

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE - FURG
ESCOLA DE ENGENHARIA - EE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA - PPMec

RODRIGO JORGE MACEDO

**ANÁLISE COMPORTAMENTAL DO FERRO FUNDIDO NODULAR
SUBMETIDO AO TRATAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA E
PARTIÇÃO**

RIO GRANDE

2018

RODRIGO JORGE MACEDO

**ANÁLISE COMPORTAMENTAL DO FERRO FUNDIDO NODULAR
SUBMETIDO AO TRATAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA E PARTIÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande, como requisito parcial para obtenção do Título de Mestre em Engenharia de Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Jorge Luís Braz Medeiros

RIO GRANDE

2018

RODRIGO JORGE MACEDO

**ANÁLISE COMPORTAMENTAL DO FERRO FUNDIDO NODULAR
SUBMETIDO AO TRATAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA E PARTIÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande, como requisito parcial para obtenção do Título de Mestre em Engenharia de Mecânica.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Jorge Luiz Braz Medeiros
Orientador
Universidade Federal do Rio Grande - FURG

Prof. Dr. Luciano Volcanoglo Biehl
Avaliador Interno
Universidade Federal do Rio Grande - FURG

Prof. Dr. Vinícius Martins
Avaliador Externo
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Sul-rio-grandense - IFSUL

Dedico este trabalho ao meu mestre e grande amigo, Prof. Luís Alberto Vasconcelos Brauner, "In Memoriam", pelo suporte e o exemplo que sempre me foi dado.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à Universidade Federal do Rio Grande – FURG, à Escola de Engenharia - EE, ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica – PPMec e a CAPES pela oportunidade e incentivo para a realização deste trabalho.

Ao Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Rio Grande do SUL – IFRS, em especial a toda equipe do curso Técnico de Fabricação Mecânica que disponibilizaram o material para as amostras e toda a estrutura física dos laboratórios para a realização dos ensaios necessários para este trabalho.

Ao meu orientador Prof. Dr. Jorge Luis Braz Medeiros pela disponibilidade de sempre, pelos ensinamentos além da academia e pela confiança depositada.

Ao coordenador do PPMec, Prof. Dr. Luciano Volcanoglo Biehl, pelo acolhimento e disponibilidade para resolver os problemas administrativos.

À minha esposa Cláudia Pedroso Macedo, obrigado pelo carinho, paciência e por sua capacidade de me trazer paz durante a correria desta pós-graduação.

À minha mãe Rosângela Zibetti Jorge, por sua capacidade de acreditar e investir na minha educação. Mãe, seu cuidado e dedicação foram o combustível que me fizeram seguir em frente nos momentos difíceis.

Aos meus irmãos Tatiane e Fabiano por acreditarem no meu potencial e incentivarem sempre.

Aos meus alunos Luan Antiqueira e Matheus Rocha pelo apoio na usinagem dos corpos de provas e execução dos ensaios.

Aos técnicos de laboratório Rudmar Krumreick e Caroline Pires Ruas do CEME-SUL da FURG.

À todos os meu colegas de mestrado, pela parceria, incentivo e discussões técnicas.

Gostaria ainda de agradecer a colaboração de todos que de alguma forma despenderam seu tempo e conhecimento durante a elaboração deste trabalho.

“A tarefa não é tanto ver aquilo que ninguém viu, mas pensar o que ninguém ainda pensou sobre aquilo que todo mundo vê.”

Arthur Schopenhauer

RESUMO

ANÁLISE COMPORTAMENTAL DO FERRO FUNDIDO NODULAR SUBMETIDO AO TRATAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA E PARTIÇÃO

Novos estudos estão sendo realizados sobre um novo tipo de tratamento térmico denominado como têmpera e partição principalmente em aços com altos teores de silício. Na microestrutura destes materiais são encontradas quantidades elevadas de austenita retida estabilizada a temperatura ambiente. O tratamento térmico de têmpera e partição consiste em realizar uma têmpera em temperaturas intermediárias entre M_i e M_f , seguido de um reaquecimento a temperaturas superiores a M_i com manutenção desta temperatura por determinado espaço de tempo, a fim de estabilizar a austenita remanescente através da partição do carbono a partir da martensita. No tratamento térmico de têmpera e partição as amostras foram austenitizadas a 900°C por 45 minutos e resfriadas em banho de sal nos parâmetros de 200°C (A), 170°C (B) e 140°C (C), e imediatamente as amostras foram reaquecidas para o processo de partição com temperatura de 400°C por 30 minutos. Neste trabalho, está sendo analisado o comportamento do ferro fundido nodular da série FE-45012 submetido ao processo de têmpera e partição e logo após o processo de tratamento criogênico com resfriamento a temperatura de $-195,6^\circ$ em nitrogênio líquido e também em processo sub zero no ultra freezer a temperatura de -70°C , e a verificação se a austenita retida continuará estável após a submissão destes processos. Após a aplicação do tratamento térmico de têmpera e partição, verificou-se a presença de martensita na microestrutura tanto em microscopia ótica quanto em microscopia eletrônica de varredura e, com a utilização da microsonda EDS, foram analisados semi quantitativamente regiões claramente apontadas como martensíticas com “ilhas” de austenita não sendo possível diferenciar pelos teores de carbono a migração de carbono da austenita para a martensita. A dureza e microdureza Vickers apresentou aumento de valores após a aplicação dos tratamentos térmicos têmpera e partição, têmpera e partição com sub zero e têmpera e partição com criogenia, comparando-se com o metal base. Após a aplicação do tratamento criogênico e sub zero verificou-se um aumento significativo da dureza apenas em relação ao parâmetro C de resfriamento a 140°C . Os resultados dos ensaios de impacto Charpy após os processos de tratamento sub zero e criogenia seguiram a tendência de valores similares nos parâmetros B e C. Os resultados obtidos no parâmetro A apresentaram comportamento em impacto iguais ou superiores ao metal base e superiores aos encontrados em B e C. As análises fractográfica dos corpos de provas submetidos ao ensaio de impacto Charpy apresentaram fraturas com morfologia frágil pelo mecanismo de clivagem. As fractografias analisadas em MEV detectaram alguns micro alvéolos coalescidos demonstrando a influência da austenita na microestrutura. É possível perceber que em praticamente todas as condições testadas o ferro fundido nodular da série FE-45012 melhorou suas propriedades mecânicas podendo ser criada uma janela de processos para a aplicabilidade deste material nas condições estudadas.

Palavras chaves: têmpera e partição, ferro fundido nodular, austenita retida estável, tratamento criogênico e sub zero.

ABSTRACT

BEHAVIORAL ANALYSIS OF A SPHEROIDAL CAST IRON SUBJECTED TO HEAT TREATMENT OF QUENCHING AND PARTITIONING

New researches are being realized about a new kind of heat treatment denominated as quenching and partitioning, mainly in high-silicon steels. High contents of retained austenite stabilized at ambient temperature are found in these materials microstructure. The heat treatment of quenching and partitioning consists in an average temperature quenching, between M_i and M_f , followed by reheating in temperatures above M_i , keeping these temperature during a certain time up to the remaining austenite stabilizing through the carbon partitioning from martensite. In the heat treatment of quenching and partitioning, the samples were austenitized in $900\text{ }^\circ\text{C}$ by 45 minutes and quenched in salt bath in the parameters of $200\text{ }^\circ\text{C}$ (A), $170\text{ }^\circ\text{C}$ (B) and $140\text{ }^\circ\text{C}$ (C), and promptly reheated for the partitioning process with temperature of $400\text{ }^\circ\text{C}$ by 30 minutes. In the present work, the behavior of FE-45012 spheroidal cast iron was analyzed, subjected to the process of quenching and partitioning right after the cryogenic treatment process with cooling temperature of $-195,6\text{ }^\circ\text{C}$ in liquid nitrogen and in sub-zero process in a ultra-freezer with temperature of $-70\text{ }^\circ\text{C}$, and the verification if the retained austenite will keep stable after these processes. After the heat treatment of quenching and partitioning execution, the presence of martensite in microstructure was detected, both in optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM), and, with the microprobe EDS, half-quantitatively regions were analyzed, clearly appointed as martensitic with austenitic "islands", which were not possible to distinguish due to the carbon content and the carbon migration from austenite to martensite. Vickers hardness and microhardness presented an increase of values after the heat treatment of quenching and partitioning, quenching and sub-zero partitioning, quenching and cryogenic partitioning, compared to the base metal. After the cryogenic and sub-zero treatments application, a significant hardness increase only for C parameter, of $140\text{ }^\circ\text{C}$. The Charpy impact tests results after the cryogenic and sub-zero treatments results followed the similar values trend for B and C parameters. The obtained results for A parameter presented an impact behavior equal to or greater than the base metal and greater than B and C. Fractographic analysis of the specimen subjected to the Charpy impact test presented brittle morphology fractures by cleavage mechanism. SEM analyzed fractographies detected some coalesced micro cavities, that demonstrates the austenite influence on microstructure. It is noticeable that in practically all tested conditions the FE-45012 series spheroidal cast iron enhanced its mechanical properties, allowing the creation of processes development for the applicability of this material as the researched conditions.

Key-words: quenching and partitioning, spheroidal cast iron, stable retained austenite, cryogenic and sub-zero treatments.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Exemplos de aplicação do ferro fundido nodular	18
Figura 2 – Diagrama de fases do sistema Fe-C	22
Figura 3 - Curva de resfriamento detalhada da solidificação de um ferro fundido	24
Figura 4 – Fases de transformação e solidificação do ferro fundido nodular	25
Figura 5 – Esquema de Solidificação do Ferro Fundido Nodular	25
Figura 6 – Esquema de crescimento da grafita nos planos basais e prismáticos	26
Figura 7 – Curvas de resfriamento	28
Figura 8 – Propriedades Mecânicas em dependência do teor de perlita	29
Figura 9 – Efeito da concentração de tensões promovido pelo formato da grafita. (a) grafita nodular (b) grafita lamelar	30
Figura 10 – Efeito do número de nódulos na resistência ao impacto do ferro fundido nodular	32
Figura 11 – Comparação do ADI com outras classes de ferros fundidos nodulares	33
Figura 12 – Ciclo de tratamento térmico de austêmpera	34
Figura 13 – Relação entre custo e limite de escoamento	35
Figura 14 - Efeito da microestrutura e de variáveis de processo sobre as propriedades mecânicas em ferros fundido nodulares Austemperados	36
Figura 15 - Microestrutura de ferro fundido nodular austemperado. Nódulos de grafita, matriz de ausferrita. (1000X)	36
Figura 16 - Influência da temperatura de austenitização nas propriedades mecânicas	38
Figura 17 – Ciclo esquemático do processo de têmpera e partição	39
Figura 18 - Comparativos de propriedades entre materiais de engenharia. Martensítico (M), <i>Transformation Induced Plasticity</i> (TRIP), <i>Dual Phase</i> (DP) e Têmpera e partição (Q&P)	41
Figura 19 – Estrutura analítica experimental	47
Figura 20 – Barra de Ferro Fundido Nodular FE-45012	48

Figura 21 - Processos de Usinagem CPs Charpy: (A) Torneamento; (B) Esquema de retirada dos CPs; (C) Corte dos CPs; (D) Fresagem	49
Figura 22 – Retificação dos CPs Charpy: (A) e (B) Posicionamento dos CPs na retificadora plana; (C) CPs retificados	50
Figura 23 – Gráfico processo de têmpera e partição - parâmetro A	51
Figura 24 – Gráfico processo de têmpera e partição - parâmetro B	52
Figura 25 – Gráfico processo de têmpera e partição - parâmetro C	52
Figura 26 – Recipiente com nitrogênio líquido	53
Figura 27 – Corpos de prova congelados	53
Figura 28 – Ultra Freezer	54
Figura 29 – Corpos de prova em ultra freezer	55
Figura 30 - Espectrômetro de Emissão Óptica	56
Figura 31 - Durômetro Digital marca Pantec modelo MV10A-1	57
Figura 32 - Microscópio ótico de luz refletida com sistema de análise de imagens - Olympus GX 51S	58
Figura 33 - Microscópio Eletrônico de Varredura com microsonda de EDS.....	59
Figura 34 – Máquina de Ensaio de Impacto Charpy	60
Figura 35 – Microscópio metalúrgico de baixa magnificação	61
Figura 36 – Difrátômetro de Raio-X	62
Figura 37 – Gráfico das médias dos resultados de dureza Vickers	67
Figura 38 - Gráfico das médias dos resultados de microdureza Vickers ...	67
Figura 39 – Gráfico das médias dos resultados da resistência mecânica conforme ASTM E 140 comparados com os resultados da dureza Vickers (HV 10)	69
Figura 40 – Gráfico das médias dos resultados da resistência mecânica conforme ASTM E 140 comparados com os resultados de microdureza Vickers (HV 1).....	69
Figura 41 – Material Base: (A) microestrutura ferro fundido nodular sem ataque químico; (B) microestrutura ferrítica-perlítica, ataque nital 2%	70
Figura 42 - Têmpera e Partição: (A) resfriamento a 200°C; (B) resfriamento a 170°C; (C) resfriamento a 140°C, ataque nital 2%	71

Figura 43 – Têmpera e Partição com criogenia a $-195,6^{\circ}\text{C}$: (A) resfriamento a 200°C ; (B) resfriamento a 170°C ; (C) resfriamento a 140°C , ataque nital 2%	72
Figura 44 – Têmpera e Partição com sub zero a -70°C : (A) resfriamento a 200°C ; (B) resfriamento a 170°C ; (C) resfriamento a 140°C , ataque nital 2%	73
Figura 45 – Material Base: (A) microestrutura ferro fundido nodular sem ataque; (B) microestrutura ferrítica-perlítica, ataque nital 2%	74
Figura 46 – Têmpera e Partição: (A1) e (A2) resfriamento a 200°C ; (B1) e (B2) resfriamento a 170°C ; (C1) e (C2) resfriamento a 140°C , ataque nital 2%	75
Figura 47 – Têmpera e Partição com criogenia a $-195,6^{\circ}\text{C}$: (A) resfriamento a 200°C ; (B) resfriamento a 170°C ; (C) resfriamento a 140°C , ataque nital 2%	76
Figura 48 – Têmpera e Partição com sub zero a -70°C : (A) resfriamento a 200°C ; (B) resfriamento a 170°C ; (C) resfriamento a 140°C , ataque nital 2%	77
Figura 49 – Material Base	79
Figura 50 – Têmpera e Partição: Parâmetro A	80
Figura 51 – Têmpera e Partição: Parâmetro B	81
Figura 52 – Têmpera e Partição: Parâmetro C	82
Figura 53 – Têmpera e partição com criogenia – Parâmetro A	83
Figura 54 – Têmpera e partição com criogenia – Parâmetro B	84
Figura 55 – Têmpera e partição com criogenia – Parâmetro C	85
Figura 56 – Têmpera e partição com sub zero – Parâmetro A	86
Figura 57 – Têmpera e partição com sub zero – Parâmetro B	87
Figura 58 – Têmpera e partição com sub zero – Parâmetro C	88
Figura 59 – Resultados das médias da medida da tenacidade obtidas pelo ensaio de impacto Charpy	91
Figura 60 – Fratura material base após ensaio de impacto Charpy: (A) Seção total do corpo de prova; (B) Área da fratura	92

