14.

Com base na norma de ASTM A247-67, a grafita apresentada nas amostras podem ser classificadas conforme Tabela 15.

Tabela 15 – Morfologia da grafia e grau de nodularização nas amostras de ferro fundido bruto de fundição sem e com adição de nióbio, ligas 1, 2 e 3, segundo norma ASTM A247-67

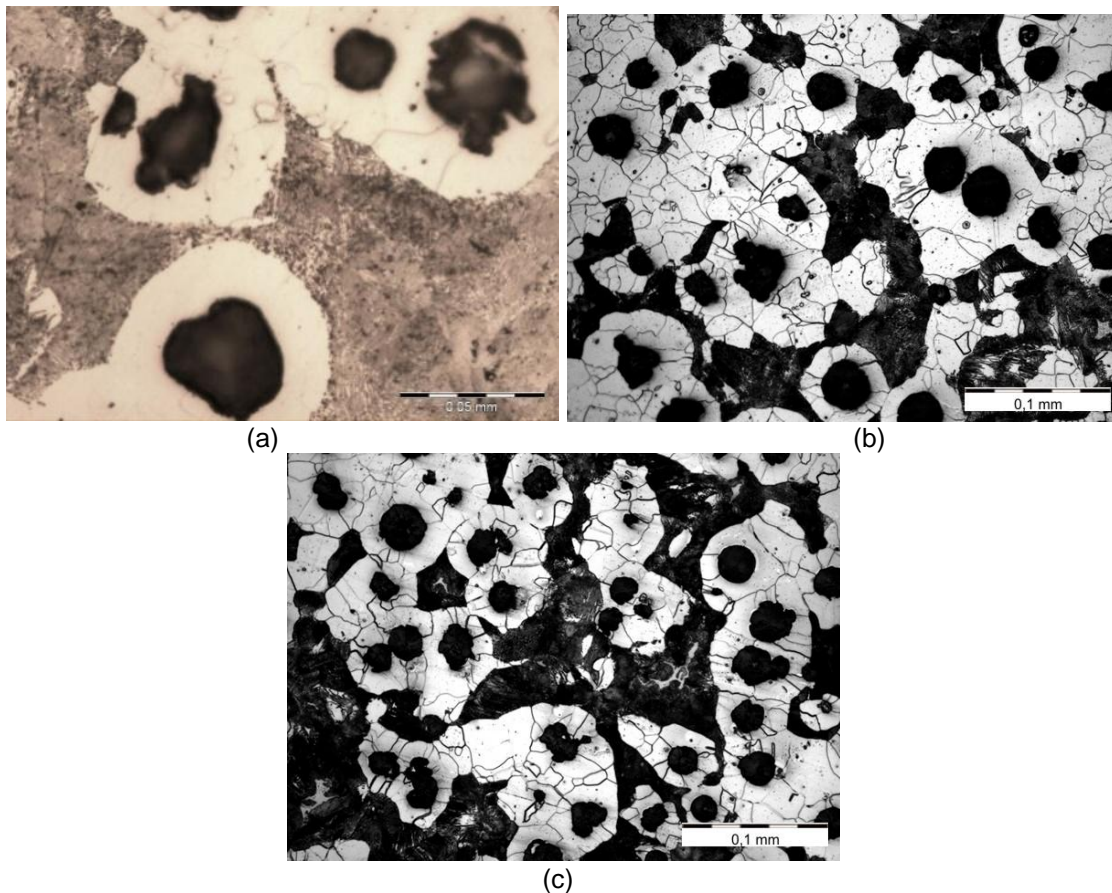
Liga	Grau de esferoidização	Distribuição	Tamanho
1	85 a 90%	Predominante tipo I	7
2	90%	Predominante tipo I	7
3	90%	Predominante tipo I	7

Fonte: Elaborado pelo autor

As amostras preparadas para ensaio metalográfico após ataque nital 4% apresentaram matrizes constituídas de ferrita e perlita, em que pode ser observado o nódulo de grafita envolvido pela matriz ferrítica.

A Figura 27 mostra a microestrutura dos ferros fundidos sem liga (a), ligado a 0,17% de nióbio (b) e a 0,30% de nióbio (c) após ataque químico.

Figura 27 – Microestrutura das amostras dos ferros fundidos nodulares liga 1, 2 e 3 (com ataque químico)



Fonte: Elaborado pelo autor

A difusão do carbono da ferrita pode ter sido a causa do crescimento de parte do nódulo de grafita. Esse aspecto da microestrutura é designado vulgarmente como *olho de boi*. A caracterização da matriz e sua quantificação feita por análise comparativa, apresentadas na Tabela 16.

Tabela 16 – Distribuição da matriz nas amostras de ferro fundido bruto de fusão sem e com adição de nióbio, ligas 1, 2 e 3, por análise comparativa

Liga	% ferrita	% perlita
1	55	45
2	50	50
3	40	60

Fonte: Elaborado pelo autor

O maior percentual de perlita na microestrutura é reflexo da sua composição química e na ineficiência do inoculante, o que refletiu nas propriedades mecânicas elevando o limite de resistência, reduzindo o alongamento e promovendo a mudança de classe do material de acordo com base na norma ASTM A536, norma que classifica os ferros fundidos nodulares com base em suas propriedades mecânicas, resistência à tração, escoamento, alongamento e estrição.

Observar-se também que o aumento do percentual de perlita na matriz é correspondente ao aumento do teor de nióbio na liga. Confirmando que o nióbio é um elemento perlitizante neste tipo de liga ferrosa.

5.4 Caracterização mecânica

A caracterização mecânica do material foi realizada pelos ensaios de tração e impacto Charpy, como descritos a seguir.

5.4.1 Análise de ensaio de tração

A

Tabela 16 mostra os resultados das propriedades mecânicas, limite de escoamento, limite de resistência e alongamento das diferentes ligas.

Tabela 17 – Propriedades mecânicas das ligas em ferro fundido nodular bruto de fundição, austemperado, austemperado ligado ao nióbio

Liga	Resistência à tração (MPa)	L. Escoamento (MPa)	Alongamento (%)
Ferro fundido nodular bruto fusão	538,6	371,8	16,4
F.F. nodular austemperado (ADI)	1412,1	1132,5	4,82
F.F. nodular ADI (+ 0,17%Nb)	1474,9	–	–

Fonte: Elaborado pelo autor

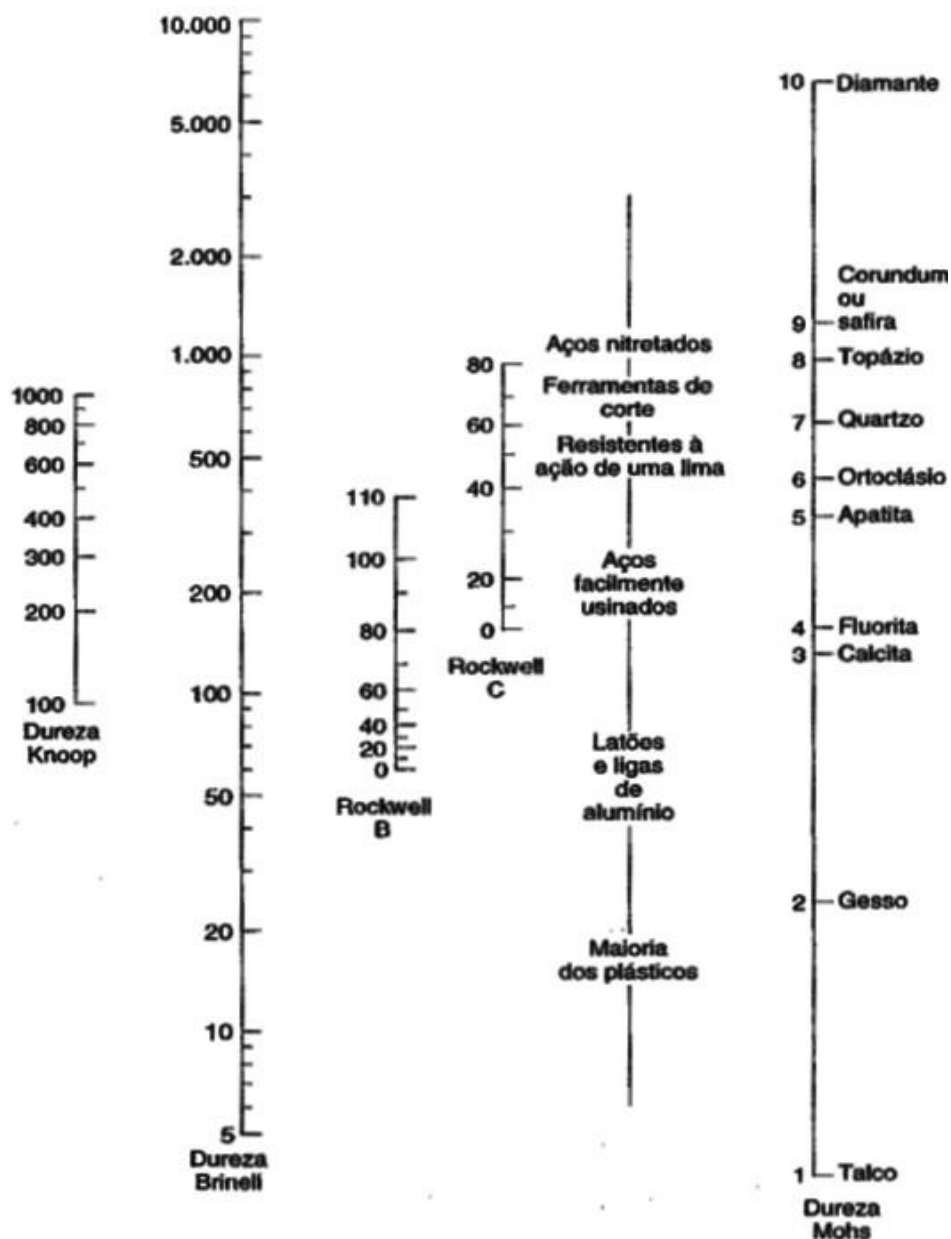
Verifica-se por meio dos resultados apresentados que as propriedades mecânicas de resistência à tração e de limite de escoamento têm uma elevação significativa quando o ferro fundido nodular tratado termicamente por austempera, assim como uma redução também significativa em seu alongamento.

Os resultados mostram que a resistência à tração, o alongamento e limite de escoamento do ferro nodular são influenciadas pelo tratamento térmico.

Não foi possível observar por meio de ensaio de tração, os resultados promovidos pela adição de nióbio no ferro fundido nodular no estado bruto e austemperado pelo fato de os corpos de prova durante ensaios sofrerem fratura prematura decorrente de falhas no processo de sua fabricação, não sendo possível a sua repetição. Alguns desses corpos de prova foram ensaiados em MEV para análise de fratura.

Os valores de resistência para o ferro fundido nodular austemperado com 0,17% de nióbio foram obtidos por cálculos, partindo do valor de dureza média de 42,75 HRC, que pôde ser convertido para o valor de dureza Brinell de 410 HB; utilizado no cálculo da equação 7. A Figura 28 mostra a relação entre valores de dureza Brinell e Rocwel.

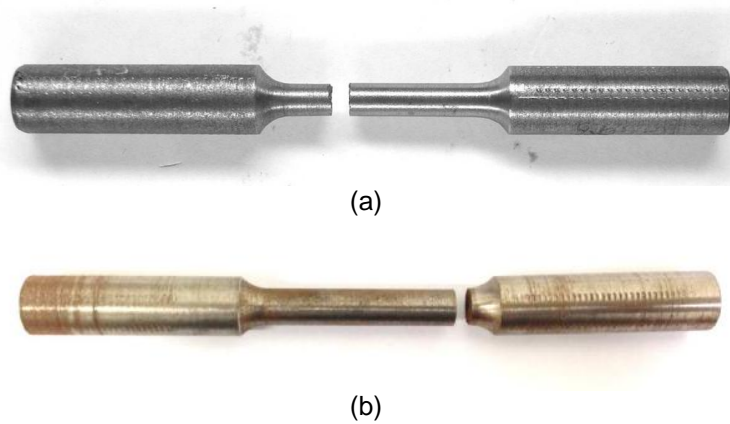
Figura 28 – Escala comparativa de durezas



Fonte: Callister, 2000.