Figura 61 – Fratura Têmpera e Partição após ensaio de impacto Charpy nos respectivos parâmetros de resfriamento: (A1), (B1) e (C1) Seção total do corpo de prova; (A2), (B2) e (C2) Área da fratura	93
Figura 62 – Fratura Têmpera e Partição com tratamento criogênico após ensaio de impacto Charpy nos respectivos parâmetros de resfriamento: (A1), (B1) e (C1) Seção total do corpo de prova; (A2), (B2) e (C2) Área da fratura	94
Figura 63 – Fratura Têmpera e Partição com tratamento sub zero após ensaio de impacto Charpy nos respectivos parâmetros de resfriamento: (A1), (B1) e (C1) Seção total do corpo de prova; (A2), (B2) e (C2) Área da fratura	95
Figura 64 – Difratoograma do material base	96
Figura 65 – Difratoograma Têmpera e Partição – Parâmetro A	97
Figura 66 – Difratoograma Têmpera e Partição – Parâmetro B	98
Figura 67 – Difratoograma Têmpera e Partição – Parâmetro C	98
Figura 68 – Difratoograma sub zero – Parâmetro A	99
Figura 69 – Difratoograma sub zero – Parâmetro B	100
Figura 70 – Difratoograma sub zero – Parâmetro C	100
Figura 71 – Difratoograma sub zero – Parâmetro A	101
Figura 72 – Difratoograma sub zero – Parâmetro B	102
Figura 73 – Difratoograma sub zero – Parâmetro C	102

LISTA DE TABELAS

Tabela 01 – Composição química do ferro fundido nodular	63
Tabela 02 – Resultados da medição de dureza e microdureza para o material base	64
Tabela 03 – Resultados da medição de dureza e microdureza após o tratamento térmico de têmpera e partição	64
Tabela 04 – Resultados da medição de dureza e microdureza das amostras temperadas e particionadas e após processo de criogenia	65
Tabela 05 – Resultados da medição de dureza e microdureza das amostras temperadas e particionadas e após processo de resfriamento sub zero	65
Tabela 06 – Resultado das médias das durezas e microdurezas em todos os parâmetros estudados	66
Tabela 07 – Equivalência da resistência mecânica em função da dureza conforme norma ASTM E 140	68
Tabela 08 – Tenacidade do Material Base x Têmpera e Partição	89
Tabela 09 – Tenacidade do Material Base x Têmpera e Partição com Criogenia	90
Tabela 10 – Tenacidade do Material Base x Têmpera e Partição com Sub zero	90

LISTA DE SIGLAS E SÍMBOLOS

°C	Graus Celsius
mm	Milímetros
MPa	Mega Pascal
Mi	Temperatura de início da transformação martensítica
Mf	Temperatura de final da transformação martensítica
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
MO	Microscópio Óptico
EDS	Espectroscopia por energia dispersiva
ASTM	American Society for Testing and Materials
HV1	Microdureza Vickers com carga de 1 Kg
HV10	Dureza Vickers com carga de 10 Kg
CPs	Corpos de Prova
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
MB	Material base
TP – A	Amostra apenas com têmpera e partição parâmetro A
TP – B	Amostra apenas com têmpera e partição parâmetro B
TP – C	Amostra apenas com têmpera e partição parâmetro C
CG – A	Amostra com têmpera e partição e criogenia parâmetro A
CG – B	Amostra com têmpera e partição e criogenia parâmetro B
CG – C	Amostra com têmpera e partição e criogenia parâmetro C
SZ – A	Amostra com têmpera e partição e sub zero parâmetro A
SZ – B	Amostra com têmpera e partição e sub zero parâmetro B
SZ – C	Amostra com têmpera e partição e sub zero parâmetro C

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	17
1.1 Justificativa.....	18
1.2 Objetivos	19
1.2.1 Objetivo Geral	19
1.2.2 Objetivos Específicos	19
2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	21
2.1 O Processo de Fabricação dos Ferros Fundidos Nodulares e sua Importância Tecnológica para a Indústria Metalmeccânica	21
2.2 Propriedades Mecânicas dos Ferros Fundidos Nodulares	29
2.2.1 Efeito do Número de Nódulos de Grafita nas Propriedades Mecânicas do Ferro Fundido Nodular	30
2.3 A Importância dos Ferros Fundidos Nodulares Austemperados para o Desenvolvimento de Novos Materiais e Processos	33
2.4 O Desenvolvimento do Processo do Tratamento Térmico de Têmpera e Partição	38
2.5 Aplicação do Tratamento Térmico de Têmpera e Partição em Ferros Fundidos Nodulares	41
2.6 O comportamento das propriedades mecânicas do ferro fundido nodular submetido a condições de baixas temperaturas	43
3. METODOLOGIA	45
3.1 Caracterização Inicial	48
3.2 Usinagem dos Corpos de Prova para Ensaio de Impacto Charpy ..	48
3.3 Tratamento Térmico de Têmpera e Partição	51
3.4 Processo de Resfriamento em Temperatura Criogênica	53
3.5 Processo de Resfriamento em Temperatura Sub Zero	54
3.6 Ensaios	55
3.6.1 Análise Química	55
3.6.2 Medição de Dureza e Microdureza Vickers	56
3.6.3 Análise Micrográfica em Microscópio Óptico	57

3.6.4	Análise Micrográfica em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) e Análise em Microsonda de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)	58
3.6.5	Ensaio de Impacto Charpy	59
3.6.6	Análise Fractográfica em Lupa e MEV	60
3.6.7	Difração de Raio-X	61
4.	ANÁLISE E INTERPRETAÇÃO DOS RESULTADOS	63
4.1	Análise Química	63
4.2	Medição de Dureza e Microdureza Vickers	64
4.3	Análise Microestrutural via Microscopia Óptica	70
4.4	Análise Microestrutural via Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)	74
4.5	Análise de Espectroscopia de Energia Dispersiva	78
4.6	Avaliação da Energia de absorção via Ensaio de Impacto Charpy .	89
4.7	Análise Fractográfica dos CPs rompidos via Ensaio de Impacto Charpy	91
4.8	Análise Difratométrica das amostras	96
5.	CONCLUSÕES	103
6.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	105
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	106

1. INTRODUÇÃO

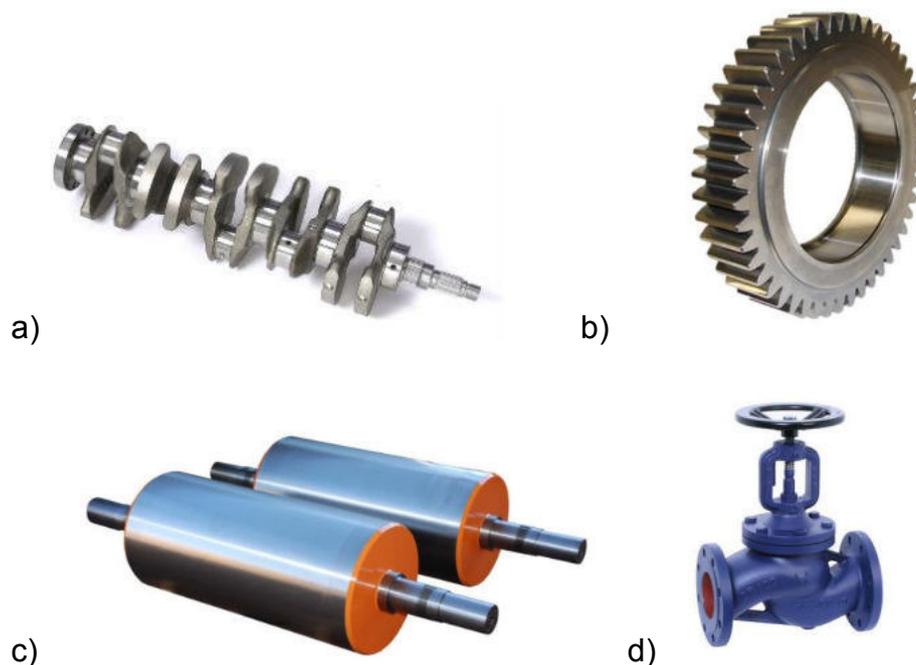
Com o avanço da tecnologia, um novo ciclo de tratamentos térmicos denominados de “têmpera e partição” vem sendo estudados e desenvolvidos principalmente em aços com elevados teores de silício. O ferro fundido nodular é a classe dos ferros fundidos que apresenta propriedades mecânicas similares aos aços de baixo e médio carbono com a vantagem de possuir menor custo de fabricação.

Este trabalho visa avaliar o comportamento das propriedades mecânicas e as mudanças microestruturais do ferro fundido nodular da Classe FE-45012 exposto a baixas temperaturas após ser submetido ao processo de tratamento térmico de têmpera e partição. Foi realizado a caracterização das amostras de ferro fundido antes e após o tratamento térmico de têmpera e partição. Os parâmetros de tempo e temperatura para o processo de tratamento térmico de têmpera e partição foram definidos. As amostras foram submetidas a temperaturas criogênicas e sub zero, a seguir foram realizados os ensaios mecânicos de dureza e microdureza Vickers, ensaio de impacto Charpy, micrografia em microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura – MEV, análise fractográfica e difração de raio-x, além das análises de composição química através de espectrometria e espectroscopia por energia dispersiva – EDS, comparando os resultados obtidos com as normas específicas e com a literatura conhecida.

Os ferros fundidos nodulares possuem uma boa resistência mecânica, boa ductilidade, tenacidade superior aos ferros fundidos brancos e cinzentos, e fácil de ser usinado. Suas principais aplicações são virabrequins na indústria automotiva, engrenagens em geral, válvulas para vapor e produtos químicos, rolos laminadores e moinhos.

A figura 01 apresenta as principais aplicações dos ferros fundidos nodulares de forma geral.

Figura 01 – Exemplos de aplicação do ferro fundido nodular: a) virabrequim, b) engrenagem, c) rolos laminadores, d) válvula



Fonte: a) <https://www.sandvik.coromant.com>,
b) <http://www.gestiondecompras.com>, c) <http://www.etl.ind.br>,
d) <https://icrowdpt.com>, acesso em 24/07/2018

Com este estudo foi possível verificar a estabilização na temperatura ambiente da austenita retida após os tratamentos térmicos e a aplicabilidade deste material na indústria após o tratamento térmico de têmpera e partição submetido a temperaturas criogênicas e sub zero.

1.1 Justificativa

As tecnologias na área metalmeccânica evoluem cada vez mais com o intuito da obtenção de propriedades antagônicas das ligas ferrosas e não ferrosas. Uma das características mais emblemáticas dos ferros fundidos associa-se a sua elevada fragilidade e comportamento apresentando comprometimento em esforços trativos. Este trabalho justifica-se pelo estudo e pesquisa do aumento da resistência mecânica de ferros fundidos nodulares

submetidos a tratamentos térmicos e contribuindo para um efeito benéfico a tenacidade do material.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo Geral

Neste trabalho o objetivo geral é a obtenção de ferros fundidos nodulares com o aumento de sua resistência mecânica e estabilização da austenita em temperatura ambiente, verificando-se seu comportamento em temperaturas sub zero e criogênicas.

1.2.2 Objetivos Específicos

- Analisar a composição química do ferro fundido nodular e verificar sua conformidade com a microestrutura e morfologia da grafita;
- Realizar o tratamento térmico de têmpera e partição com o intuito da obtenção da microestrutura constituída por martensita e austenita verificando-se em microscópio óptico, MEV e EDS;
- Verificar o comportamento da dureza e microdureza Vickers associando com a norma ASTM E-140;
- Aplicar tratamento sub zero caracterizando seu efeito sob a microestrutura e a microdureza das amostras;
- Aplicar tratamento criogênico caracterizando seu efeito sob a microestrutura e a microdureza das amostras;
- Verificar o comportamento em impacto Charpy das amostras brutas de fusão, têmpera e partição, têmpera e partição com sub zero e têmpera e partição com criogenia;
- Analisar o comportamento das fraturas após a aplicação do ensaio de impacto Charpy;

- Verificar a através da difração de raio-x os índices de Miller e identificar os picos referentes a cada fase da microestrutura das amostras.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

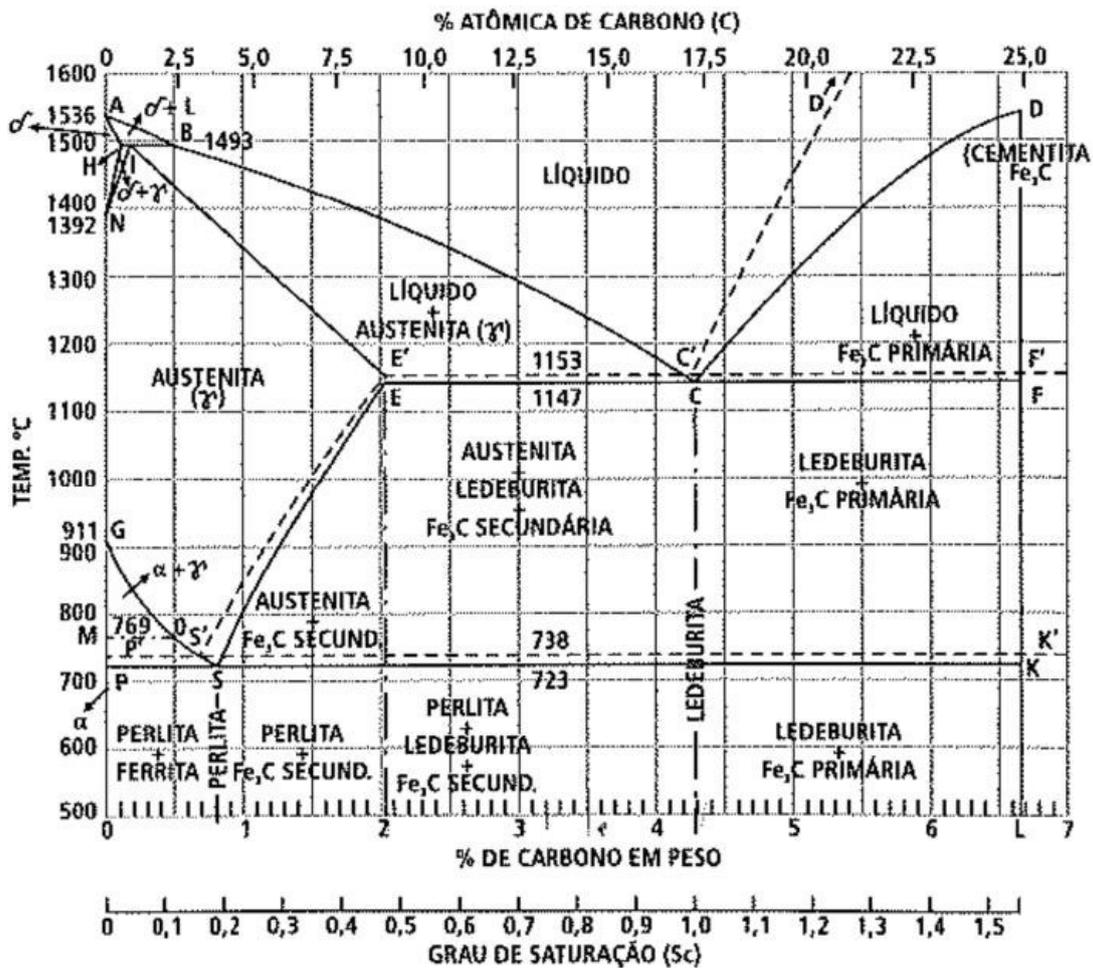
2.1 O Processo de Fabricação dos Ferros Fundidos Nodulares e sua Importância Tecnológica para a Indústria Metalmeccânica

Os ferros fundidos são ligas ternárias do sistema Fe-C-Si, com teores significativos de manganês, enxofre e fósforo. A classe dos ferros fundidos nodulares apresentam diversos elementos de liga que são adicionados com o objetivo de obtenção das propriedades desejadas. Os ferros fundidos nodulares apresentam solidificação constituída de uma fase pró-eutética (austenita ou grafita) e que se completa com uma solidificação eutética (austenita + grafita ou austenita + carbonetos) (1).

Na maioria das peças fundidas destinadas ao mercado automobilístico são posteriormente usinadas com custos das operações de usinagem muito significativo. A propriedade de usinabilidade é normalmente avaliada por meios indiretos, destacando-se o ensaio de dureza como uma medida da usinabilidade. Assim, a dureza representa uma especificação usual de peças automotivas, ao lado das propriedades de resistência e ductilidade. Normalmente deseja-se o atendimento às especificações de propriedades mecânicas, associado à menor dureza possível. No caso dos ferros fundidos nodulares, as especificações de propriedades mecânicas contemplam valores de resistência (LR, LE) e de ductilidade (alongamento, resistência ao impacto), desejando-se que os valores obtidos excedam os valores especificados para ambas as propriedades. As normas técnicas preveem este comportamento, estabelecendo valores mínimos de propriedades mecânicas e faixas de dureza, para cada classe de ferro fundido (2).

A figura 2 apresenta o diagrama de fases do sistema Fe-C no qual é possível visualizar as temperaturas de formação das fases em função dos diferentes teores de carbono.

Figura 2 – Diagrama de fases do sistema Fe-C



Fonte: Guessser, 2009

Os ferros fundidos nodulares apresentam boa ductilidade, tenacidade e resistência mecânica. A principal característica está relacionada com o elevado limite de escoamento comparado com outras classes de ferros fundidos e até mesmo se comparado com os aços de baixo carbono. A grafita apresenta-se em formato esferoidal e desta forma não interrompe a continuidade da matriz tanto quanto a grafita em formato de veios, como no caso dos ferros fundidos cinzentos, resultando em aumento da ductilidade e tenacidade (1).

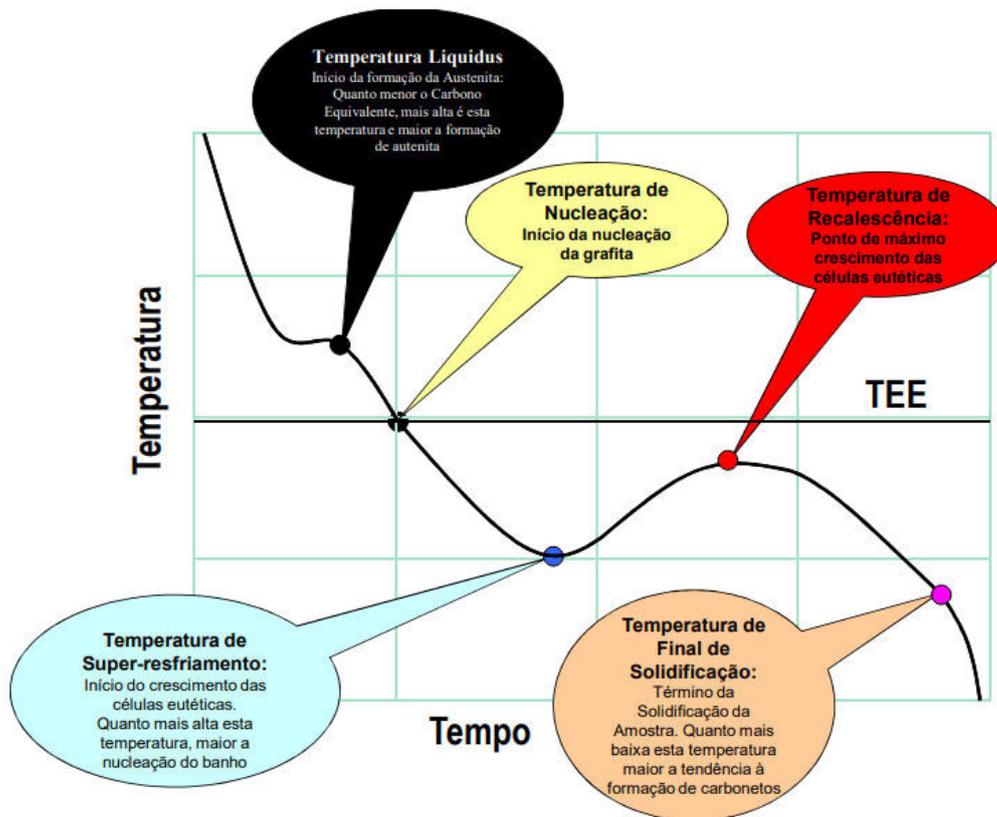
Os elementos químicos mais comuns que são responsáveis pela obtenção desta morfologia da grafita são o magnésio e o cério. O fato da grafita se apresentar na forma de nódulos promove aos ferros fundidos nodulares bons valores resistência com elevada ductilidade. Ferros fundidos nodulares com matriz ferrítica apresentam valores de resistência de até 450 Mpa associados a

valores de alongamento na ordem de 22%, enquanto que em matrizes perlíticas o limite de resistência pode chegar até 900 Mpa com alongamento de até 2% (3).

Os ferros fundidos são basicamente ligas onde maior parte do líquido se solidifica como um eutético. Numa primeira etapa formam-se dendritas de austenita e numa segunda etapa formam-se as chamadas células eutéticas. Essa sequência de solidificação pode ser acompanhadas por curvas de resfriamento através de análise térmica. A figura 3 apresenta uma curva de resfriamento esquemática para um tipo de ferro fundido. A quantidade de superesfriamento com a qual ocorre a solidificação depende do balanço entre a velocidade total de solidificação (velocidade de liberação do calor latente de fusão) e a velocidade de extração de calor pelo meio. A velocidade de solidificação depende do número e da velocidade de crescimento dos núcleos. No processo de solidificação de um ferro fundido predomina a reação eutética (nucleação e crescimento de células eutéticas). Isso se justifica principalmente porque a grafita, que exerce grande influência nas propriedades, se forma na reação eutética, embora as dendritas de austenita possam ter influência nas propriedades mecânicas (4).

Tanto a velocidade de nucleação como a velocidade de crescimento das células eutéticas se eleva com o aumento da quantidade de superesfriamento embora um excessivo acréscimo deste promova a formação de ferro fundido branco. Um aumento do grau de nucleação significa um aumento do número de células eutéticas, enquanto que um aumento da velocidade de crescimento da célula eutética implica na formação de grafita mais ramificada. O aumento da velocidade de resfriamento, em geral, promove maior super-resfriamento e, portanto, maior tendência a formação de grafita de super-resfriamento ou até formação de ferro fundido branco (4).

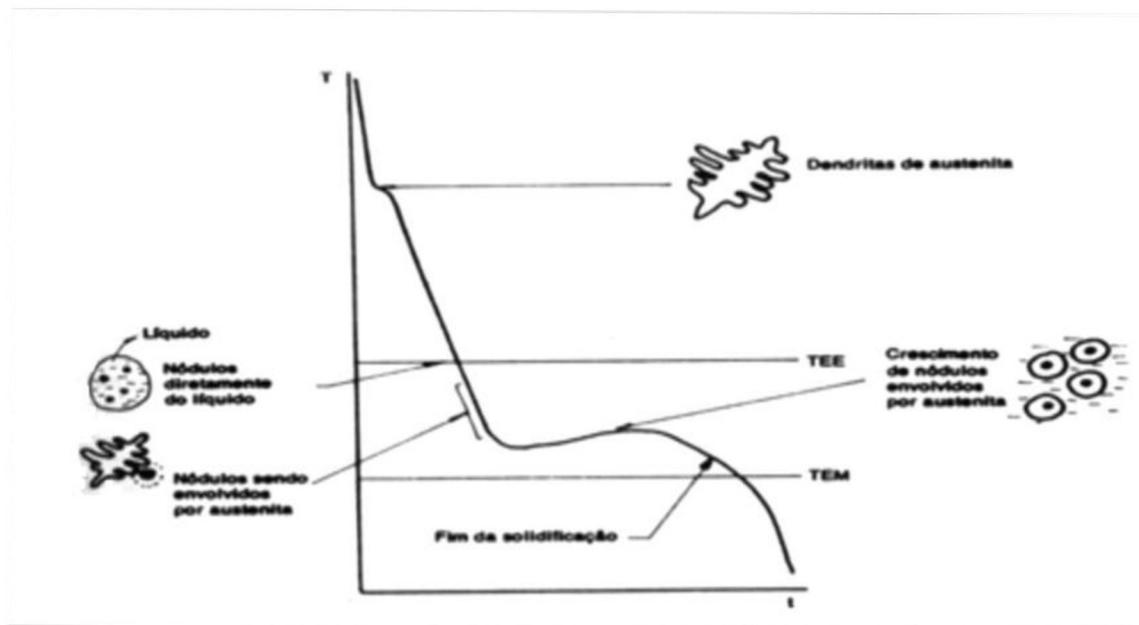
Figura 3 - Curva de resfriamento detalhada da solidificação de um ferro fundido



Fonte: Adaptado de Pieske, 1975

Logo após o superesfriamento abaixo da temperatura de equilíbrio do eutético estável, começam a se formar nódulos de grafita no seio do líquido residual, na qual se encontra saturado de carbono. Os nódulos de grafita formados a partir do líquido são posteriormente encapsulados pelos braços das dendritas de austenita, formando um invólucro composto por nódulos de grafita envoltos em austenita conforme figura 4. Esse conjunto recebe a denominação de célula eutética. As células eutéticas continuam crescendo até que todo o calor latente de solidificação seja liberado, finalizando a solidificação (4).

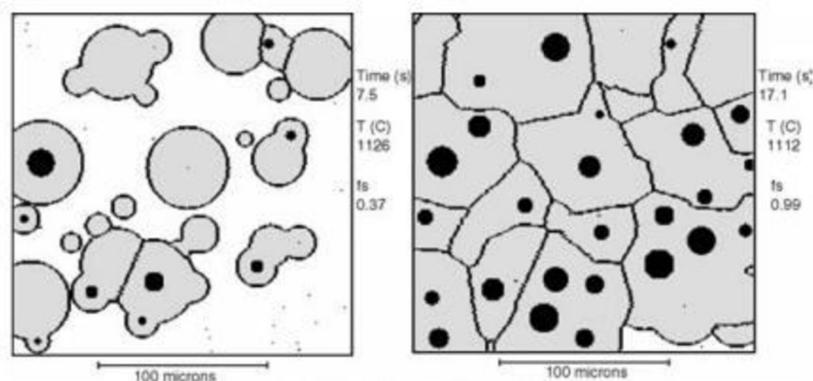
Figura 4 – Fases de transformação e solidificação do ferro fundido nodular



Fonte: Pieske, 1975

O constituinte eutético dos ferros fundidos nodulares é, portanto, do tipo divorciado. Isso significa que a cristalização das fases grafita e austenita ocorrem em momentos distintos, ao contrário dos ferros fundidos com grafita no formato lamelar em que o crescimento do eutético ocorre de forma cooperativa (3,5). A figura 5 apresenta de forma esquemática os mecanismos de formação e crescimento das células eutéticas durante a solidificação dos ferros fundidos nodulares.

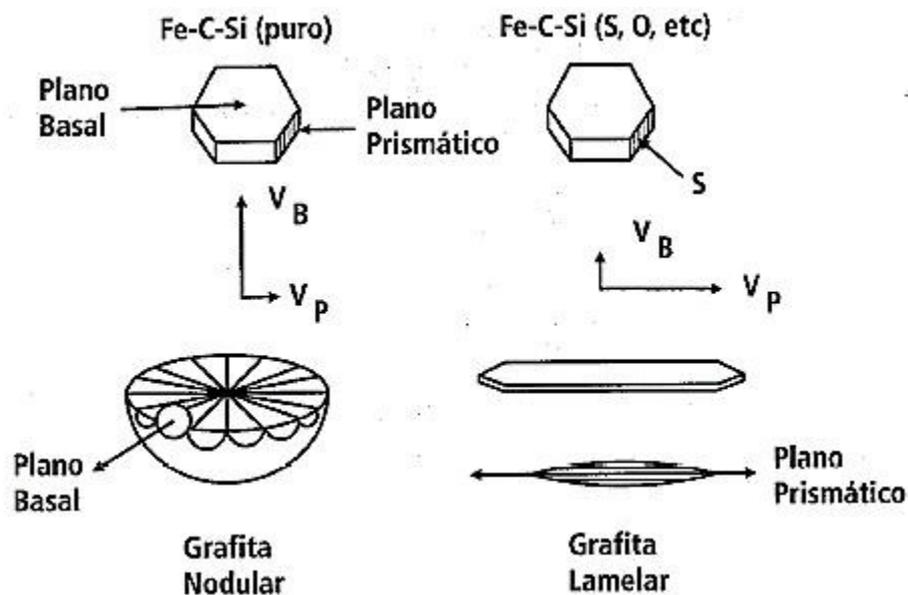
Figura 5 – Esquema de Solidificação do Ferro Fundido Nodular



Fonte: Stefanescu, 2005

A grafita possui sua estrutura hexagonal podendo crescer durante a solidificação nas direções dos planos basais ou prismáticos, assumindo respectivamente a forma de esferas ou de lamelas. A direção do plano de crescimento dependerá da composição química e das condições de processamento do metal líquido. O oxigênio e o enxofre tendem a ser absorvidos nos planos prismáticos da célula unitária da grafita, reduzindo assim sua energia interfacial, favorecendo portanto o crescimento nessas direções e assim resultando na formação de morfologias lamelares. Em ferros fundidos puros a grafita tenderia a crescer na forma nodular, porém os elevados teores de impurezas (como enxofre e oxigênio) impedem que essa tendência natural de crescimento ocorra. A utilização de magnésio no tratamento do metal líquido reduz os teores de oxigênio e enxofre, permitindo que ocorra o crescimento no sentido dos planos basais, alterando assim a morfologia de crescimento da grafita. Diante disso é possível afirmar que o magnésio é um dos elementos mais importantes na fabricação de ferros fundidos nodulares (1,3). A figura 6 mostra esquematicamente o crescimento da grafita nos planos basais e prismáticos.