A Figura 29 (a) mostra o corpo de prova do ferro fundido nodular bruto de fusão após fratura, mostrando aparentemente a ausência de estrição. A Figura 29 (b) mostra o corpo de prova para o ferro fundido nodular austemperado com adição de 0,30% de nióbio, que mantém a aparência da fratura do corpo de prova bruto de fusão e sem adição de nióbio.

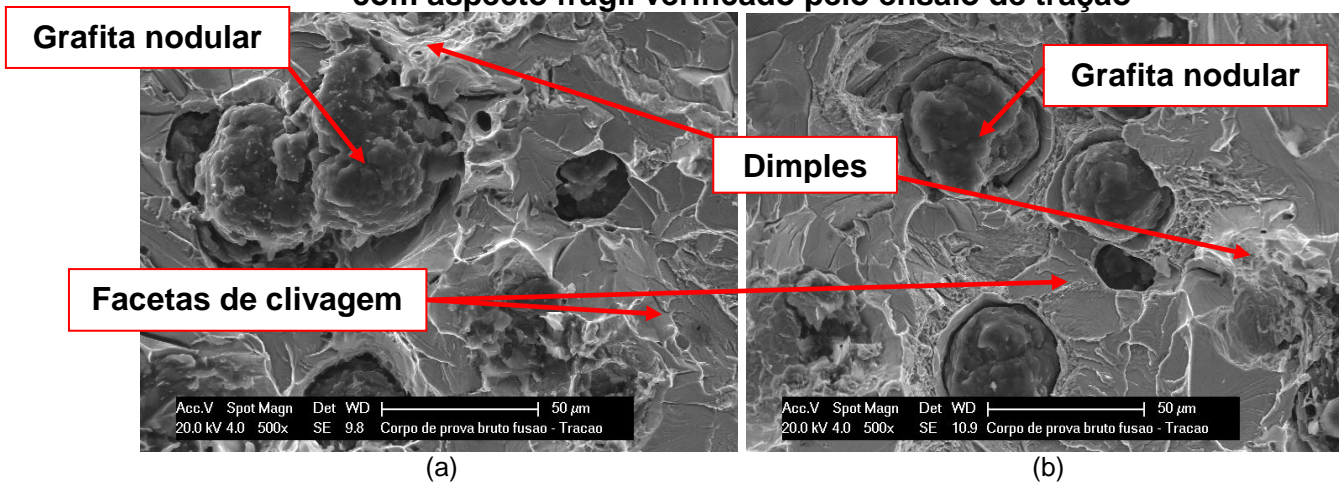
Figura 29 – Corpo de prova em ferro fundido nodular bruto de fusão (a) e ligado com 0,30% nióbio (b) após ensaio de tração



Fonte: Elaborado pelo autor

A superfície de fratura do corpo de prova bruto de fusão (FIGURA 23 [a]) foi analisada no MEV, constatando o caráter frágil da fratura, evidenciado pela presença de maclas de clivagem ao longo de toda a matriz, e simultaneamente, o início da fratura ocorreu na interface entre os nódulos de grafita e a matriz (Figura 30 (a) e (b)).

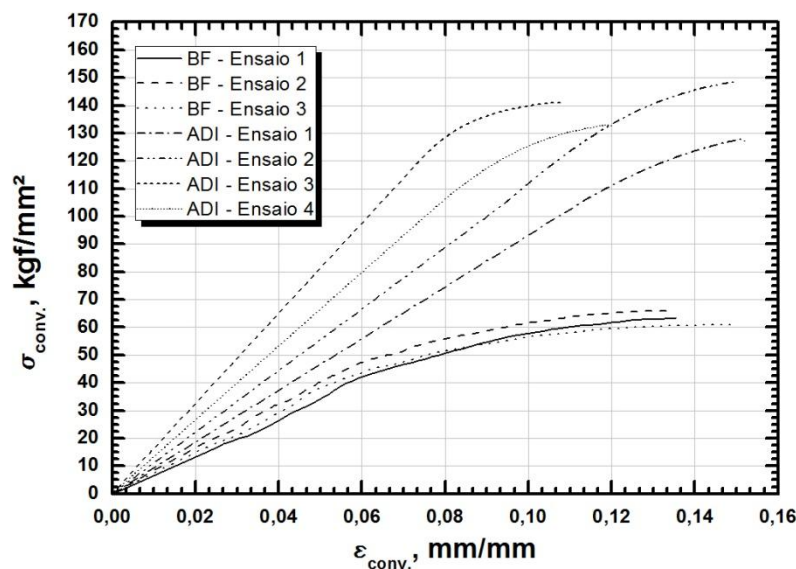
Figura 30 – Evidência do micromecanismo de fratura em diferentes amostras com aspecto frágil verificado pelo ensaio de tração



Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 31 mostra os gráficos de tensão convencional versus deformação convencional, obtidos para corpos de prova do ferro fundido nodular bruto de fusão ferro fundido nodular austemperado.

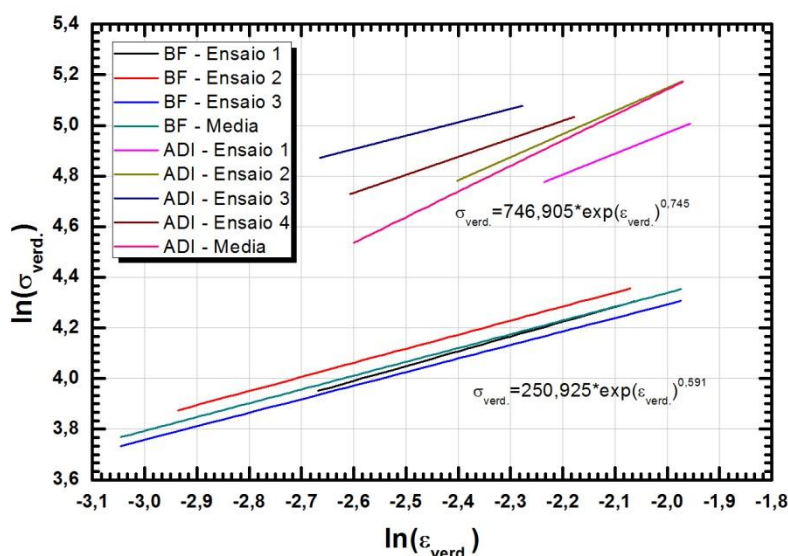
Figura 31 – Gráficos de tensão convencional versus deformação convencional para o ferro fundido nodular bruto de fusão e autotemperado



Fonte: Elaborado pelo autor

Com os dados relativos ao campo plástico de cada corpo de prova ensaiado para as diferentes ligas, foram calculados os valores de tensão verdadeira e deformação verdadeira. Retas foram traçadas com a linearização desses valores e a partir delas foi traçada uma reta que representa a média das anteriores, para cada uma das ligas analisadas, traçadas pelo método de Bergner (F. Bergner; G. Zohar, 1999). As retas médias são representadas no gráfico da Figura 32.

Figura 32 – Gráfico $\ln(\sigma_{v})$ versus $\ln(\epsilon_{v})$



Fonte: Elaborado pelo autor

Por meio da linearização das curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira, as constantes k e n da equação que relaciona a deformação verdadeira com a tensão verdadeira puderam ser calculadas para cada corpo de prova. As constantes k e n obtidas para cada corpo de prova e para a reta média e seus respectivos erros, fornecidos pelo *software* Origin Pro versão 8 ao fazer a linearização, são mostradas na Tabela 18.

Tabela 18 – Constantes k e n

Liga	Corpo de Prova	Parâmetros	Valor	Erro
Bruto	CP1	ln(k)	5,508	0,02937
		n	0,583	0,01195
		k	246,6716	–
	CP2	ln(k)	5,5092	0,02589
		n	0,5565	0,01047
		k	246,95	–
	CP3	ln(k)	5,3622	0,02904
		n	0,5347	0,0117
		k	213,19	–
	Média	ln(k)	5,525	1,61E-15
n		0,591	6,40E-16	
k		250,925	–	
ADI	CP1	ln(k)	6,624	4,69E-15
		n	0,827	1,95E-15
		k	752,959	–
	CP2	ln(k)	6,973	2,68E-15
		n	0,912	1,23E-15
		k	1067,293	–
	CP3	ln(k)	6,283	4,59E-15
		n	0,529	1,97E-15
		k	535,370	--
	CP4	ln(k)	6,584	6,15E-15
n		0,712	2,94E-15	
k		723,378	–	
Média	ln(k)	6,616	1,87E-15	
	n	0,745	8,28E-16	
	k	746,905	–	

Fonte: Elaborado pelo autor

Os valores dessa última reta podem definir a relação entre deformação verdadeira e tensão verdadeira para cada uma das ligas de ferro fundido, por meio da equação de Hollomon. A Tabela 19 mostra as equações obtidas para cada liga.

Tabela 19 – Equações de Hollomon desenvolvida para os ferros fundidos nodular bruto de fusão, nodular austemperado

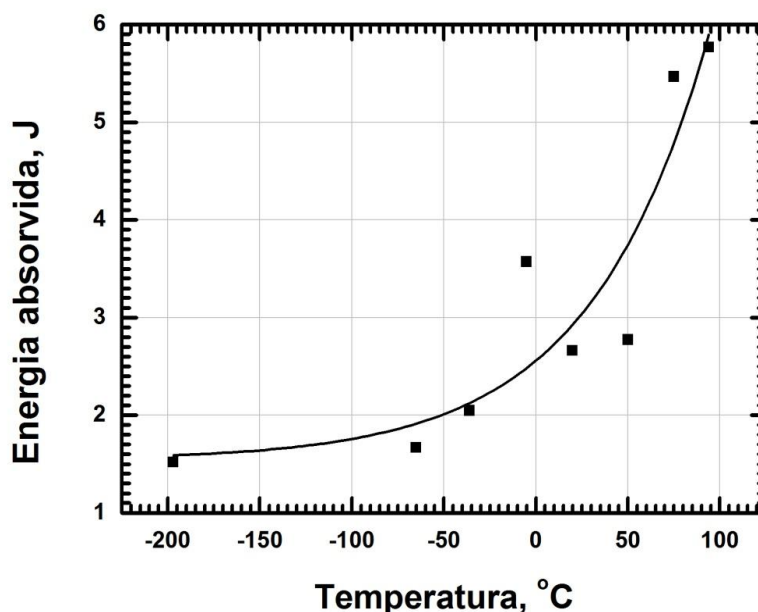
Liga	Equação
Ferro fundido bruto de fusão	$\sigma_v = 250,925 \varepsilon_v^{0,59}$
Ferro fundido nodular austemperado	$\sigma_v = 746,905 \varepsilon_v^{0,74}$

Fonte: Elaborado pelo autor

5.4.2 Análise de ensaio de impacto Charpy

A Figura 33 mostra a energia absorvida (J) obtida do ferro fundido nodular no estado bruto de fusão com a evolução da temperatura. Foi verificado que com o aumento da temperatura, principalmente acima de 0°C, a energia absorvida para fratura cresce. Esse crescimento, por sua vez, atinge resultados muito baixos em temperaturas de 100°C, evidenciando o comportamento frágil do ferro nodular em toda essa faixa de temperatura de ensaio (-196 até 100°C).