Figura 6 – Esquema de crescimento da grafita nos planos basais e prismáticos



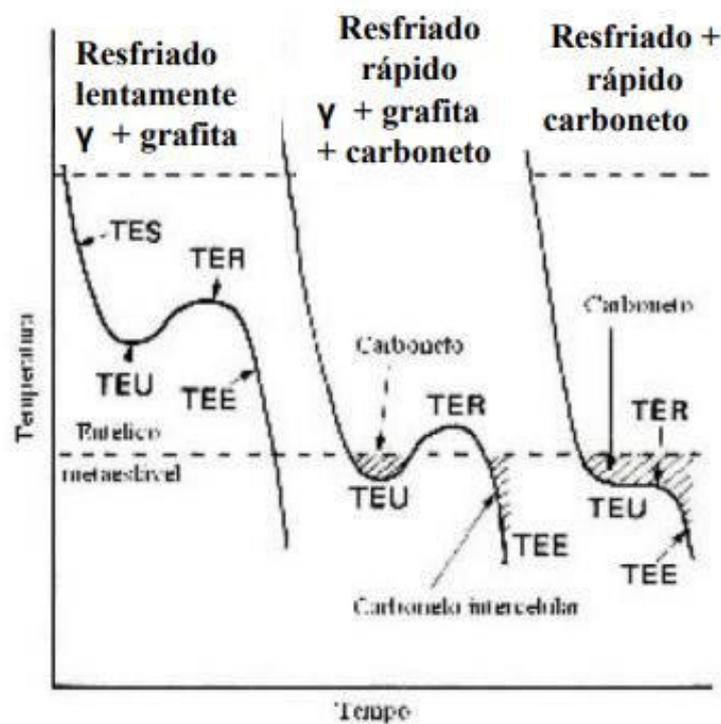
Fonte: Bates, 1976

Já o processo de inoculação dos ferros fundidos consiste na adição de pequenas quantidades de material composto de partículas nucleantes no metal fundido, tais como elementos ricos em silício, cálcio, alumínio entre outros, pouco antes ou durante o vazamento deste, buscando controlar a microestrutura final e, conseqüentemente, as propriedades mecânicas do material. Nos ferros fundidos a inoculação é utilizada primeiramente para evitar a formação de carbonetos na estrutura. A inoculação também proporciona o aumento de núcleos disponíveis para a formação de grafitas. Este aumento dos núcleos disponíveis reduz o superesfriamento necessário na solidificação, facilitando a solidificação segundo o eutético estável (5).

A formação de uma matriz completamente ferrítica está relacionada com a eficiência do inoculante utilizado e a velocidade de resfriamento no estado sólido. A velocidade de resfriamento do estado sólido influencia na velocidade de difusão do carbono da austenita para os nódulos de grafita, tendendo a aumentar a quantidade de perlita na microestrutura, quanto maior for esta velocidade. O processo de inoculação influencia no número de nódulos, e quanto maior o número de nódulos, menores serão as distâncias entre eles e menores serão as distâncias que o carbono terá que percorrer, e portanto, a difusão será facilitada. De uma maneira geral, à medida que o superesfriamento aumenta, o número de núcleos cresce e, conseqüentemente, o número de nódulos é maior com uma grafita mais fina e de menor tamanho (5).

O efeito benéfico da inoculação pode ser entendido com auxílio da figura 7, onde observa-se curvas de resfriamento em diferentes velocidades. As maiores velocidades de resfriamento geram formação de carbonetos. Já os ferros fundidos não inoculados possuem uma forte tendência a se solidificar segundo o eutético metaestável (5).

Figura 7 – Curvas de resfriamento



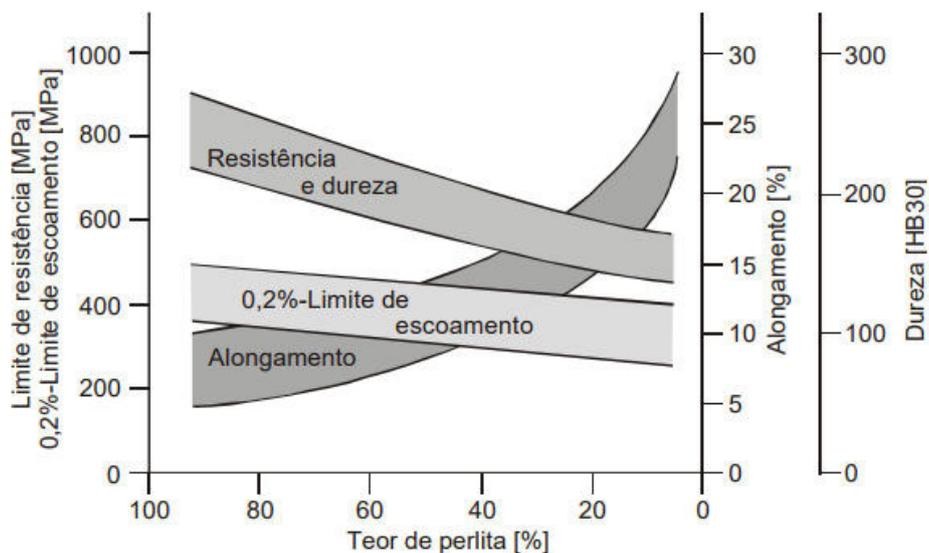
Fonte: Santos, 1989

O objetivo da inoculação é fornecer núcleos extras ao banho, onde a existência de um número maior de núcleos potenciais para a nucleação e crescimento da grafita permite a obtenção de uma estrutura mais refinada, que resulta em melhores propriedades físicas e mecânicas. Em ferros fundidos nodulares, onde o número de núcleos é extremamente importante para as propriedades do material, a adição de inoculantes ao banho tem por objetivo promover um aumento do número de nódulos de grafita e do grau de nodularização, que é uma medida da adequação da grafita à forma de uma esfera perfeita. O efeito do inoculante não é permanente e decresce a partir da adição do mesmo, durando entre 5 e 10 minutos de vida útil. Este efeito é conhecido por "fading". O controle do tempo de vazamento após a adição dos inoculantes é fundamental para a eficiência do processo de inoculação (5).

2.2 Propriedades Mecânicas dos Ferros Fundidos Nodulares

O ferro fundido nodular é conhecido por sua ductilidade, mas a vantagem mais importante tem sido seu alto módulo de elasticidade e resistência mecânica, em combinação com resistência a corrosão, fácil fundição e usinabilidade (8,10). O comportamento mecânico do material reflete a relação entre dureza do material e a força aplicada. A resistência e a dureza dos materiais dependem diretamente das possibilidades de movimentos de discordâncias internas dos metais sob tensão. Para redes cristalinas com menor número de defeitos a energia necessária para esses movimentos é baixa. A estrutura da matriz é a maior responsável pelas propriedades mecânicas do ferro fundido globular (9,10). A figura 8 apresenta que com o aumento do teor da perlita também aumentam a dureza, o limite escoamento e o limite de resistência do material, enquanto as propriedades de plasticidade e ductilidade diminuem (10).

Figura 8 – Propriedades Mecânicas em dependência do teor de perlita



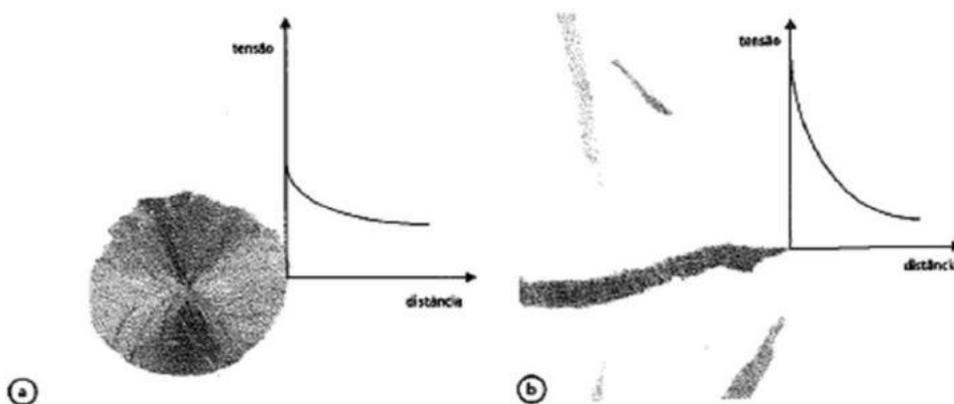
Fonte: Feiste, 2002

Quando a forma da grafita é predominantemente nodular (>85%), a variável mais importante sobre as propriedades mecânicas dos ferros fundidos nodulares é a relação perlita/ferrita. É principalmente pela relação perlita/ferrita que as diversas classes de ferros fundidos nodulares são obtidos. A matriz é influenciada pela velocidade de resfriamento após a solidificação. Um aumento

da velocidade de resfriamento dificulta a formação de ferrita (por diminuição do tempo de difusão do carbono até o nódulo de grafita, promovendo a perlita) (1).

Em relação as propriedades mecânicas, a presença da grafita pode ser entendida como uma descontinuidade na matriz metálica, exercendo um efeito de concentração de tensões. A intensidade da concentração de tensões está intimamente relacionada com a morfologia da grafita. Grafitas no formato de lamelas concentram elevadas tensões nas extremidades por conta do elevado efeito de entalhe imposto à matriz metálica. Isso explica o fato dos ferros fundidos cinzentos possuírem propriedades mecânicas inferiores em relação aos nodulares (1,3). Na figura 9 é possível observar a dependência entre a morfologia da grafita e o fator de concentração de tensões impostas à matriz metálica.

Figura 9 – Efeito da concentração de tensões promovido pelo formato da grafita. (a) grafita nodular (b) grafita lamelar



Fonte: Guessser, 2009

2.2.1 Efeito do Número de Nódulos de Grafita nas Propriedades Mecânicas do Ferro Fundido Nodular

O número de nódulos influencia as propriedades mecânicas do ferro fundido nodular, embora essa influência não seja tão forte e direta quanto a da forma da grafita. Geralmente, um alto número de nódulos indica que o metal

apresenta boas qualidades metalúrgicas, porém, há uma faixa ótima de número de nódulos para cada seção do fundido, e um número de nódulos em excesso pode resultar em uma degradação das propriedades mecânicas. O número de nódulos, por si só, não afeta fortemente as propriedades à tração, mas este afeta a microestrutura a qual pode influenciar significativamente as propriedades mecânicas (11).

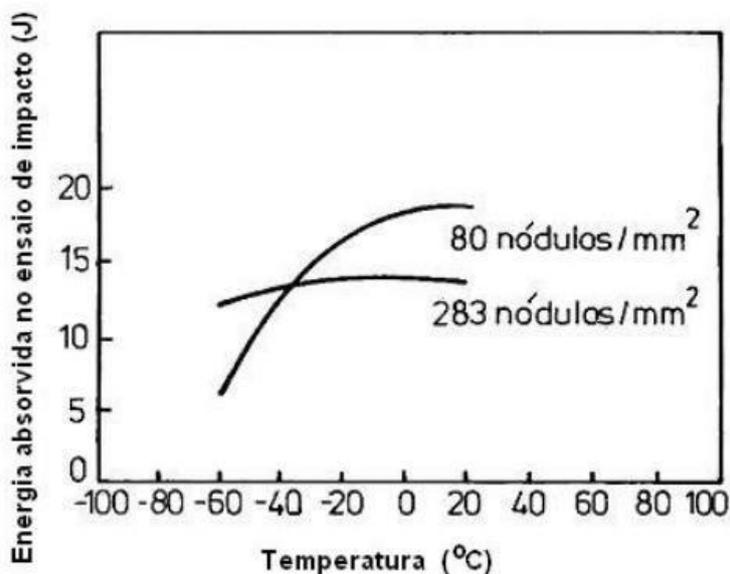
O número de nódulos influencia na quantidade de perlita do ferro fundido nodular bruto de fundição. Aumentando-se o número de nódulos, diminui-se a quantidade de perlita formada, diminuindo assim, a resistência e aumentando o alongamento. Com o aumento do número de nódulos há uma melhoria na resistência à tração, na ductilidade e usinabilidade devido à redução na fração volumétrica de carbonetos, redução do nível de segregações e redução de carbonetos associados ao coquilhamento inverso. A homogeneidade da matriz também é influenciada pelo número de nódulos. Um aumento do número de nódulos produz uma microestrutura mais fina e homogênea. O número de nódulos afeta o tamanho e a forma da grafita. Um aumento do número de nódulos resulta em uma diminuição de seu tamanho o qual melhora as propriedades de tração, fadiga e fratura. A prática da inoculação utilizada para aumentar o número de nódulos faz com este se torne mais esférico. Desta forma, um alto número de nódulos está geralmente associado à uma melhoria no grau de nodularização da grafita (11,12).

À medida que o número de nódulos aumenta, a estrutura e as propriedades se tornam mais uniformes, a segregação é reduzida e a formação de carbonetos é minimizada. Um alto número de nódulos geralmente produzirá um tamanho de nódulo mais uniforme. Adicionalmente, a resistência à fadiga e a usinabilidade, para uma dada matriz metálica irão melhorar (11).

O número de nódulos na estrutura tem um efeito sobre a tenacidade do ferro fundido nodular, embora esse efeito seja menor do que aquele causado por mudanças na composição química do material. Isto pode ser visto na figura 10, na qual se comparam as curvas de transição de duas amostras de ferro fundido nodular com 80 e 283 nódulos/mm². Quando propriedades como tenacidade são importantes, técnicas para aumentar o número de nódulos devem ser

conduzidas com cuidado. Como pode ser visto na figura 10, um ferro fundido nodular com um alto número de nódulos mantém seu valor de impacto em baixas temperaturas, embora o valor máximo que pode ser obtido nesta condição é menor do que o nodular com pequeno número de nódulos. De acordo com a figura 10, se a especificação para a fabricação do fundido exigir 14J a -20°C , então um alto número de nódulos deve ser evitado. Contudo, se a especificação exigir que os testes sejam realizados em baixas temperaturas como -40°C ou -60°C , um alto número de nódulos seria mais recomendado, dependendo do valor de impacto exigido (11,13).

Figura 10 – Efeito do número de nódulos na resistência ao impacto do ferro fundido nodular



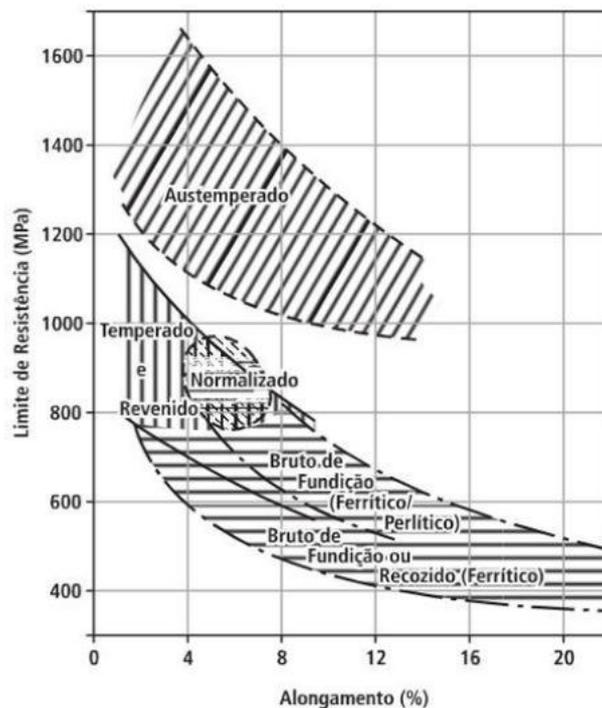
Fonte: Vatavuk, 1990

Ferros fundidos nodulares com alto número de nódulos apresentaram uma diminuição na energia absorvida na temperatura ambiente e uma diminuição da temperatura de transição dúctil-frágil (14).

2.3 A Importância dos Ferros Fundidos Nodulares Austemperados para o Desenvolvimento de Novos Materiais e Processos

O ferro fundido nodular austemperado, ou ADI (*Austempered Ductile Iron*), é o resultado do tratamento térmico de austêmpera do Ferro Fundido Nodular, representando a classe de ferros fundidos com os melhores valores de resistência e alongamento. A figura 11 apresenta que o ADI possui limite de resistência e alongamento superiores às dos ferros fundidos nodulares comuns. Isto possibilita a aplicação de ADI em diversas situações da indústria envolvendo esforços consideráveis (1,15).

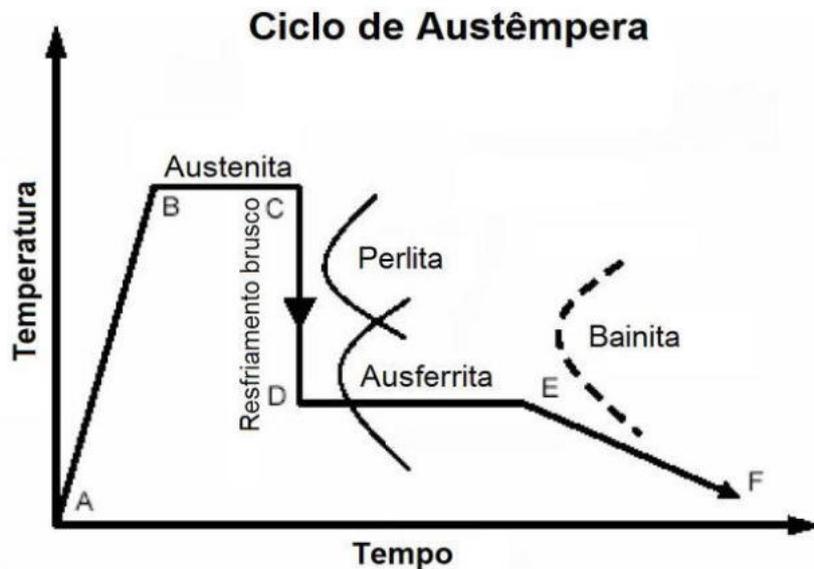
Figura 11 – Comparação do ADI com outras classes de ferros fundidos nodulares



Fonte: Guesser, 2009

O tratamento térmico de austêmpera é constituído de um aquecimento até uma temperatura de austenitização, seguido de um resfriamento brusco até uma temperatura de austêmpera. Esta é a etapa na qual se produz a transformação isotérmica e finalmente um resfriamento final até temperatura ambiente (16). A figura 12 apresenta um ciclo do tratamento térmico de austêmpera.

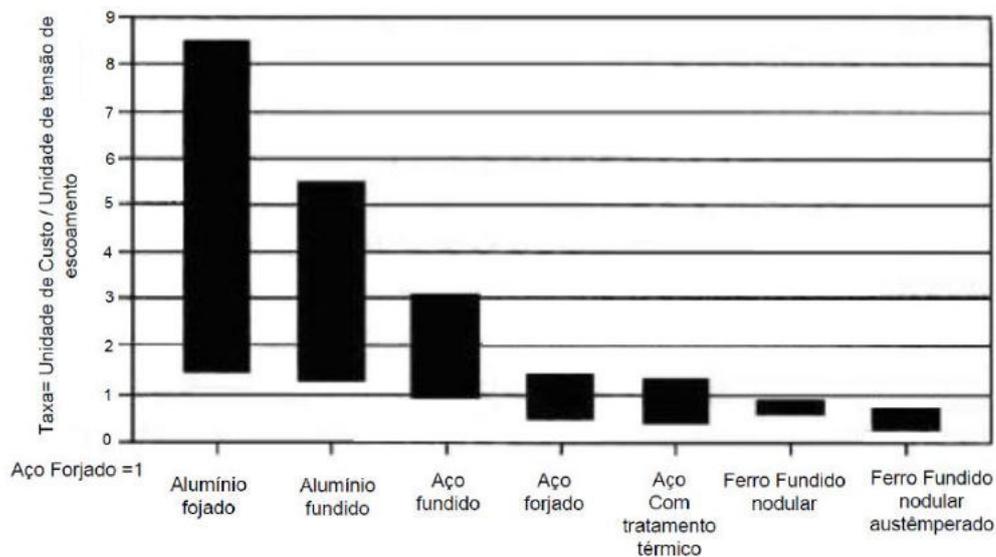
Figura 12 – Ciclo de tratamento térmico de austêmpera



Fonte: Hayrynen, 2002

A substituição de peças de aços por ADI, possui algumas vantagens, e a aceitação está cada vez maior principalmente na indústria automotiva. O material de base do ADI é o ferro fundido nodular, este é mais barato que o aço. Os ADIs são materiais fundidos, facilitando a moldagem dos produtos, deixando os componentes com dimensões muito próximas das finais, diminuindo as operações de usinagem, ferramentas e meios de produção. Isto resulta em uma significativa redução de custos do processo de produção quando são comparados aos processos convencionais de usinagem de aço. Outra vantagem significativa do uso deste material é o custo do seu tratamento térmico, muito inferior ao dos tratamentos que são efetuados nos aços. A redução dos custos associados a estes tratamentos podem atingir até cerca de 60% mais baixos do que os aços (17,18). A figura 13 apresenta um gráfico com diversos materiais mostrando uma relação entre o seu custo e o limite de escoamento, neste caso os ADIs apresentam-se como a melhor opção.

Figura 13 – Relação entre custo e limite de escoamento

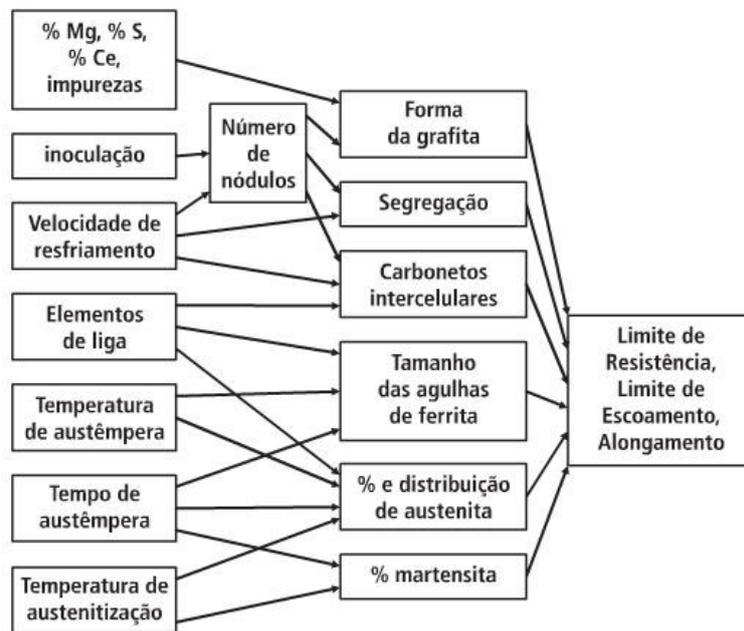


Fonte: Sorelmetal, 2007

Os ADIs possuem ainda uma alta capacidade de amortecimento e o peso específico menor que o do aço. Estas propriedades são fundamentais para a fabricação de peças na indústria. Engrenagens fabricadas em ADI são mais silenciosas e mais leves que engrenagens fabricadas em aço (18,19).

As propriedades mecânicas dos ADIs são influenciadas principalmente pelas variáveis apresentadas na figura 14.

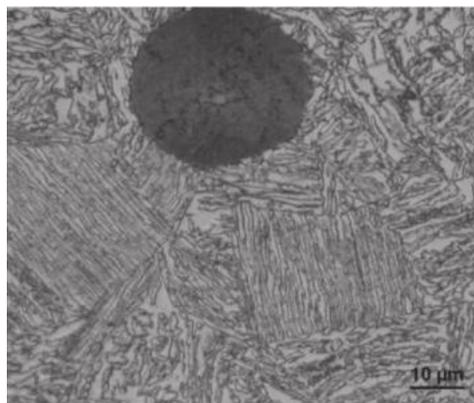
Figura 14 - Efeito da microestrutura e de variáveis de processo sobre as propriedades mecânicas em ferros fundido nodulares Austemperados



Fonte: Guessser, 2009

O ADI apresenta uma matriz de ausferrita, obtida com o tratamento térmico de austêmpera. A ausferrita é composta por finas agulhas de ferrita acicular e austenita estável (1). A figura 15 apresenta um exemplo da microestrutura característica de um ADI.

Figura 15 - Microestrutura de ferro fundido nodular austemperado. Nódulos de grafita, matriz de ausferrita. (1000X)



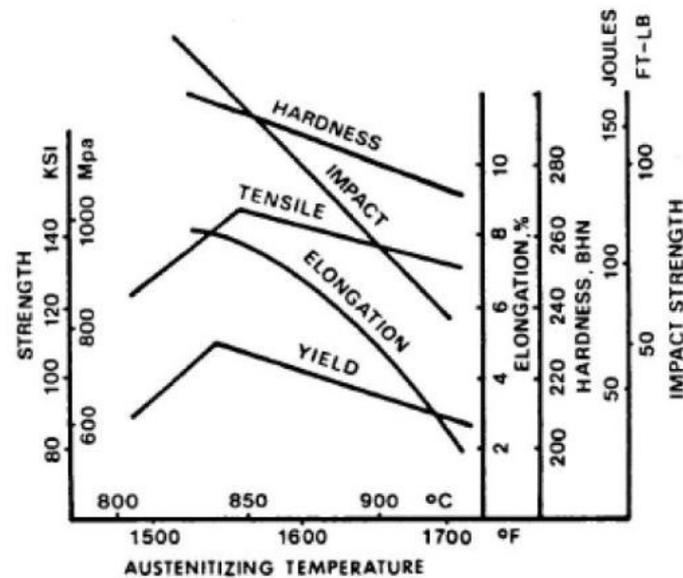
Fonte: Guessser, 2009

Na etapa de austenitização o material é aquecido a temperaturas entre 815°C e 950°C, dependendo da sua composição química. O objetivo é alcançar uma homogeneização progressiva do carbono na austenita, uma dissolução dos carbonetos existentes no material e diminuir a micro segregações de elementos de ligas. Com o aumento da temperatura de austenitização se incrementa o teor de carbono na austenita, o que resulta em tempos mais longos para se transformar em ausferrita. Em altas temperaturas resulta-se na presença considerável de martensita nas regiões de contorno de grão da austenita. Vale ressaltar que isto não é desejável para obter as propriedades mecânicas mais adequadas. Porém, um prolongamento desta etapa conduz a um tamanho excessivo de grão, o que provoca uma redução na ductilidade e tenacidade do material. No entanto, a prolongação do tempo ajuda a reduzir as micro segregações de elementos de ligas presente no material. Assim, deve-se ter um equilíbrio entre estes fatores para determinar o tempo desta etapa do tratamento (18,20).

Após a etapa de austenitização o resfriamento deve ser dado de forma rápida. Normalmente deve ser utilizados banhos de sais ou banhos de óleo extraíndo de forma rápida o calor da peça.

A transformação isotérmica é a etapa do tratamento na qual ocorrem as transformações microestruturais do material. O objetivo desta fase é permitir que a austenita se transforme isotermicamente em ausferrita. Deste modo, o tempo necessário dependerá da quantidade de austenita que se pretende transformar, da temperatura selecionada, da dimensão dos componentes e dos tipos de elementos de liga presente no material (17,18). A figura 16 apresenta as variações de temperatura de austenitização e a relação direta com a resistência a tração, ao impacto e a dureza.

Figura 16 - Influência da temperatura de austenitização nas propriedades mecânicas



Fonte: Guessser, 2009

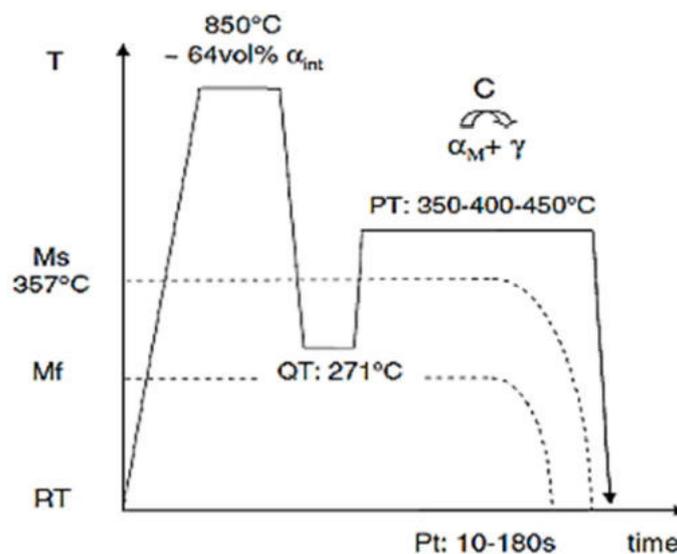
A temperatura de austêmpera determina a microestrutura final da matriz, por conseguinte, as propriedades mecânicas finais do ADI. As faixas típicas de temperaturas utilizadas são 240 – 400°C (16).

2.4 O Desenvolvimento do Processo do Tratamento Térmico de Têmpera e Partição

O conceito de tratamento térmico, denominado têmpera e partição, vem sendo estudado nos últimos anos como opção ao desenvolvimento de aços multifásicos contendo frações volumétricas de austenita retida enriquecida pelo fenômeno da partição térmica do carbono proveniente da martensita. Esses novos estudos de tratamentos térmicos envolvem a transformação parcial da austenita em martensita, através do resfriamento rápido até uma temperatura de têmpera selecionada cuidadosamente (entre M_i e M_f), seguido de um tratamento de partição térmica, cujo objetivo é o transporte do carbono a partir da martensita supersaturada para a austenita não transformada. A supersaturação de carbono promove a estabilização térmica da austenita permitindo que essa fração de

austenita fique estável até a temperatura ambiente (21). A figura 17 apresenta esquematicamente um ciclo típico de têmpera e partição.

Figura 17 – Ciclo esquemático do processo de têmpera e partição



Fonte: Speer, 2004

A quantidade final de austenita pode ser modificada após extinção ou arrefecimento até à temperatura ambiente, dependendo da estabilidade da austenita obtida durante o tratamento de partição. A microestrutura final desejada consiste em uma mistura de austenita retida em carbono e martensita.