Figura 33 – Gráfico de energia absorvida (J) para as temperaturas de -196, -70, -30, 0, 20, 50, 70 e 100°C. do ferro fundido nodular bruto de fusão

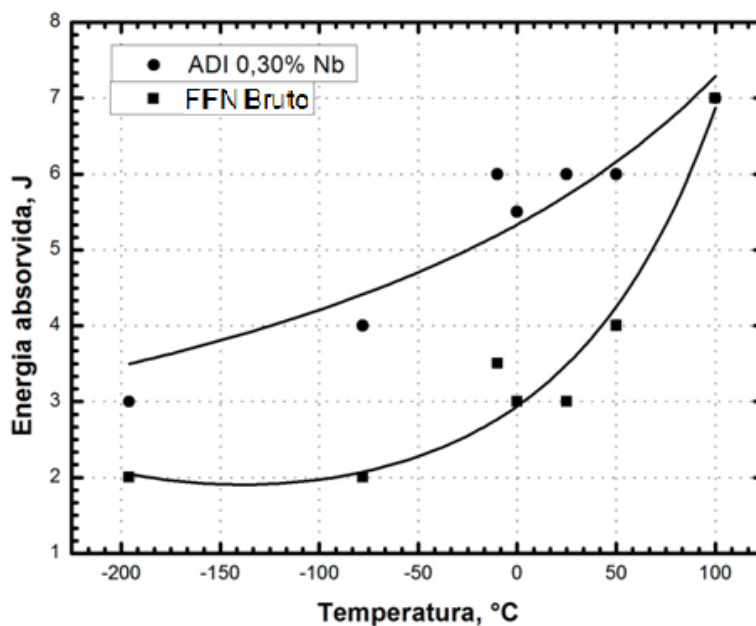


Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 34 mostra a energia absorvida (J) obtida do ferro fundido com adição de 0,30% de nióbio austemperado e bruto de fusão com a evolução da temperatura. O gráfico mostra que com o aumento da temperatura a energia absorvida aumenta tanto para o material austemperado quanto para o bruto de fusão. No caso da liga no estado bruto de fusão, a energia absorvida sai de valores próximos a 2J para a menor temperatura de -196°C e atinge 7J para temperatura de 100°C, sendo que

esse aumento é mais significativo nas temperaturas próximas a 0°C. Para a liga austemperada para -196°C a energia absorvida é de 3J, atingindo 7J para a maior temperatura ensaiada de 100°C, sendo que esse aumento também ocorre nas temperaturas próximas a 0°C, mas, de maneira menos significativa que a liga o material em seu estado bruto de fusão.

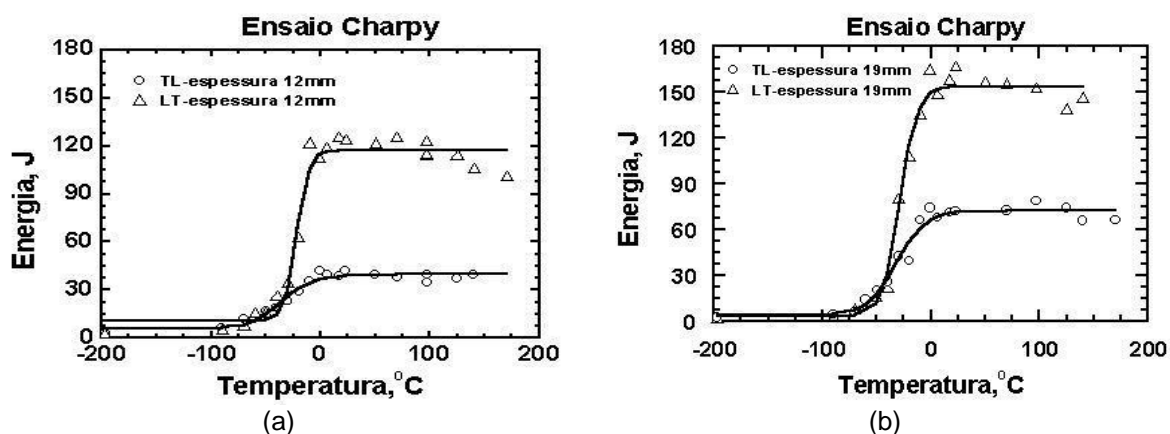
Figura 34 – Gráfico de energia absorvida (J) para as temperaturas de -196, -70, -30, 0, 20, 50, 70 e 100°C do ferro fundido nodular com adição de 0,30% de nióbio austemperado e bruto de fusão



Fonte: Elaborado pelo autor

O gráfico da Figura 34 mostra que o material austemperado teve uma maior absorção de energia que o bruto de fusão, mas ambos apresentaram um comportamento frágil, uma vez que 7J para temperaturas de 100°C é um valor muito baixo, o que pode ser comparado com os valores mostrados no gráfico da Figura 35, que apresenta resultados de Charpy para aços laminados.

Figura 35 – Gráfico de ensaio Charpy para aços laminados



Fonte: Araujo, 2009.

A Figura 36 mostra a superfície do ferro fundido nodular bruto de fusão após a fratura no ensaio de impacto Charpy na temperatura de 0°C.

Figura 36 – Superfície de fratura de corpo de prova após ensaio Charpy

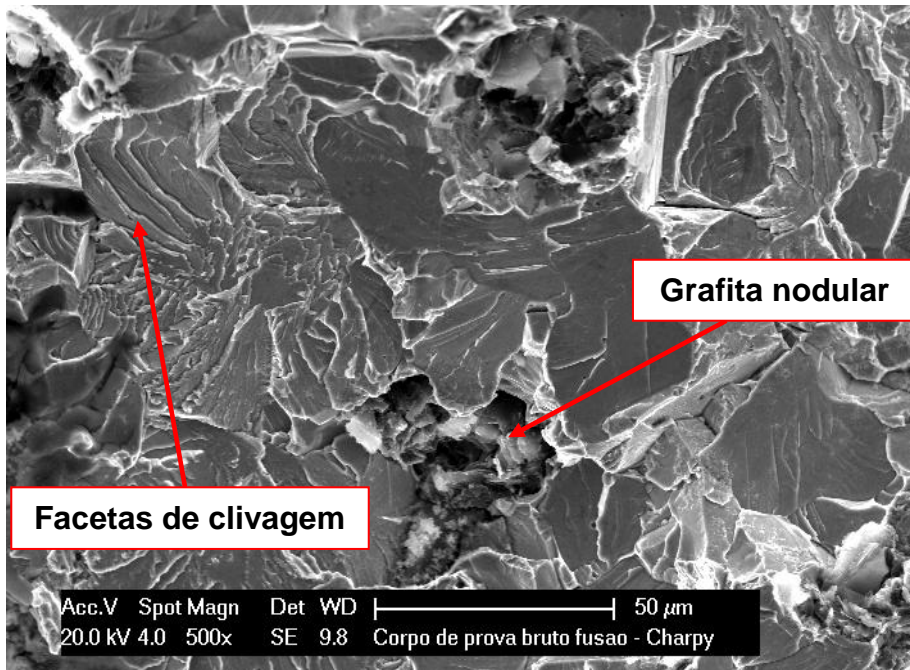


Fonte: Elaborado pelo autor

Com o auxílio do MEV (microscópio eletrônico de varredura) foi possível verificar o micromecanismo de fratura apresentado depois do ensaio de impacto. A Figura 37 e a Fonte: Elaborado pelo autor

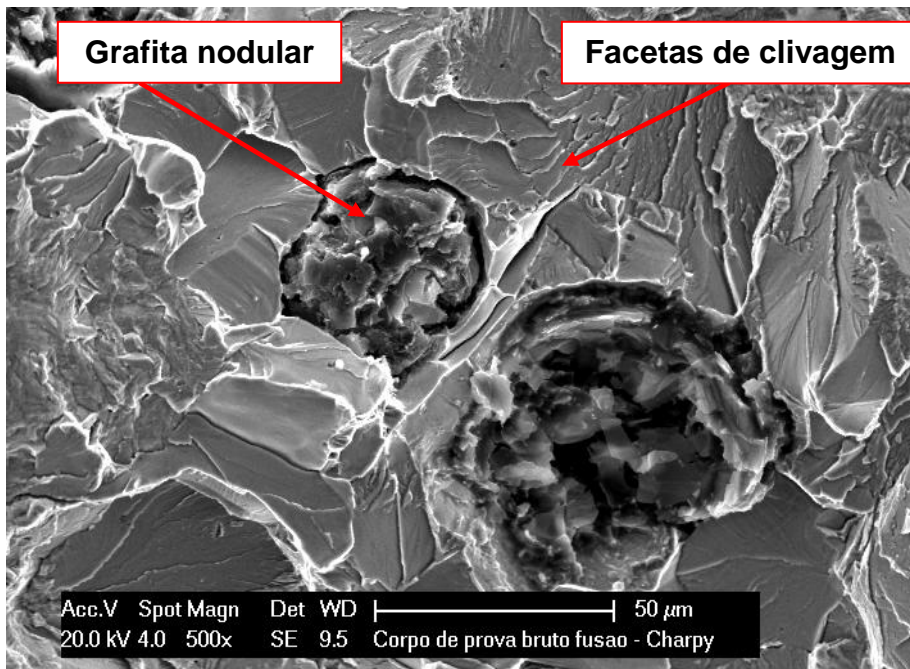
Figura 38 mostram o micromecanismo de fratura para as temperaturas de -196°C e 0°C , quando foi possível verificar presença de facetas de clivagem, evidenciando um aspecto frágil do material.

Figura 37 – Evidência do micromecanismo de fratura com aspecto frágil para a temperatura de -196°C



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 38 – Evidência do micromecanismo de fratura com aspecto frágil para a temperatura de 0°C



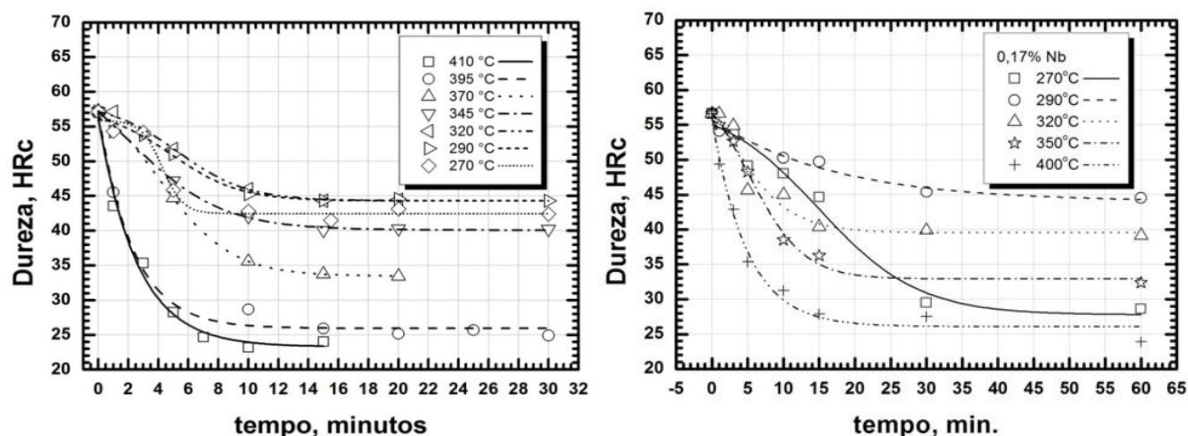
Fonte: Elaborado pelo autor

5.5 Levantamento das curvas fração transformada x tempo

As amostras de ferro fundido nodular foram austemperadas em várias temperaturas e tempos. Foram feitas oito medidas de dureza para cada temperatura e para cada tempo de austêmpera. Retirou-se, então, a média e o desvio padrão que são apresentadas no Apêndice A.