No particionamento ideal não ocorrem reações concorrentes, como precipitação de carboneto ou formação de bainita. Os resultados indicam uma temperatura de arrefecimento ideal que produz uma quantidade máxima de austenita retida. Acima da temperatura ideal, frações substanciais de austenita permanecem após o passo de extinção inicial, mas a estabilidade da austenita é muito baixa durante a extinção final e quantidades de martensita aumentam, reduzindo a fração final de austenita à temperatura ambiente. Abaixo da temperatura ideal, muita austenita é consumida durante a saturação inicial antes da partição de carbono, e o teor de carbono da austenita retida é assumido como maior do que o necessário para a estabilização à temperatura ambiente (22).

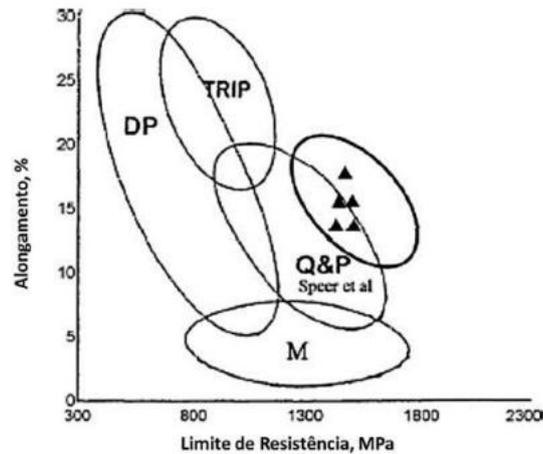
A partição difusional do carbono entre a ferrita e a austenita durante transformações que ocorrem em altas temperaturas é relativamente bem

entendida. Estas reações são frequentemente referenciadas como transformações reconstrutivas, porque os movimentos difusionais dos átomos são acompanhados por mudanças na estrutura cristalina entre CCC e CFC. Por outro lado, a migração do carbono a partir da martensita para a austenita remanescente após as transformações da têmpera ainda é pouco compreendida, sendo frequentemente considerada no contexto da precipitação de carbonetos durante o revenimento (3,23).

Existem evidências experimentais que confirmam a existência de partição de carbono entre os filmes de austenita contidos ao redor das agulhas de martensita. Esse fenômeno de partição pode ocorrer ao longo do resfriamento durante a têmpera, ou através da manutenção isotérmica após a transformação martensítica. Nos tratamentos térmicos de têmperas convencionais, o processo de partição de carbono entre a martensita e a austenita retida é geralmente ignorado, principalmente devido à supersaturação ser eliminada por processos competitivos, sendo o mais comum deles a precipitação de carbonetos durante o tratamento de revenido. No processo de têmpera e partição a supersaturação de carbono na martensita temperada é utilizada para estabilizar a austenita não transformada. Esse fenômeno só vai ser possível existindo austenita antes e depois da têmpera e uma vez que a precipitação de carbonetos durante o tratamento isotérmico seja de fato suprimida. Se essas condições forem satisfeitas, é possível obter uma austenita enriquecida em carbono proveniente da martensita que se torna estável à temperatura ambiente (3,23).

Os aços submetidos ao tratamento de têmpera e partição podem ser classificados como uma nova família de materiais que combinam altos limites de resistência com alta ductilidade, conforme representado na figura 18 (24).

Figura 18 – Comparativos de propriedades entre materiais de engenharia. Martensítico (M), *Transformation Induced Plasticity* (TRIP), *Dual Phase* (DP) e Têmpera e partição (Q&P)



Fonte: Matlock, 2010

Através destas propriedades obtidas no ciclo de têmpera e partição, esses materiais apresentam potencial para integrar a chamada terceira geração de aços de alta resistência, constituída por materiais com microestruturas de ferrita e martensita ou austenita e martensita. O desenvolvimento de aços dessa natureza dependerá da combinação de elevada resistência com elevada ductilidade. A austenita apresenta-se como um constituinte fundamental, fazendo com que o tratamento térmico de têmpera e partição se torne comercialmente viável (24).

2.5 Aplicação do Tratamento Térmico de Têmpera e Partição em Ferros Fundidos Nodulares

O tratamento térmico de têmpera e partição apresenta grande potencial de utilização em ferros fundidos nodulares, devido ao alto teor de silício utilizado na fabricação dessa classe de materiais e a importância desse elemento como forma de impedir a precipitação de carbonetos, auxiliando na retenção de austenita durante a etapa de partição. Essa é uma linha de estudos com grande potencial de desenvolvimento e uma alternativa aos ferros fundidos nodulares austemperados (ADI). A estrutura composta por martensita de baixo carbono e

austenita retida pode produzir boa combinação de resistência, ductilidade e tenacidade a exemplo do que ocorre com a estrutura composta por bainita livre de carbonetos misturada com austenita estabilizada que caracteriza o ADI (25).

Os autores testaram o tratamento de têmpera e partição em um ferro fundido nodular com 3,7%C, 2,5%Si, 0,34%Mn e 0,17%Cu. A temperatura de austenitização utilizada foi de 850°C com três temperaturas de têmpera subsequentes, sendo 137°C, 157°C e 172°C. O tempo de partição foi fixo em 30 minutos com várias faixas de temperatura que variaram entre 230 e 390°C. Foi possível obter uma fração significativa de austenita retida através da têmpera e partição, porém menor do que as frações que normalmente são obtidas através do tratamento de austêmpera. Os limites de resistência obtidos foram elevados, porém com valores de alongamento e energia absorvida ao impacto relativamente baixos. Novas experimentações serão necessárias para entender melhor as transformações ocorridas, otimizar os processos e caracterizar as vantagens industriais em sua aplicação (25).

O tratamento térmico de têmpera e partição é viável em ferros fundidos nodulares com frações volumétricas consideráveis de austenita retida. A análise microestrutural através de MEV evidencia que a microestrutura obtida através dos ciclos de têmpera e partição é composta por uma mistura de martensita particionada (baixo carbono) + martensita de alto carbono + ausferrita (ferrita bainítica isenta de carbonetos + austenita retida). Existem diferenças significativas entre a microestrutura das regiões intercelulares e nas proximidades dos nódulos de grafita. Nas regiões intercelulares há predominância de martensita de alto carbono formada a partir de austenita instável. Nas demais regiões predomina a presença de ausferrita formada no ciclo de partição. Essas diferenças são provenientes do gradiente de composição química entre essas regiões que são produzidas pela segregação de elementos químicos durante a solidificação. Essa segregação por sua vez age alterando as temperaturas M_i , produzindo diferentes microestruturas (3).

A combinação de propriedades obtida em algumas condições do ciclo de têmpera e partição é muito interessante do ponto de vista de engenharia,

apresentando potencial competitivo em relação aos ferros fundidos nodulares austemperados (3).

2.6 O Comportamento das Propriedades Mecânicas do Ferro Fundido Nodular Submetido a Condições de Baixas Temperaturas

Para muitas aplicações, as peças fundidas são tratadas termicamente antes do serviço. O tratamento térmico subcrítico é comumente usado para melhorar e transformar qualquer austenita retida que permaneça. O tratamento térmico de desestabilização envolve a temperaturas de 1000°C para precipitar carbonetos secundários na austenita, reduzindo assim o conteúdo aliado da matriz. Os carbonetos eutéticos geralmente não são afetados pelo tratamento térmico de desestabilização. Vários autores sugeriram que os carbonetos secundários desempenham um papel na determinação da microestrutura e propriedades mecânicas de ferros fundidos com tratamento térmico. O tipo de carboneto que precipita depende da composição da liga e da desestabilização da temperatura. As propriedades dos ferros fundidos podem ser melhorados pelo tratamento criogênico. A maioria dos pesquisadores acredita que o tratamento criogênico promove a transformação completa da austenita retida em martensita, melhorando sua resistência (26).

Durante o tratamento criogênico, os carbonetos secundários precipitam na matriz austenítica, promovendo a transformação da austenita retida em martensita. As ligas tratadas de forma criogênicas produzem dureza superior e maior resistência ao desgaste do que às ligas sem tratamento criogênico (26).

O tratamento criogênico de metais pode melhorar as características de desgaste do material e se trata de um processo relativamente novo. É significativo a melhoria da resistência ao desgaste de ferramentas de usinagem e várias ferramentas de aços utilizados na indústria de celulose e papel. Alguns elementos de máquinas, e matrizes usadas na conformação de metais, exibiram aumentos na vida útil em fatores multiplicados por seis após tratamento criogênico. Embora alguns pesquisadores utilizam nitrogênio líquido como meio de resfriamento, o processo de tratamento mais efetivo utiliza nitrogênio em gás,

por causarem menos problemas com variações de temperaturas e também pelo resfriamento mais lento causado pelo gás. Segundo o autor, embora as amostras apresentaram um aumento da resistência ao desgaste após o tratamento criogênico, não houve variação de valores dureza antes e após o tratamento criogênico (27).

O ferro fundido submetido a tratamento criogênico foi investigado e os resultados mostraram que a dureza e a resistência a abrasão melhoraram muito devido à grande quantidade de austenita retida transformar-se em martensita. Os autores citam ainda que o tratamento criogênico transformam boa parte de austenita retida em martensita mas nunca conseguem sua eliminação total (29).

3. METODOLOGIA

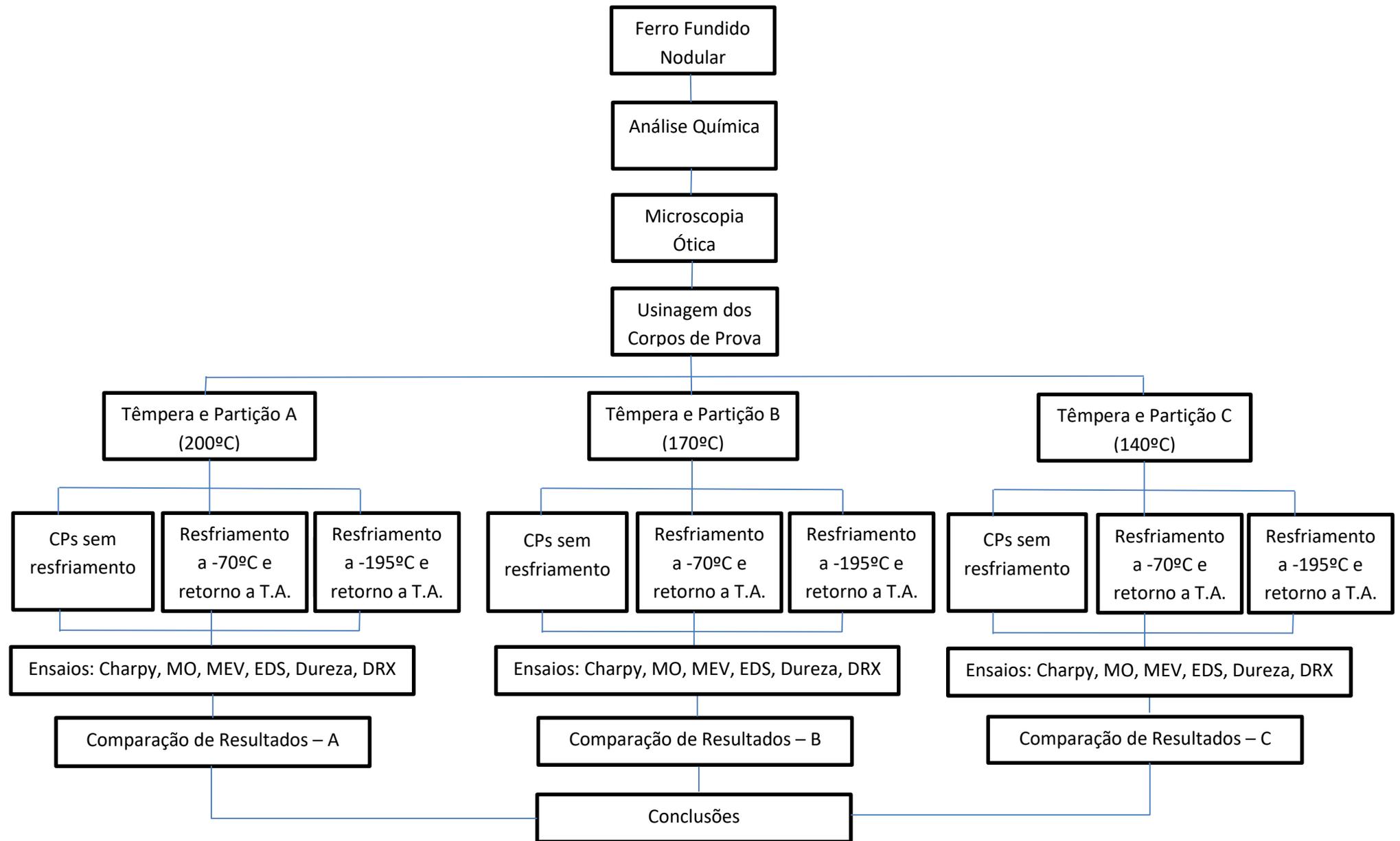
Neste capítulo será abordado de forma detalhada a metodologia experimental que foi aplicada neste trabalho além dos ensaios e análises que foram realizados neste estudo. Com o objetivo de transmitir uma visão global dos procedimentos adotados, apresenta-se de forma resumida as principais etapas e então será exibida a figura 19, que apresenta a estrutura analítica experimental do estudo.

As principais etapas, em ordem cronológica, foram as seguintes:

- Caracterização inicial do material, através de análise química, microscopia ótica através de metalografia e ensaio de dureza e microdureza Vickers;
- Usinagem dos corpos de provas para ensaio de impacto Charpy. Foram usinados 30 corpos de prova, conforme ASTM E-23, porém os mesmos foram usinados sem entalhe;
- Os corpos de prova foram divididos em três grupos e submetidos ao processo de tratamento térmico de têmpera e partição com três parâmetros diferentes de resfriamento que são 200°C, 170°C e 140°C;
- Os corpos de prova submetidos a cada parâmetro do processo de têmpera e partição foram subdivididos em três grupos de três corpos de provas. O primeiro grupo passou por ensaios de impacto, dureza e microdureza, microscopia ótica, microscopia eletrônica, EDS e DRX, logo após o processo de têmpera e partição. O segundo grupo foi resfriado a temperatura de -70°C em ultra freezer por 24h e depois de retornar a temperatura ambiente foram submetidos aos ensaios citados. O terceiro grupo de corpos de prova foi submetido a temperatura de -195,6° em nitrogênio líquido por 24h e depois de retornar a temperatura ambiente foram ensaiados nas mesmas condições.
- Enfim os dados de cada corrida foram analisados e comparados com a bibliografia afim de verificar se houve ou não a estabilidade da austenita

em peças submetidas ao processo de têmpera e partição e após passarem por processos de criogenia e sub zero.