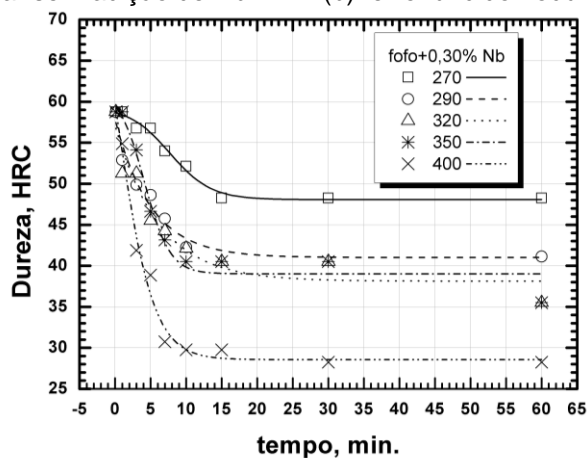
Com os dados de dureza obtidos, foi possível elaborar o gráfico da Figura 35, determinando-se os tempos de estabilização da dureza (100% de fração transformada). A Figura 39 mostra a evolução da dureza no ferro fundido nodular bruto de fusão com o tempo de austêmpera para as temperaturas de 270, 290, 320, 345, 370, 395 e 410°C.

Figura 39 – Evolução da dureza HRC com o tempo de austêmpera do ferro fundido nodular (a) sem adição de nióbio, (b) com adição de 0,17% de nióbio e (c) com adição de 0,30% de nióbio



(a) ferro fundido nodular sem adição de Nb

(b) ferro fundido nodular com adição 0,17% Nb



(c) ferro fundido nodular com adição 0,30% Nb

Fonte: Elaborado pelo autor

Para todos os materiais em estudo, observa-se que, para o tempo de 1 min nas diversas temperaturas de austempera, as durezas foram superiores a 50 HRC, sugerindo que nesse tempo só havia presença de austenita, que, no resfriamento, se transformou em martensita. A dureza dos materiais reduziram seus valores até atingir uma estabilidade, o que pode ser percebido nos gráficos da Figura 37, sendo que para todos os materiais tal fato ocorreu próximo ao tempo de 10 min. Apenas na temperatura de 270°C essa tendência não foi seguida para o ferro fundido e este material com adição de 0,17% de nióbio. A estabilização dos resultados de dureza pode evidenciar a transformação completa da austenita em ausferrita.

Adotando a premissa de que a dureza do material se correlaciona diretamente com os produtos transformados, calculou-se a fração transformada em diferentes tempos e temperaturas, utilizando-se a Equação 11.

$$y = \frac{h_o - h_i}{h_o - h_f} \quad (11)$$

em que,

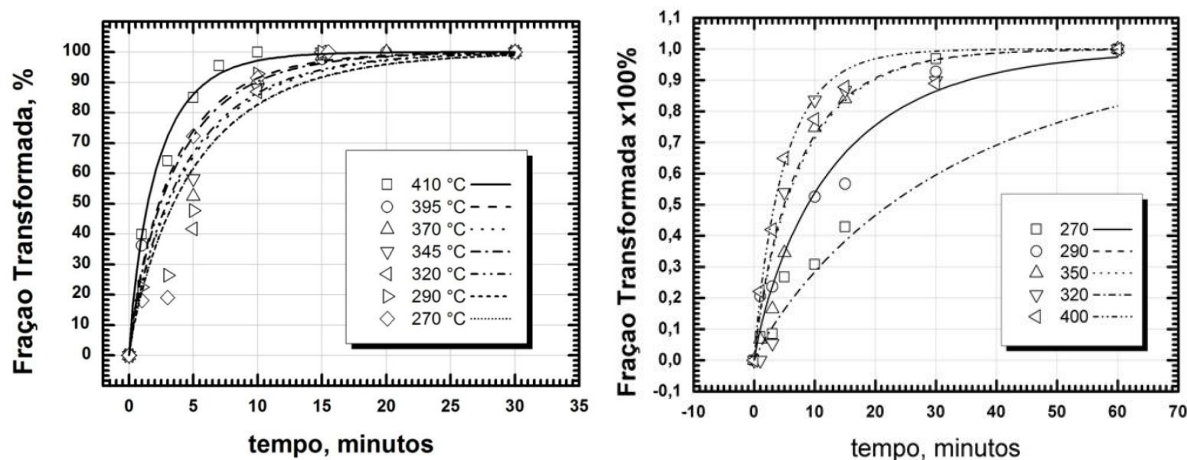
h_o : dureza inicial, após têmpera e manutenção na temperatura de austêmpera por 1 min;

h_i : dureza no tempo igual a "i" de manutenção na temperatura de austêmpera e têmpera em salmoura;

h_f : dureza após tempo de transformação total em bainita na temperatura de austêmpera.

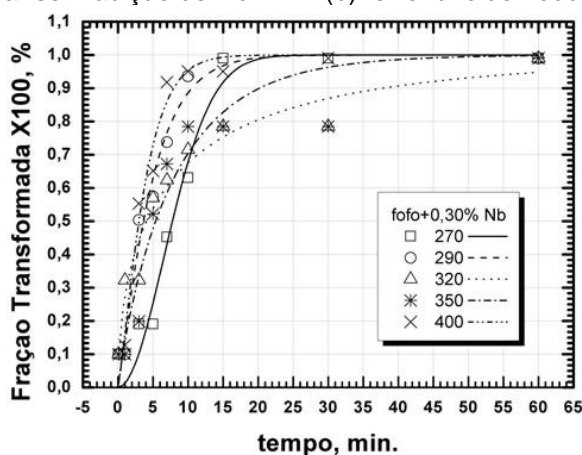
A partir do cálculo da fração transformada nas diferentes temperaturas de austêmpera e tempo de transformação, traçou-se a curva de fração transformada em decorrência do tempo de manutenção, conforme Figura 40.

Figura 40 – Evolução da fração transformada em função do tempo do ferro fundido nodular (a) sem adição de nióbio, (b) com adição de 0,17% de nióbio e (c) com adição de 0,30% de nióbio



(a) ferro fundido nodular sem adição de Nb

(b) ferro fundido nodular com adição 0,17% Nb



(c) ferro fundido nodular com adição 0,30% Nb

Fonte: Elaborado pelo autor

Foram determinados os valores de fração transformada em cada tempo para cada temperatura até a dureza de estabilização usando-se a Equação 11:

$$y = \frac{D_T - D}{D_T} \times 100 \quad (11)$$

em que:

y é a fração transformada, em %;

D_T é a dureza obtida no processo de têmpera;

D é a dureza obtida em determinado tempo de austêmpera.

Os resultados obtidos são apresentados na tabela do Apêndice A.

A equação de Avrami (Equação 12) apresenta a fração transformada em decorrência do tempo:

$$y = 1 - \exp (k * t^n) \quad (12)$$

em que:

y é a fração transformada;

k é

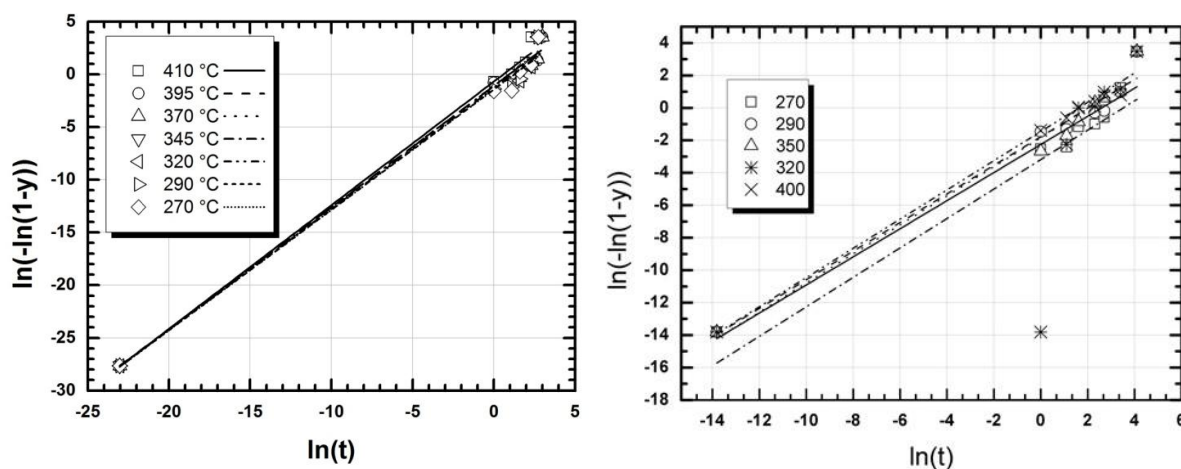
t é o tempo, em minutos;

n é o coeficiente de encruamento do material.

Para obtenção dos valores de fração transformada, linearizou-se a equação de Avrami (Equação 13). Com os dados obtidos por meio dessa equação, foi possível elaborar o gráfico de $\ln(t)$ versus $\ln(-\ln(1-y))$, mostrado na Figura 41.

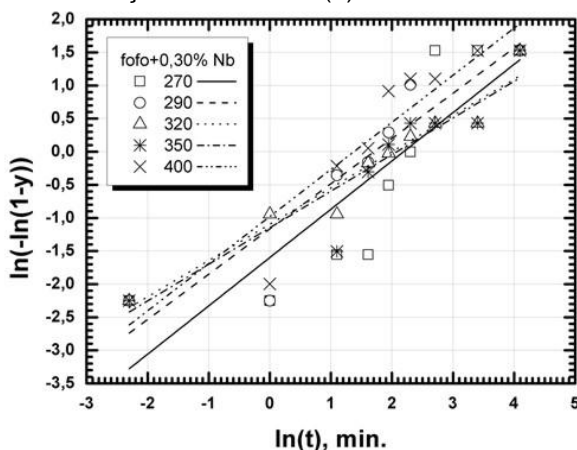
$$\ln(-\ln (1 - y)) = \ln(k) + n * \ln (t) \quad (13)$$

Figura 41 – Gráfico de $\ln(t)$ versus $\ln(-\ln(1-y))$ do ferro fundido nodular (a) sem adição de nióbio, (b) com adição de 0,17% de nióbio e (c) com adição de 0,30% de nióbio



(a) ferro fundido nodular sem adição de Nb

(b) ferro fundido nodular com adição 0,17% Nb



(c) ferro fundido nodular com adição 0,30% Nb

Fonte: Elaborado pelo autor

As equações das retas obtidas pela linearização da equação de Avrami estão representadas na Tabela 20.

Tabela 20 – Equações das retas linearizadas para cada temperatura

Temperatura (°C)	Equação da reta		
	ADI	ADI+0,17%Nb	ADI+0,30%Nb
410	$y = 0,8491x + 0,5703$	–	–
400	–	$y = 0,9858x + 0,9003$	$y = 0,97467x + 1,22776$
395	$y = 0,8645x + 0,9335$	–	–
370	$y = 0,8700x + 1,1522$	–	–
350	–	$y = 0,52286x + 0,90729$	$y = 0,90331x + 0,90732$
345	$y = 0,8625x + 0,9577$	–	–
320	$y = 0,8658x + 1,0924$	$y = 0,9705x + 0,89492$	$y = 0,94648x + 0,53973$
290	$y = 0,8689x + 1,2287$	$y = 0,9738x + 0,88142$	$y = 0,96576x + 1,12578$
270	$y = 0,8682x + 1,2305$	$y = 0,95153x + 0,86599$	$y = 0,96576x + 1,95209$

Fonte: Elaborado pelo autor

Os valores obtidos para k e n em cada uma das temperaturas são apresentados na Tabela 20.