Figura 19 – Estrutura analítica experimental



Fonte: Próprio autor

3.1 Caracterização Inicial

O material em estudo neste trabalho foi disponibilizado pelo curso técnico de Fabricação Mecânica do Campus Rio Grande do IFRS. As amostras de ferro fundido nodular FE 45012, partiram de uma barra cilíndrica de 6 polegadas de diâmetro conforme figura 20.

Figura 20 – Barra de Ferro Fundido Nodular FE-45012



Fonte: Próprio autor

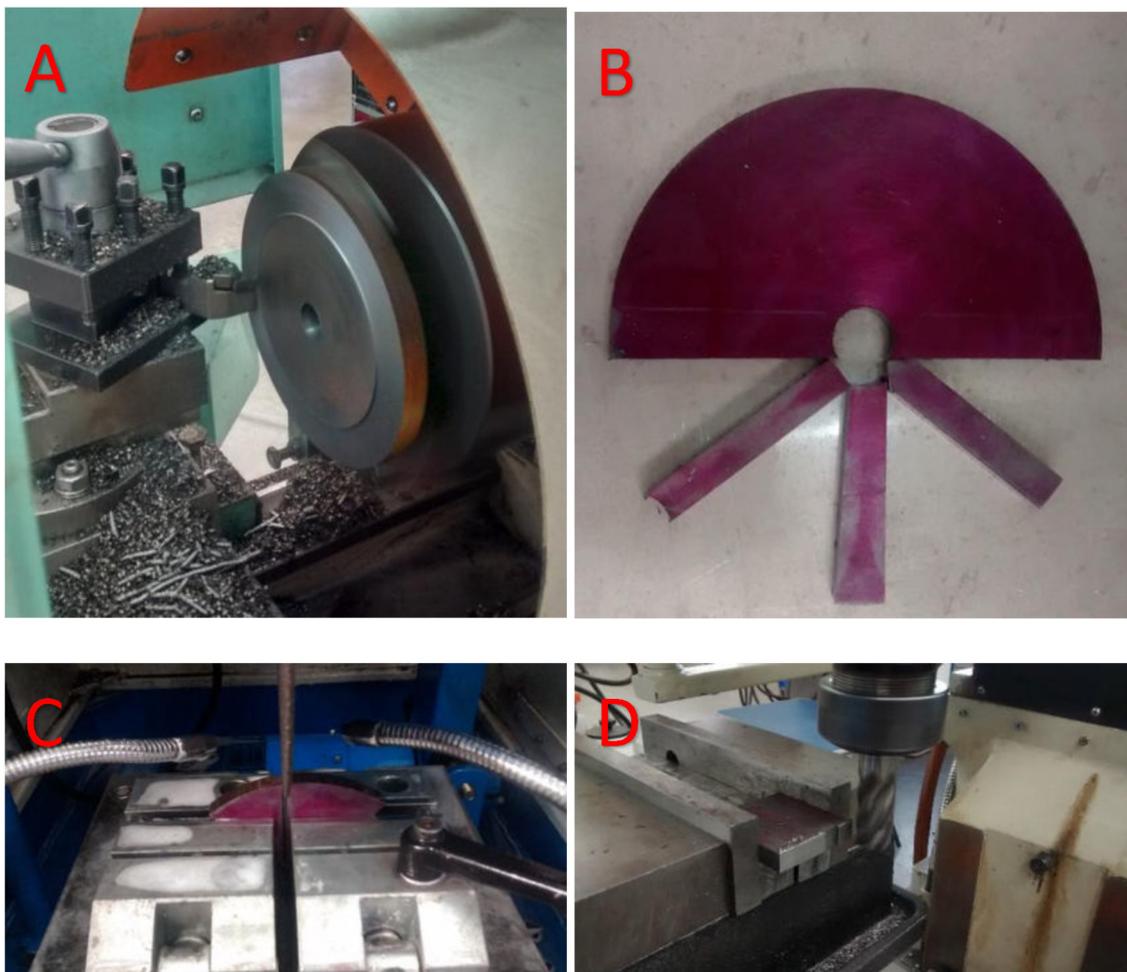
Foram retiradas pequenas amostras desta barra para a realização da caracterização inicial do material. Esta caracterização consistiu em realização de análise química pelo processo de espectrometria, metalografia da microestrutura inicial com a análise em microscópio óptico e por último foram realizadas medições de dureza e microdureza Vickers.

3.2 Usinagem dos Corpos de Prova para Ensaio de Impacto Charpy

Os corpos de provas foram usinados no Laboratório de Usinagem do curso técnico de Fabricação Mecânica no Campus Rio Grande do IFRS. Primeiramente a barra de ferro fundido nodular FE 45012 foi serrada em fatias de aproximadamente 12mm de espessura utilizando uma serra fita horizontal da marca Manrod modelo MR-122. Este material foi levado ao torno mecânico da

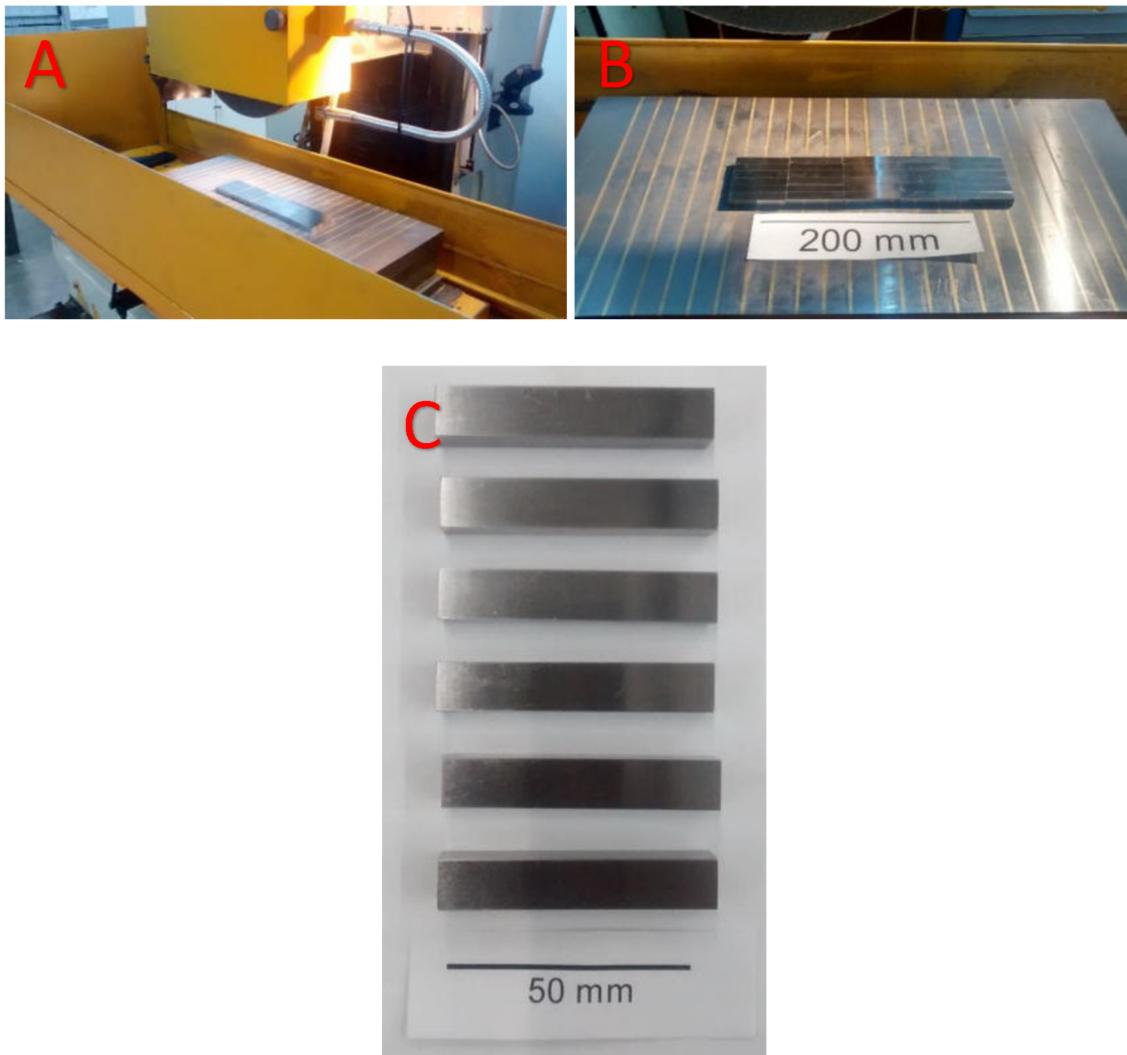
marca Nardine modelo Mascote MS205, conforme figura 21-A, onde foram devidamente faceados até a dimensão de 10,5mm. Os corpos de prova foram marcados e cortados em cortadora metalográfica da marca Arotec, figura 21-B e C e levados para fresadora da marca Atlasmaq modelo FHA-40 para usinagem das outras faces conforme figura 21-D. Os corpos de prova ficaram com sobremetal suficiente para a usinagem final em retificadora plana da marca Atlasmaq modelo RPA-800, conforme figura 22, onde os mesmos ficaram com as dimensões finais para o ensaio de impacto Charpy de 10 x 10 x 55 mm conforme definidos pela NBR 6157.

Figura 21 – Processos iniciais de Usinagem CPs Charpy: (A) Torneamento; (B) Esquema de retirada dos CPs; (C) Corte dos CPs; (D) Fresagem



Fonte: Próprio autor

Figura 22 – Retificação dos CPs Charpy: (A) e (B) Posicionamento dos CPs na retificadora plana; (C) CPs retificados



Fonte: Próprio autor

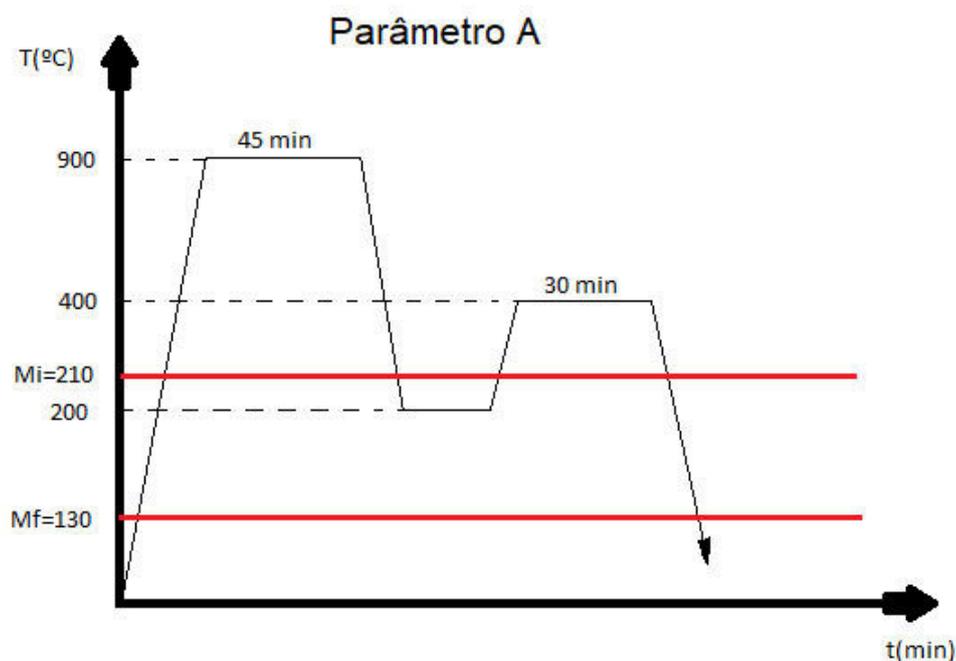
Foram usinados um total de 30 corpos de prova para ensaio de impacto Charpy. Devido as dificuldades encontradas para a realização da usinagem do raio do entalhe dos corpos de prova Charpy conforme a norma ASTM E-23 optou-se, com base em trabalhos anteriores (34) e por se tratar de um material com características frágeis, não realizar a usinagem do entalhe em V nos corpos de prova Charpy.

3.3 Tratamento Térmico de Têmpera e Partição

Após a finalização da usinagem os corpos de prova foram enviados para uma empresa da região metropolitana de Porto Alegre – RS, a fim de que se realizasse o processo de têmpera e partição. Foram utilizados fornos de atmosfera controlada com resfriamento em banho de sal AS140 Durferrit. As amostras foram austenitizadas a temperatura de 900°C por 45 minutos. Cada grupo de nove corpos de provas foi submetido a um parâmetro de resfriamento no processo de têmpera, 200°C (A), 170°C (B) e 140°C (C). Estas temperaturas foram definidas por estarem entre as temperaturas de M_i e M_f que estão em torno de 210°C e 130°C respectivamente. Em seguida do resfriamento as amostras foram reaquecidas novamente para realizar a etapa de partição do carbono a uma temperatura de 400°C por 30 minutos. Após este processo as amostras foram resfriadas novamente em banho de sal.

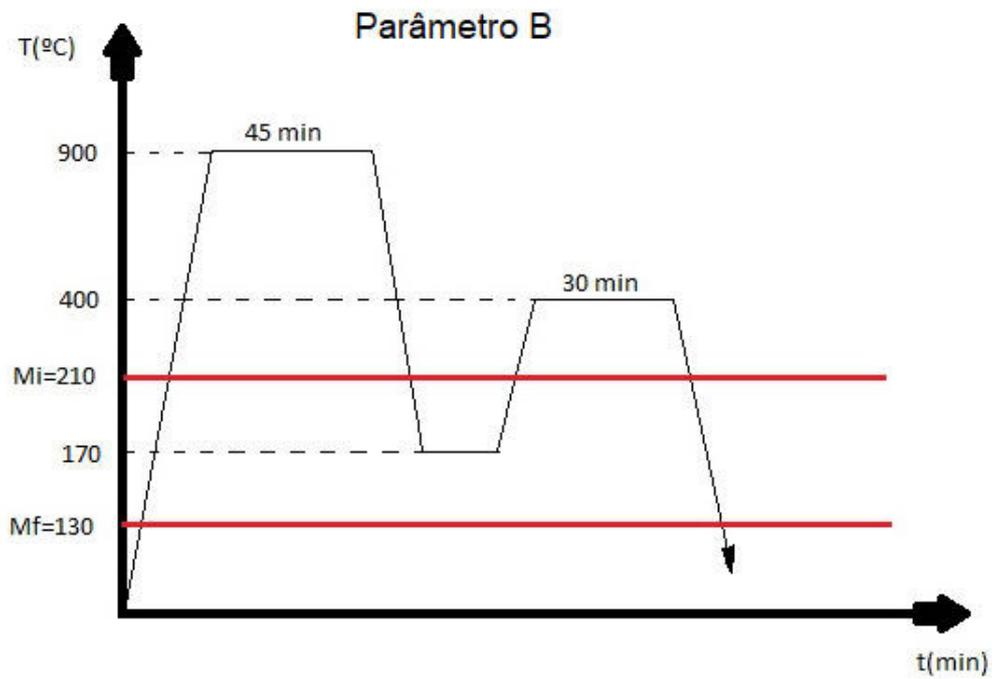
As figuras 23, 24 e 25 representam de forma gráfica os processos de tratamento térmico de têmpera e partição que foram aplicados em cada parâmetro neste estudo.