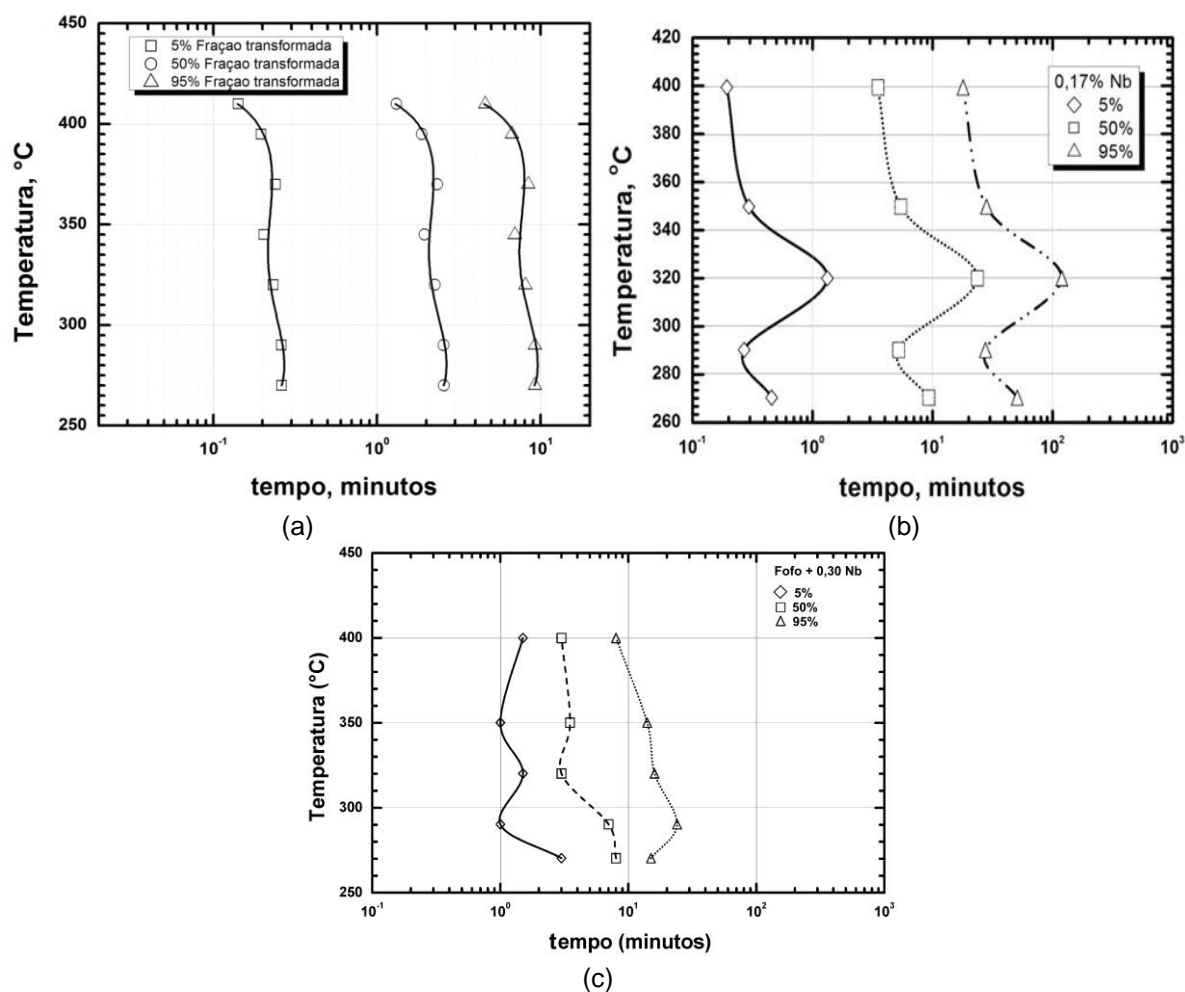
Tabela 21 – Valores de k e n calculados após a linearização da equação de Avrami

Temperatura (°C)	ADI		ADI+0,17%Nb		ADI+0,30%Nb	
	k	n	k	n	k	n
410	1,7688	0,8481	–	–	–	–
400	–	–	2,4603	0,9858	3,4136	0,97467
395	2,5434	0,8645	–	–	–	–
370	3,1651	0,8700	–	–	–	–
350	–	–	2,4776	0,52286	2,4777	0,90331
345	2,6057	0,8625	–	–	–	–
320	2,9814	0,8658	2,4471	0,9705	1,7155	0,94648
290	3,4168	0,8689	2,4143	0,9738	3,0826	0,96576
270	3,4229	0,8682	2,3774	0,95153	7,0434	0,96576

Fonte: Elaborado pelo autor

A partir dos valores de k e n foi possível calcular os tempos correspondentes para 5, 50 e 95% de fração transformada, para a construção das curvas Transformação x Tempo dos materiais. Na construção destas curvas, para o ferro fundido nodular bruto foram utilizadas as temperaturas 270, 290, 320, 345, 370, 395 e 410°C; e para os materiais com adição de nióbio, as temperaturas 270, 290, 320, 350 e 400°C. Essas curvas são mostradas na Figura 42.

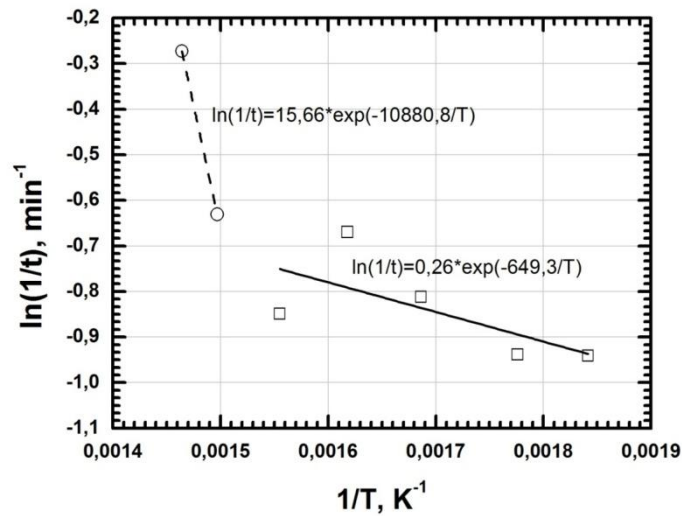
Figura 42 – Curva fração transformada x tempo para ferro fundido nodular (a) bruto sem adição nióbio, (b) com adição de 0,17% de nióbio e (c) adição de 0,30% de nióbio



Fonte: Elaborado pelo autor

Após obtenção do tempo de 50% de produto transformado nas temperaturas 320, 345 e 370°C, foi obtido o gráfico $\ln(1/t)$ em função de $1/T$, por meio do qual se calculou a energia de ativação decorrente da transformação austenita ausferrita (Figura 43).

Figura 43 – Evolução do $\ln(1/t)$ em função de $1/T$ para cálculo da energia de ativação, considerando 50% do produto transformado



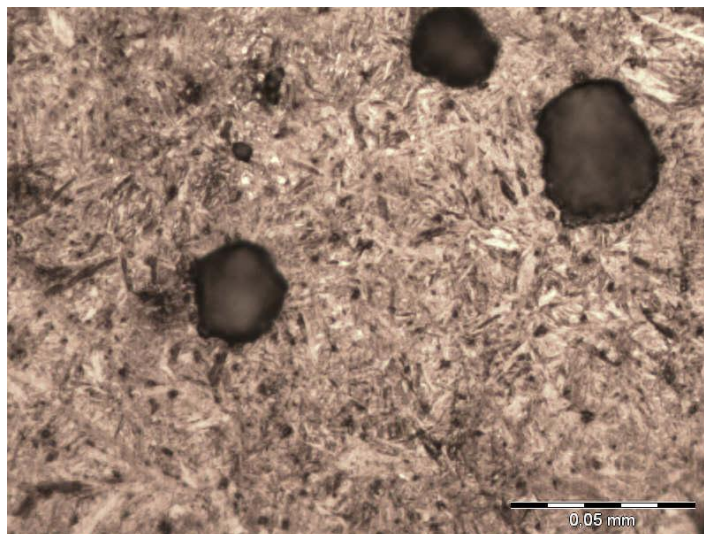
Fonte: Elaborado pelo autor

O valor encontrado da energia de ativação no intervalo de temperatura de 410 até 390°C foi próximo ao valor da energia de ativação para difusão do carbono na austenita, que evidencia ser este o mecanismo controlador da cinética da reação. Em temperaturas inferiores a 390°C esse valor da energia de ativação foi bem menor e igual $649,3 \times 1,987$ cal/mol, o que pode ser um reflexo da alteração do mecanismo controlador da reação austenita/ausferrita.

5.6 Análise metalográfica das amostras austemperadas

A Figura 44 mostra a estrutura da amostra austenitizada e resfriada a 320°C e mantido o tempo de 1 min, congelada em salmoura até a temperatura ambiente. Apresenta matriz constituída por martensita acicular e nódulos de grafita, pois o tempo foi insuficiente para iniciar a transformação ausferrítica. Nestas condições, o ADI apresenta estrutura frágil.

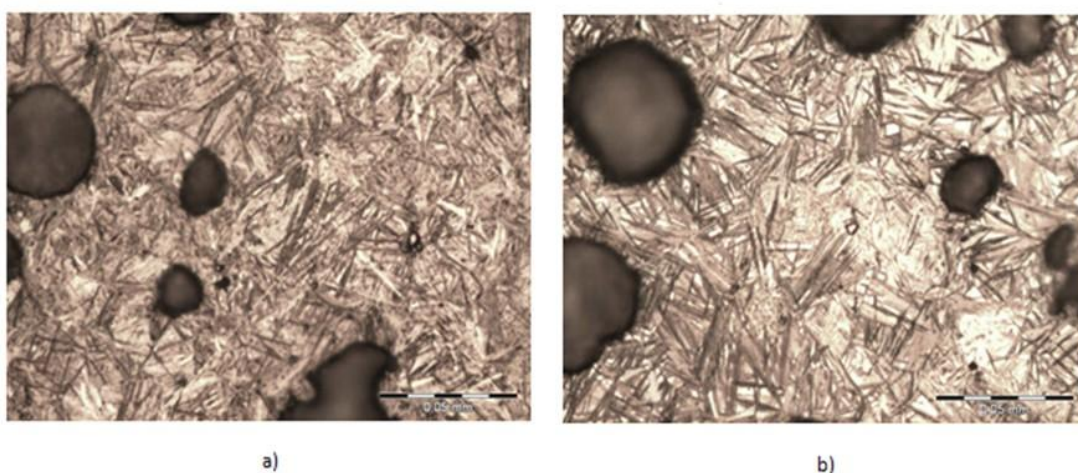
Figura 44 – Microestrutura da amostra austemperada com tempo de manutenção de 1 min



Fonte: Elaborado pelo autor

Em tempos crescentes de manutenção na temperatura de 320°C, foi possível verificar a transformação de fase do ADI com matriz do ferro nodular que possivelmente pode ser denominada como ausferrítica (ZHOU; ZHOU, 1993) e com fases aciculares, sendo, possível, observar também regiões claras, características de austenita retida (Figura 45 (a) e Figura 45 (b)).

Figura 45 – (a) Microestrutura da amostra austemperada com tempo de manutenção de 5 min. (b) Microestrutura da amostra austemperada com tempo de manutenção de 7 min

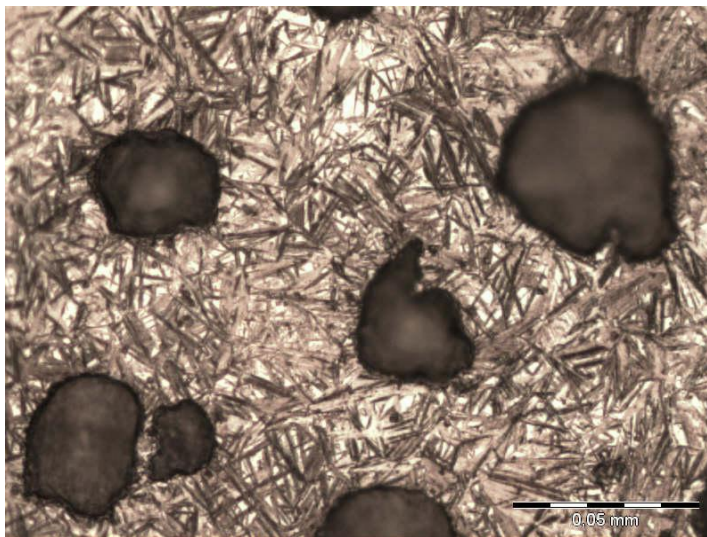


Fonte: Elaborado pelo autor

Quando o tratamento atinge um tempo superior a 10 min, a estrutura aparentemente começa a sofrer alterações dando indícios do início a uma possível formação de uma estrutura ausferrítica (Figura 46 e Fonte: Elaborado pelo autor

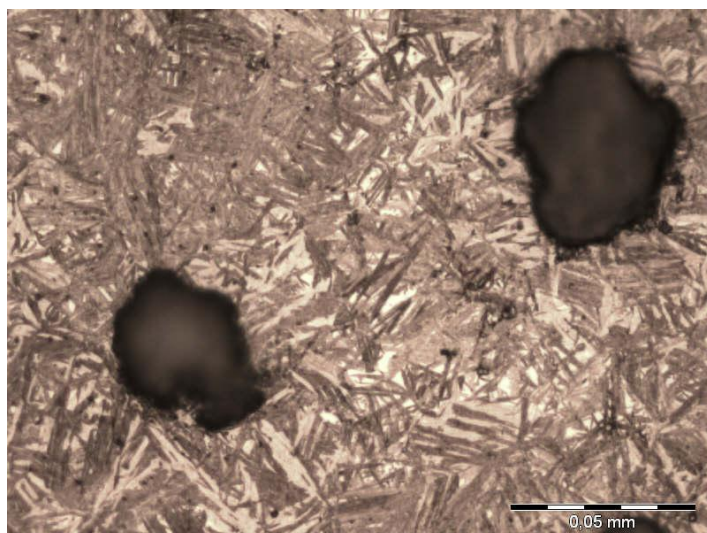
Figura 47). Aparentemente é possível observar que as regiões mais claras da microestrutura anterior já não estão presentes, retratando, possivelmente, uma transformação posterior da austenita.

Figura 46 – Microestrutura da amostra austemperada com tempo de manutenção de 15 min



Fonte: Elaborado pelo autor

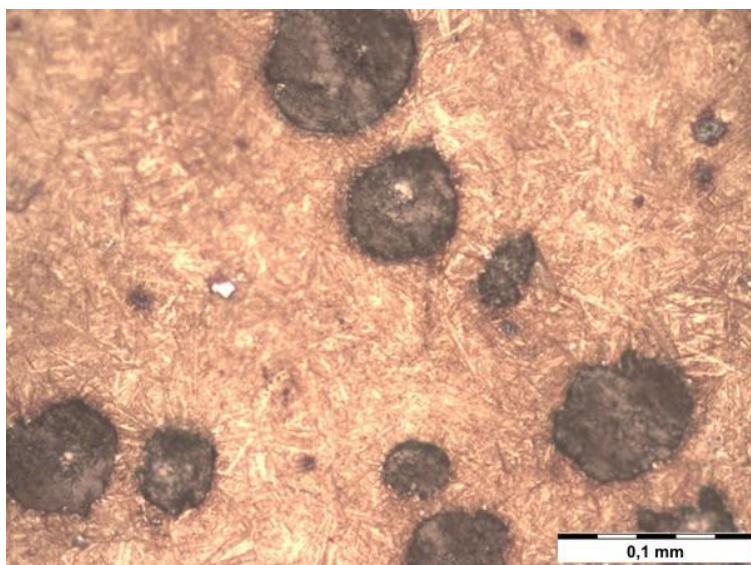
Figura 47 – Microestrutura da amostra austemperada com tempo de manutenção de 20 min



Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 48 mostra a microestrutura de uma amostra de ferro fundido nodular, com 0,17% de nióbio, temperada e que apresenta uma matriz martensítica em sua maioria e os nódulos de grafita. Podem-se observar regiões claras na microestrutura que podem ser austenita retida, em virtude do curto tempo de transformação, mas outros testes devem ser feitos para garantir tal afirmação.

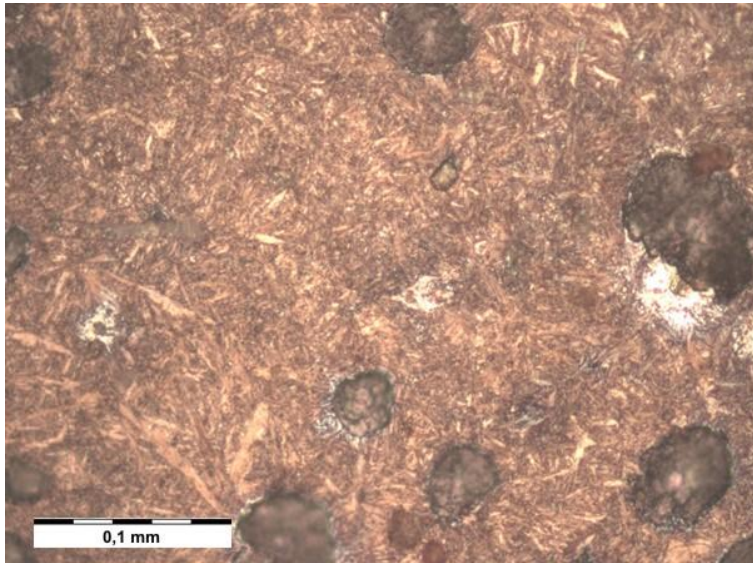
Figura 48 – Microestrutura da amostra temperada com 0,17% de nióbio em peso resfriada em salmoura a temperatura ambiente



Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 49 mostra a micrografia referente à amostra temperada da liga com 0,30% de nióbio, que também mostra a presença de martensita, grafita nodular e outra fase que se apresenta coloração mais clara. Comparando as Figuras 44, 45 e 46, evidencia-se que ambas apresentaram as mesmas fases microestruturais.

Figura 49 – Microestrutura da amostra temperada com 0,30% de nióbio em peso resfriada em salmoura a temperatura ambiente

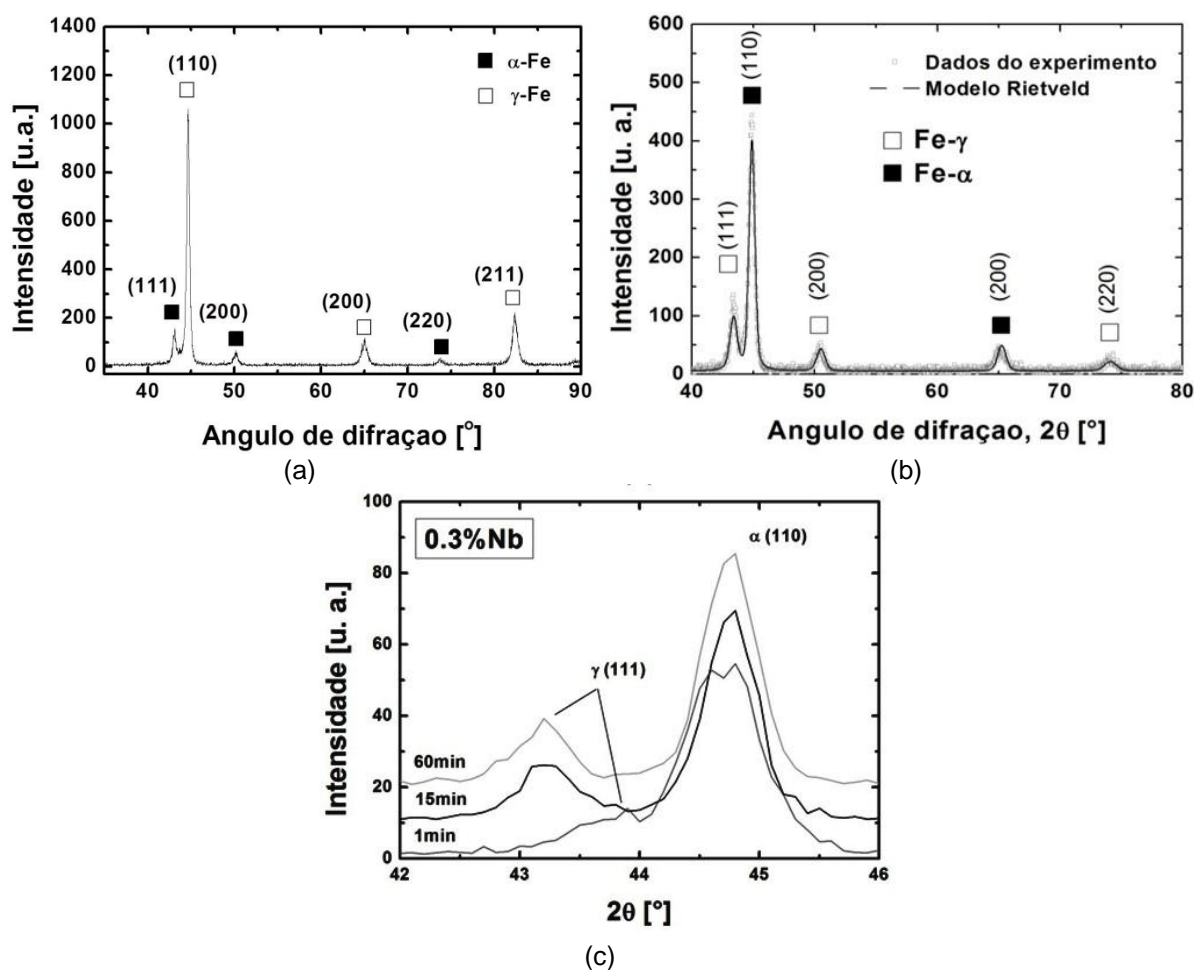


Fonte: Elaborado pelo autor

5.7 Ensaio de difração de raios X

Foi realizada análise quantitativa de fases por difração de raios X em amostras de ferro fundido nodular submetidas a tratamento de austêmpera a 320°C por tempos de 5 a 120 min e amostras de ferro fundida nodular com adição de 0,17% e 0,30% de nióbio submetidas ao tratamento de austêmpera por tempos ente 1 a 60 min. A análise foi realizada com uma fonte laboratorial de radiação Cu K α com resolução do ângulo de difração (2θ) igual a 0,02°. A análise quantitativa de fases foi feita por meio de refinamentos de Rietveld no *software* Maud versão 2.26 (LUTTEROTTI; MATTHIES; WENK, 1999). A identificação das fases é apresentada na Figura 50.

Figura 50 – Principais fases presentes no ferro fundido nodular (a) austemperado por 120 min, (b) com adição de 0,17% de nióbio austemperado por 15 min, (c) com adição de 0,30% de nióbio austemperado por 1,15 e 60 min



Fonte: Elaborado pelo autor

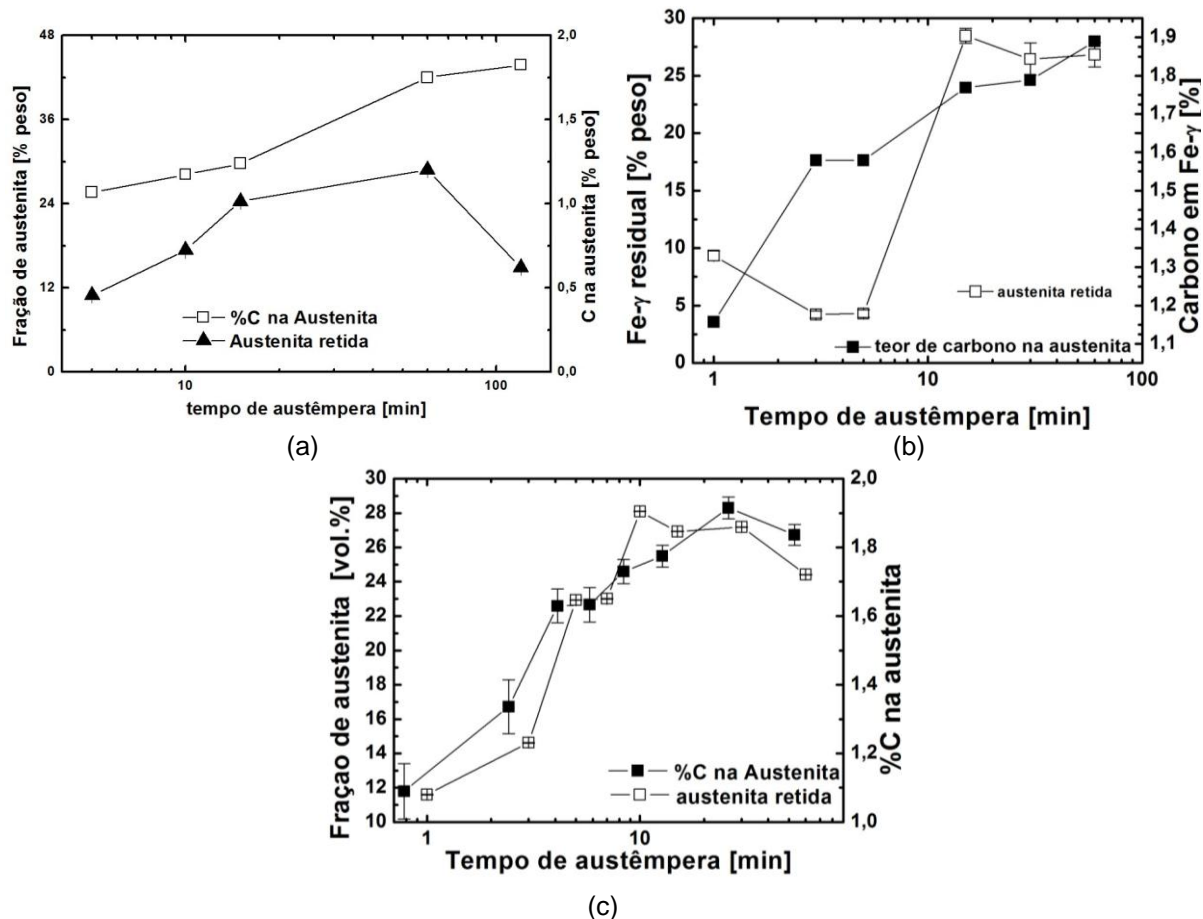
Na Figura 50 (c) referente às amostras com adição de 0,30% de nióbio são apresentados detalhes do espectro de difração de amostras austemperadas por 1 min, 15 min e 60 min de ferro fundido nodular contendo 0,3%Nb. Na sequência de difractogramas, duas tendências podem ser observadas. Observa-se que aumentando o tempo de austêmpera de 1 min para 15 min, a reflexão correspondente aos planos (111) do Fe- γ desloca-se para a esquerda, sinalizando um aumento de tamanho do reticulado cristalino CFC. Também se pode perceber que a intensidade do pico (111) da fase γ aumenta com o tempo de austêmpera, indicando expansão da fração volumétrica de austenita. Essa tendência de aumento da intensidade dos picos de difração persiste até o tempo final de 60 min.

O teor de carbono dissolvido na austenita foi determinado por meio da variação do parâmetro celular da estrutura do Fe CFC (“a”), segundo a relação abaixo (DARWISH, 1993), equação 15.

$$\%C = \frac{(\alpha - 3,548)}{0,044} \quad (14)$$

Os resultados das análises das ligas austemperadas são representados na Figura 51. Todas as ligas mostraram que para tempos de austêmpera curtos, inferiores a 10 min, ocorre formação limitada de ferrita/martensita, e não há enriquecimento suficiente de carbono na austenita para possibilitar que ela permaneça estável após o resfriamento até a temperatura ambiente. Para maiores tempos de tratamento, o teor de carbono em dissolvido na austenita aumenta, produzindo maior fração em peso de austenita. Em todas as ligas esse efeito pode ser observado para tempos de austêmpera de até 60 min, para os quais há aumento da fração de austenita e do teor de carbono nesta microestrutura. No caso do ferro fundido nodular austemperado sem liga começa haver formação de ferrita na temperatura de austêmpera no tempo de 120 min, o que implica em menor teor de austenita primária presente no material que se mantém na estrutura final.

Figura 51 – Fração de austenita retida e carbono dissolvido na austenita em função do tempo de austêmpera no ferro fundido nodular (a) austemperado por 120 min, (b) com adição de 0,17% de nióbio austemperado por 15 min, (c) com adição de 0,30% de nióbio austemperado por 1,15 e 60 min



Fonte: Elaborado pelo autor

A difração de raios X mostra que a tendência de aumento da fração de austenita retida e o teor de carbono nela dissolvido se mantêm com o aumento do tempo de austêmpera, o que indica que a *janela de processamento* (DARWISH, 1993) para as ligas com 0,17 e 0,30% de nióbio é de pelo menos 60 min. Permite observar, também, que não foram reveladas outras fases que não fossem formas alotrópicas do ferro, o que não significa que não haja grafita ou carbonetos presentes no material, pois os reflexos de grafita são muito fracos comparados aos das fases do ferro (HERNADEZ-RIVERA; CAMBRANIS; GARZA, 2011).

6 CONCLUSÕES

Após análises dos resultados obtidos, pode-se concluir:

- a) A produção de ferro fundido nodular com incorporação de nióbio, com rendimento entre 56 a 60%, é possível, a partir da adição de ferronióbio com granulometria de 2 a 6 mm, em forno elétrico à indução a temperatura de 1490 a 1.500° C.
- b) As propriedades mecânicas do ferro fundido nodular austemperado, (resistência à tração/ escoamento) foram superiores quando comparado com ferro fundido nodular bruto de fusão.
- c) Não se verificou uma grande elevação na propriedade mecânica resistência ao impacto quanto comparado os resultados de ferro fundido austemperado ligado com nióbio e, ferro fundido nodular no estado bruto de fusão.
- d) Verificou-se que no ferro fundido austemperado com adição de nióbio, houve um aumento no tempo para obtenção de 50% de fração transformada, visto no gráfico de fração transformada x tempo construído.
- e) Os resultados de DRX mostraram coerência com as análises metalográficas e os resultados de fração transformada para as ligas estudadas.

7 SUGESTÃO PARA FUTUROS TRABALHOS

Com base na análise dos dados obtidos, sugere-se o tema para trabalhos futuros:

- a) Estudo da influência da alteração da velocidade de solidificação nas propriedades mecânicas das ligas em ferro fundido nodular sem nióbio e ligado ao nióbio, comparadamente com resultados de simulação nas mesmas condições em simulador Magmasoft.

REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM A 247**. Standard Test Method for Evaluating the Microstructure of Graphite in Iron Castings ASTM Standards. ASTM International, West Conshohocken, PA, 1998.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM A 536**. Standard Specification for Ductile Iron Castings. Annual Book of ASTM Standards. ASTM International, West Conshohocken, PA, 1984.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 23/96**. Standard Methods for Notches Bar Impact Testing of Metallic Materials. Annual Book of ASTM Standards. ASTM International, West Conshohocken, PA, 1996.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 8M-95a**. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. Annual Book of ASTM Standards. ASTM International, West Conshohocken, PA, 1995.

ARAÚJO, L. A. **Manual de siderurgia**. São Paulo: Arte e Ciência, 2009. v. 1.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE FUNDIÇÃO. **Guia Abifa de fundição**. São Paulo, 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORAMS TÉCNICAS. **ABNT/NBR 691/1981**. Ferro fundido nodular com grafita esferoidal, 1981.

BAHMANI, M.; ELLIOT R. The relationship between fatigue strength and microstructure in Austempered Cu-Ni-Mn-Mo alloyed ductile iron. **Journal of Materials Science**, v. 32, n. 20, p. 5383–5388, 1997.

BHADESHIA, H. K. **Bainite in steels**. 2. ed. London: IOM Communications, 2001.

BROWN, JOHN R. **Foseco Ferrous Foundryman's Handbook**. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2000.

CALLISTER, W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 5. ed. São Paulo: LTC, 2002. p. 203–205.

CHAVES FILHO, L. M.; PIESKE, A.; CASTRO, C. P. **Avaliação do comportamento de alguns inoculantes para ferros fundidos cinzentos**. Joinville: Sociedade Educacional Tupy, 1981.

CHRISTIAN, J. W. **Phase transformations in metals and alloys – an introduction**. In: **Phase transformations**, v. I, p. 1–14. London: The Chameleon Press, 1978.

CHUZHOUY, L.; PERSHING, M. A.; BILTGEN, G. L.; GUO, X. A mechanical properties model for ductile iron. **American Foundrymen's Society Transactions**, p. 321–324, 1997.

DARWISH, N. Austempering of low manganese ductile irons. Part 2: Influence of austenitising temperature. **Mater Sci Tech**, v. 9, p. 586–602, 1993.

DWYER, Z. B.; GRIFFIN, R. D.; BATES, C. E. Defects in ductile iron castings. **American Foundrymen's Society Transactions**, p. 82–87, 1996.

ECOB, C. M. **Review of common metallurgical defects in ductile cast iron**. Elkem Technical Information Sheets, Elkem Foundry Products, Kristiansand, Norway, 1988.

FERREIRA, José M. G. de Carvalho. **Tecnologia da fundição**. Lisboa, Portugal: Fundação Calouste Gulbenkian, 2010.

FERRER, M. H. **Estudos das transformações de fase de aços TRIP ao Si-Mn microligados com Nb**. São Paulo, SP, 238p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

FONSECA SOUZA, Tânia Nogueira. **Produção e caracterização física e mecânica de ferros fundidos nodulares e ferros fundidos nodulares austemperados**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), Minas Gerais, 2012.

GHADERI, A. R. Effect of graphite morphologies on the tribological behavior of austempered cast iron. **Wear**, v. 255, p. 410–416, 2003.

GOMES, O. F. M.; PACIORNIK, S. **Automatic classification of graphite in cast iron – Microscopy and microanalysis**. v. 11, p. 363–371, 2005.

GUESSER, W. L. **Propriedades mecânicas dos ferros fundidos**. São Paulo: Editora Blucher, 2009. ISBN: 978-85-212-0501-2.

GUO, X.; STEFANESCU, D. M. Solid phase transformation in ductile iron – a benchmark for computational simulation of microstructure, **American Foundrymen's Society Transactions**, p. 533–543, 1997.

HAMID, A. A. S.; ELLIOTT, R. Influence of austenitizing temperature on austempering of Mn-Mo-Cu alloyed ductile iron part 1: Austempering kinetics and the processing window. **Materials Science and Technology**, v. 12, p. 1021–1031, 1996

HAMID, A. A. S.; ELLIOTT, R. Influence of austenitizing temperature on

austempering of on Mn-Mo-Cu alloyed ductile iron – Part 2: Mechanical properties. **Materials Science & Technology**. v. 13, n.1, p. 24-30, 1997.

HAYRYNEN, K. L.; BRANDENBERG, K. R. **Agricultural applications of austempered ductile iron**. World Conference on ADI. U.S.A, p. 135–142, 2002.

HEINZ, K. **Microstructure and wear of materials**. New York: Elsevier Science, 1987.

HUERTA, E.; POPOVSKI, V. **Study of hold time, fade effects and microstructure in ductile iron, proceeding of the AFS cast iron inoculation conference**. Illinois: Schaumburg, 2005.

INTERNATIONAL ORGANIZATION STANDARDIZATION. **ISO 945:1975**. Cast iron – Designation of microstructure of graphite, Geneva, 1975.

ITALMAGNÉSIO NORDESTE, S.A. **Boletim técnico**, revisão 4, Brasil, 2005.

KARSAY, S. I. Ductile Iron – production and practice. **American Foundry Society**, USA, 1985.

KIM, Y. J.; SHIN, H.; PARK, H.; LIM, J. D. Investigation into mechanical properties of austempered ductile iron (ADI) in accordance with austempering temperature. **Materials Letters**, v. 62, n. 3, p. 357–360, 2008.

KLOCKE, F.; KLÖPPER, C. **Machinability characteristics of austempered ductile iron (ADI)**. World Conference on ADI. U.S.A, p. 73–82, 2002.

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

LENER, Y. S.; KINGSBURY, G. R. Wear resistance properties of austempered ductile iron. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 7, n. 1, p. 48–52, 1998.

LIN, C. K.; LAI, P. K.; SHIH, T. S. Influence of microstructure on the fatigue properties of austempered ductile iron – I – high-cycle fatigue. **Journal of Fatigue**, v. 18, n. 5, p. 297–307, 1996.

LIN, S. C.; LUI, T. S.; CHEN, L. H. Effect of matrix structure on resonant failure of SG cast irons. **American Foundrymen's Society Transactions**, p. 753–756, 1997.

LOURENÇO, O. R. **Influência da porosidade sobre o comportamento mecânico de ferro sinterizado quando submetido a ensaios de impacto**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 1999.

LUTTEROTTI, L.; MATTHIES, S.; WENK, H. R. **Maud (material analysis using diffraction)**: a user friendly java program for rietveld texture analysis and more proceeding of the Twelfth International Conference on Textures of Materials (Icotom-12), v. 1, 1599, 1999.

MALLIA, J.; GRECH, M.; SMALLMAN, R. E. Effect of silicon content on transformation kinetics of austempered ductile iron. **Materials Science and Technology**, v. 14, n. 5, p. 452–460, 1998.

MULLINS, J. D. **Ductile iron date**. Section IV – austempered ductile iron. Montreal: Sorelmetal Technical Service, 1990.

OLSEN, S. O; SKALAND, T., HARTUNG, C. **Inoculation of grey and ductile iron**: a comparison of nucleation sites and some practical advises. Turkey: World Foundry Congress, 2004.

ONSOIEN, M. I.; GRONG, O.; RORVIK, G.; NORDMARK, A.; SKALAND, T. Design and development of treatment alloys for ductile cast iron. **International Journal Cast Metals Research**, v. 10, 1997.

ONSOIEN, M. I.; GRONG, O.; SKALAND, T.; JORGENSEN, K. Mechanisms of graphite formation in ductile cast iron containing rare earth metals. **Materials Science and Technology**, v. 15, March 1999.

PRASAD, R. P.; PUTATUNDA, S. K. Influence of microestructure on fractures toughness of austempered ductile iron. **Metallurgical and Materials Transactions**, v. 28A, n. 7, p. 1457–1470, 1997.

PRASAD, R. P.; PUTATUNDA, S. K. Investigations on the fracture toughness of austempered ductile irons austenitizada at diferent temperatures. **Material Science and Engineering**, v. 349, n. 1, p. 136–149, 2003.

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**. v. 315, p. 70–80, 2001.

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 & Engineering**, v. 315A, n. 1, p. 70–80, 2001.

PUTATUNDA, S. K. Development of austenite free ADI (austempered ductile cast iron). **Materials Science and Engineering**, v. 435–436, n. 5, p. 112–122, 2006.

PUTATUNDA, S. K.; JIANGHUAI, Y. Effect of microstructure on abrasion wear

behavior of austempered ductile cast iron (ADI) processed by a novel two-step austempering process. **Materials Science and Engineering**. v. 406, p. 217–228, 2005.

RIOS, P. R.; PADILHA, A. F. **Transformações de fase**. São Paulo: Artliber, p. 1070–117, 2007.

RODRIGUES, A. **Influência dos elementos de liga Cu-Ni-Mo nas propriedades mecânicas e na austemperabilidade do ADI**. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade de São Paulo, p. 29, São Paulo, 2009.

RONG, Z. Development and characterization of a wear resistant bainite/ martensite ductile iron by combination of alloying and a controlled cooling heat-treatment. **Wear**, v. 250, n. 1–12, p. 529–534, 2001.

SANTOS, A. B. S.; CASTELLO BRANCO, C. H. **Metalurgia dos ferros fundidos cinzentos e nodulares**. São José dos Campos: Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT), 1989.

SILVA, C. **Influência do número de nódulos de grafita nas propriedades mecânicas do ferro fundido nodular austemperado**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2005.

SILVA, C. S. **Balanço mineral brasileiro: nióbio**. Brasília, 2001.

SILVA, D. **Caracterização microestrutural e mecânica de um ferro fundido nodular austemperado**. Joinville, SC, 92p. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso em Engenharia Mecânica) – Instituto SuperiorTupy, Joinville, 2006.

SILVA, R. C. S. C. **Dissolução de ferronióbio em ferro fundido**. 2000. 75 f. Dissertação (Mestrado) – Curso de Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000.

SKALAND, T. **A new method for chill and shrinkage control in ladle treated ductile iron** – Keith Millis Symposium on Ductile Iron, Las Vegas, 2003.

SKALAND, T. **A new method for chill and shrinkage control in ladle treated ductile iron**. Elkem Technical Information Sheets, Elkem Foundry Products, Kristiansand, Norway, 1999.

SKALAND, T. **Developments in cast iron metallurgical treatments**. Elkem Technical Information Sheets, Elkem Foundry Products, Kristiansand, Norway, 2001a.

SKALAND, T. **Ductile iron shrinkage control through graphite nucleation and growth**. Elkem Technical Information Sheets, Elkem Foundry Products,

Kristiansand, Norway, 2002.

SKJEGSTAD, N. T.; SKALAND, T. **Inoculation of grey and ductile Iron**. Bombay Foundry Congress, Indian, 24–25 May, 1996.

SKJEGSTAD, N. T.; SKALAND, T. **Inoculation of grey and ductile iron – a comparison of nucleation sites and some practical advises**. Bombay Foundry Congress, Indian, 24–25 May, 1996a.

SORELMETAL. **Ductile iron data for design engineer**, Ductile Iron Society, 1990. Disponível em: <<http://www.ductile.org/didata/default.htm>> Acesso em: 2011.

STACHOWIAK, G. W.; BATCHERLOR, A. W. **Engineering tribology**. Amsterdam: Elsevier Science Publishers B. V., 1993.

STRAFFELINI, Giovanni. Ductility of materials whit ferritic matrix. **Material Science and Engineering**, A 342, p. 251–257, 2003.

TORRE, JORGE. **Manual prático de fundição**. São Paulo: Hermus Livraria, Distribuidora e Editora, 2004.

TYLCZAK, J. H. **Abrasive wear**. ASM Handbook, ASM International, Materials Park, OH, USA, v. 18, p. 185–190, 1992.

YAMAMOTO, S. A proposed theory of nodularization of graphite in cast irons. **Metal Science**, 1975.

YANG, J.; PUTATUNDA, S. K. Near threshold fatigue crack growth behavior of austempered ductile cast iron (ADI) processed by a novel two-step austempering process iron (ADI). **Materials Science and Engineering**, v. 393 p. 254–268, 2005.

ZHOU, W. S.; ZHOU, Q. D. Lubricated sliding and rolling wear of austempered ductile iron. **Wear**, v. 162–164, n. 2, p. 696–702, 1993.

ZIMBA, J.; SIMBI, D. J.; NAVARA, E. Austempered ductile iron: an alternative material for earth moving components **Cement & Concrete composites**, v. 25, n. 6, p. 643–649, 2003.

APÊNDICE A – MEDIDAS DE DUREZA NAS DIVERSAS TEMPERATURAS E TEMPOS DE AUSTÊMPERA

(Continua)

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	Bruto de fusão		ADI+0,17%		ADI+0,30%		
		Dureza Média (HRc)	Desvio padrão (HRc)	Dureza Média (HRc)	Desvio padrão (HRc)	Dureza Média (HRc)	Desvio padrão (HRc)	
Têmpera	0	57,1	0,6	57,1	2,4	58,8	2,2	
	1	43,6	2,0	–	–	–	–	
	3	35,3	0,9	–	–	–	–	
	410	5	28,3	0,6	–	–	–	–
		7	24,7	0,7	–	–	–	–
		10	23,2	1,0	–	–	–	–
		15	24,0	0,5	–	–	–	–
400	1	–	–	49,4	3,9	54,9	0,4	
	3	–	–	42,9	2,4	41,9	1,0	
	5	–	–	35,4	1,4	38,9	1,5	
	10	–	–	31,3	3,1	30,8	2,4	
	15	–	–	27,9	1,2	29,8	0,9	
	30	–	–	27,5	1,6	29,8	2,3	
	60	–	–	23,9	1,6	28,3	1,4	
395	1	45,6	0,8	–	–	–	–	
	10	28,7	7,3	–	–	–	–	
	15	25,9	0,9	–	–	–	–	
	20	25,2	0,8	–	–	–	–	
	25	25,7	1,3	–	–	–	–	
	30	24,9	0,4	–	–	–	–	
370	1	57,2	0,4	–	–	–	–	
	5	44,7	0,5	–	–	–	–	
	10	35,6	1,9	–	–	–	–	
	15	33,8	0,8	–	–	–	–	
	20	33,5	0,7	–	–	–	–	
350	1	–	–	55,0	5,4	54,1	1,4	
	3	–	–	52,6	1,5	46,6	1,6	
	5	–	–	48,3	1,0	43,1	0,8	
	7	–	–	–	–	40,5	0,5	
	10	–	–	38,5	1,8	40,5	0,6	
	15	–	–	36,3	1,6	40,5	0,5	
	30	–	–	21,3	3,6	35,5	3,1	
	60	–	–	32,4	3,8	35,5	2,2	
345	1	57,1	0,9	–	–	–	–	
	5	47,2	0,5	–	–	–	–	
	10	42,1	0,7	–	–	–	–	
	15	40,1	0,6	–	–	–	–	
	20	40,3	0,4	–	–	–	–	
	30	40,2	0,6	–	–	–	–	

		(Conclusão)					
320	1	57,1	2,3	57,1	1,9	51,3	0,9
	3	–	–	56,3	1,5	45,5	3,0
	5	51,8	1,5	48,5	1,5	44,3	0,9
	–	–	–	–	–	42,1	1,1
	10	46,0	0,4	43,8	3,8	40,5	0,7
	15	44,3	0,2	43,3	1,7	40,5	1,3
	20	44,5	0,3	–	–	–	–
	30	–	–	42,8	2,1	35,5	0,8
	60	–	–	41,1	3,8	40,3	0,5
290	1	54,3	0,7	54,1	2,6	52,9	2,9
	3	53,8	0,5	53,8	3,4	49,9	1,5
	5	51,0	0,4	28,8	2,4	48,6	1,3
	7	–	–	–	–	45,8	1,6
	10	45,3	0,4	50,3	1,3	42,3	1,7
	15	44,3	0,5	49,8	1,2	44,8	1,3
	20	44,6	0,3	45,4	1,9		
	30	44,3	0,4	44,5	4,1	38,8	1,9
	60	–	–	54,1	2,6	41,1	2,2
270	1	54,3	1,2	54,5	1,6	58,8	0,5
	3	54,2	1,6	54,3	2,7	56,8	1,0
	5	45,8	1,5	49,1	2,5	56,8	1,2
	7	–	–	–	–	54,0	1,9
	10	42,8	0,7	48,0	2,1	52,1	1,1
	15	41,5	0,9	44,6	0,9	48,3	2,4
	20	43,1	1,3	–	–	–	–
	30	42,4	1,0	29,5	3,6	48,3	2,3
	60	–	–	28,6	5,3	48,3	0,7

Fonte: Elaborado pelo autor.