Figura 23 – Gráfico do processo de têmpera e partição para o parâmetro A



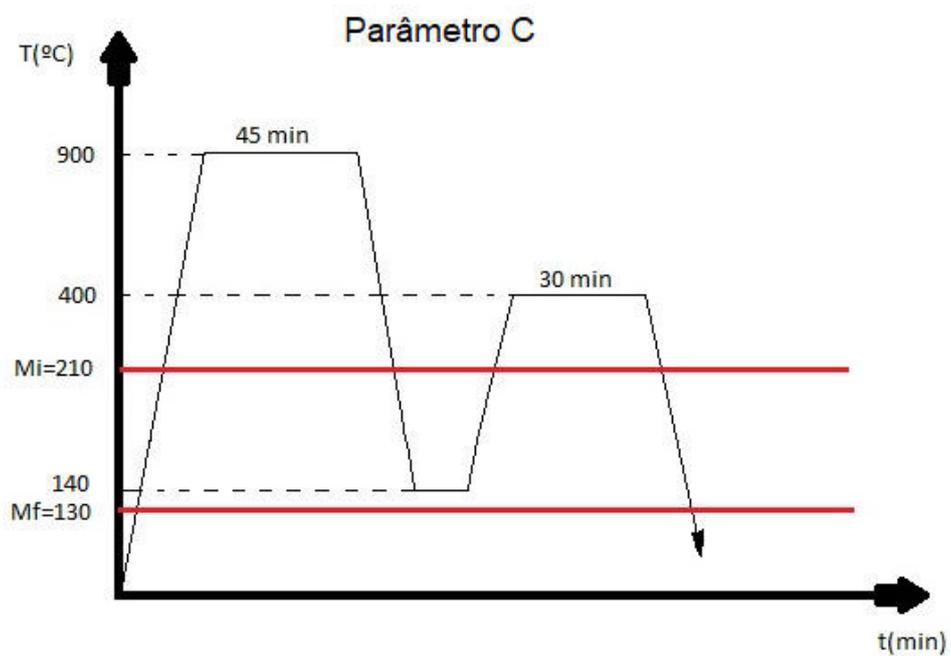
Fonte: Próprio autor

Figura 24 – Gráfico do processo de têmpera e partição para o parâmetro B



Fonte: Próprio autor

Figura 25 – Gráfico do processo de têmpera e partição para o parâmetro C



Fonte: Próprio autor

3.4 Processo de Resfriamento em Temperatura Criogênica

O tratamento criogênico foi realizado na própria FURG onde três corpos de prova de cada parâmetro foram colocados em banho de nitrogênio líquido a temperatura de $-195,6^{\circ}\text{C}$ por 24 horas, conforme figura 26.

Figura 26 – Recipiente com nitrogênio líquido



Fonte: Próprio autor

A figura 27 mostra os corpos de prova ainda congelados recém retirados do contato com nitrogênio líquido.

Figura 27 – Corpos de prova congelados



Fonte: Próprio autor

Somente após 24 horas após a retirada dos corpos de provas do contato com o nitrogênio líquido que foram realizados os ensaios de impacto Charpy, dureza e microdureza Vickers. O objetivo desta etapa é verificação se a austenita remanescente do processo de tempera e partição se manteve estável após o tratamento criogênico.

3.5 Processo de Resfriamento em Temperatura Sub Zero

O tratamento sub zero foi realizado na própria FURG onde três corpos de prova de cada parâmetro foram colocados em um ultra freezer da marca Coldlab modelo CL374-80V a temperatura de -70°C por 24 horas, conforme figura 28.

Figura 28 – Ultra Freezer



Fonte: Próprio autor

A figura 29 apresenta os corpos de prova ainda congelados em ultra freezer.

Figura 29 – Corpos de prova em ultra freezer



Fonte: Próprio autor

Somente após 24 horas da retirada dos corpos de provas do ultra freezer que foram realizados os ensaios de impacto Charpy, dureza e microdureza Vickers. O objetivo desta etapa é verificação se a austenita remanescente do processo de tempera e partição se manteve estável após o tratamento sub zero.

3.6 Ensaios

3.6.1 Análise Química

Utilizando um espectrômetro de emissão ótica modelo Foundry-Master Pro da marca Oxford Instruments, conforme figura 30, realizou-se a análise da composição química do material base. Para análise química foi utilizada uma amostra polida do ferro fundido nodular e realizada a análise em cinco pontos diferentes da amostra. O objetivo deste procedimento é verificar se a composição química da liga FE-45012 condiz com a especificada nas normas e literaturas reconhecidas.

Figura 30 - Espectrômetro de Emissão Óptica



Fonte: Próprio autor

3.6.2 Medição de Dureza e Microdureza Vickers

Foram realizados dez pontos de medição de dureza Vickers (HV10) e dez pontos de microdureza Vickers (HV1) em cada amostra sobre a superfície do material base para verificar a dureza do material na condição de como recebido. Também foi realizado o mesmo procedimento para cada parâmetro do material apenas com têmpera e partição, com têmpera e partição com criogenia e têmpera e partição com sub zero. Estas medições foram realizadas em um durômetro digital da marca Pantec, modelo MV10A-1, conforme figura 31. Este ensaio foi realizado no Laboratório de Ensaios Metalúrgicos – LABEM pertencente ao curso técnico de Fabricação Mecânica do IFRS. Foi utilizado a carga de 10 Kgf para a dureza Vickers e 1 Kgf para microdureza Vickers.

Figura 31 - Durômetro Digital marca Pantec modelo MV10A-1



Fonte: Próprio autor

3.6.3 Análise Micrográfica em Microscópio Óptico

Para a micrografia as amostras foram lixadas obedecendo à seguinte ordem granulométrica das lixas: 120, 220, 320, 400, 600 e 1200 mesh. Depois de terminada esta etapa, as amostras foram polidas com pasta de diamante de 3 microns e 1 micron. Logo em seguida as amostras foram atacadas com Nital 2% durante 5 segundos. Depois de atacadas, as amostras foram analisadas através de um microscópio óptico de luz refletida com sistema de análise de imagens da marca Olympus GX 51S, conforme figura 32, com o intuito de identificar as microestruturas das amostras em cada parâmetro estudado. Estas análises foram realizadas no Laboratório de Metalografia do PPMec da FURG.

Figura 32 - Microscópio ótico de luz refletida com sistema de análise de imagens - Olympus GX 51S

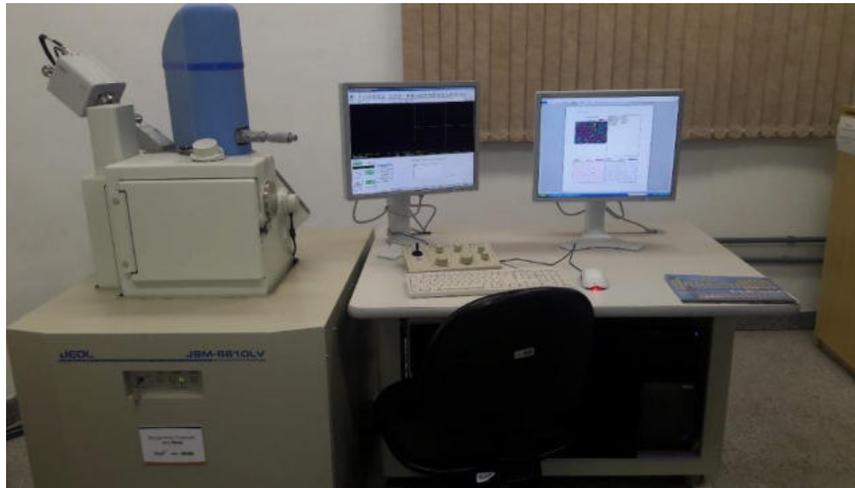


Fonte: Próprio autor

3.6.4 Análise Micrográfica em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) e Análise em Microsonda de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

Analogamente a análise micrográfica em microscópio óptico também foi realizado a análise em microscópio eletrônico de varredura – MEV, marca Jeol modelo JSM – 6610LV, conforme figura 33 no Centro de Microscopia Eletrônica da Zona Sul – CEME SUL. As imagens foram realizadas com detector de elétrons secundários e retro espalhados nas magnificações de 1500x e 3500x. O objetivo da alta magnificação em MEV foi detectar a presença de ilhas de austenita remanescente do processo de têmpera e partição para realizar a análise da imagem.

Figura 33 - Microscópio Eletrônico de Varredura com microsonda de EDS.



Fonte: Próprio autor

Também com a magnificação de 3500x foi realizada com o auxílio da microsonda EDS a quantificação da composição química nas diversas fases e microconstituintes contidos na microestrutura do material. Em cada amostra foram realizadas quatro ou cinco medições por imagem dependendo do tipo de microestrutura encontrada.

3.6.5 Ensaio de Impacto Charpy

Para realização do ensaio de impacto Charpy foi utilizado um total de 30 corpos de prova, que foram todos ensaiados em temperatura ambiente. Foram ensaiadas três amostras de material base, três amostras de cada parâmetro de têmpera e partição, três amostras de cada parâmetro de têmpera e partição com criogenia e três amostras de cada parâmetro de têmpera e partição com sub zero, totalizando as 30 amostras já citadas anteriormente.

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do PPMec na FURG e foi utilizado uma máquina de ensaio de impacto Charpy com capacidade de 300J e martelo de 30Kg, conforme figura 34.

Figura 34 – Máquina de Ensaio de Impacto Charpy



Fonte: Próprio autor

3.6.6 Análise Fractográfica em Lupa e MEV

As análises das fraturas dos corpos de provas Charpy foram realizados em microscópio metalúrgico de baixa magnificação – Lupa da marca Leica modelo S6D, conforme figura 35, e também em microscópio eletrônico de varredura – MEV (figura 33). O objetivo é verificar o tipo de fratura identificando o tipo de mecanismo de falha.

Figura 35 – Microscópio metalúrgico de baixa magnificação



Fonte: Próprio autor

3.6.7 Difração de Raio-X

O ensaio de difração de raios-x (DRX) foi utilizado com o objetivo de realizar uma caracterização complementar das amostras a fim de identificar os picos correspondentes as respectivas fases no material em análise. O equipamento utilizado foi um difratômetro de raios-x Bruker, modelo D8 Advance, conforme figura 36. Para a plotagem dos gráficos foi utilizado o auxílio do software *Origin 8.0*. Este ensaio foi realizado no Centro de Microscopia Eletrônica da Zona Sul – CEMESUL da FURG.

Figura 36 – Difratorômetro de Raio-X



Fonte: Próprio autor

4. ANÁLISE E INTERPRETAÇÃO DOS RESULTADOS

4.1 Análise Química

A análise química do material base foi realizada no Laboratório de Inspeção pertencente ao PPMec da Escola de Engenharia da FURG. O equipamento utilizado para a realização da análise foi um espectrômetro de emissão óptico modelo Foundry-Master Pro, Oxford.

Foram realizados cinco pontos de medições partindo do centro da amostra para a periferia já que o ferro fundido possui uma variação de sua composição química conforme o sentido do seu resfriamento. Os resultados são apresentados na Tabela 01.

Tabela 01 – Composição química do ferro fundido nodular

	Elementos Químicos (%)							
	Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
Ponto 1	79,5000	4,5000	1,6900	0,0990	0,0050	0,0050	0,1220	0,0250
Ponto 2	76,7000	4,5000	1,5400	0,0830	0,0050	0,0050	0,0259	0,0457
Ponto 3	80,9000	4,5000	1,6100	0,0893	0,0050	0,0050	0,0212	0,0281
Ponto 4	85,4000	4,5000	1,8500	0,1030	0,0050	0,0050	0,0264	0,0113
Ponto 5	81,6000	4,5000	1,6600	0,0901	0,0050	0,0050	0,0232	0,0279
Média	80,8200	4,5000	1,6700	0,0929	0,0050	0,0050	0,0437	0,0276
Desvio Padrão	3,1744	0,0000	0,1155	0,0080	0,0000	0,0000	0,0438	0,0123

	Elementos Químicos (%)								
	Ni	Al	Co	Cu	Nb	Ti	V	W	Pb
Ponto 1	0,0793	0,0088	0,0050	2,3100	0,0181	0,0112	0,0067	0,2000	0,2000
Ponto 2	0,0716	0,0118	0,0050	2,4400	0,0252	0,0140	0,0075	0,3980	0,2000
Ponto 3	0,0432	0,0092	0,0050	2,2100	0,0189	0,0134	0,0063	0,2330	0,2000
Ponto 4	0,0185	0,0050	0,0050	1,6800	0,0121	0,0113	0,0050	0,3750	0,0907
Ponto 5	0,0500	0,0110	0,0050	2,1500	0,0179	0,0116	0,0060	0,3520	0,2000
Média	0,0525	0,0092	0,0050	2,1580	0,0184	0,0123	0,0063	0,3116	0,1781
Desvio Padrão	0,0241	0,0026	0,0000	0,2889	0,0047	0,0013	0,0009	0,0891	0,0489

Fonte: Próprio autor

Como pode ser observado na tabela 01, os elementos químicos presentes no metal base foram obtidos dentro do planejamento experimental e em concordância com a literatura (32).

4.2 Medição de Dureza e Microdureza Vickers

Nas tabelas 02, 03, 04 e 05 são apresentados os resultados das medições de dureza Vickers (HV10) e microdureza Vickers (HV1). Foram realizados 10 pontos de medições de cada escala por amostra. Em cada parâmetro analisado foram utilizadas duas amostras.

Tabela 02 – Resultados da medição de dureza e microdureza para o material base

	Material Base (HV)			
	Amostra 1		Amostra 2	
	HV 10	HV 1	HV 10	HV 1
Ponto 1	172,6	203,3	174,6	201,3
Ponto 2	183,4	206,1	183,0	207,8
Ponto 3	175,0	201,9	177,8	201,0
Ponto 4	182,8	176,1	187,3	178,9
Ponto 5	176,1	206,3	171,6	201,0
Ponto 6	177,5	210,7	173,6	204,5
Ponto 7	181,7	213,0	180,1	201,9
Ponto 8	174,2	198,9	175,0	189,8
Ponto 9	176,6	184,1	177,0	180,0
Ponto 10	165,0	214,4	171,9	206,9
Média	176,5	201,5	177,2	197,3
Desvio Padrão	5,5	12,4	5,0	10,6

Fonte: Próprio autor

Tabela 03 – Resultados da medição de dureza e microdureza após o tratamento térmico de têmpera e partição

	Têmpera e Partição (HV)											
	A - Resfriamento 200°C				B - Resfriamento 170°C				C - Resfriamento 140°C			
	Amostra 1		Amostra 2		Amostra 1		Amostra 2		Amostra 1		Amostra 2	
	HV 10	HV 1	HV 10	HV 1	HV 10	HV 1	HV 10	HV 1	HV 10	HV 1	HV 10	HV 1
Ponto 1	330,8	251,8	292,0	254,4	341,6	402,5	288,0	273,3	294,3	240,8	320,0	227,0
Ponto 2	327,4	298,5	319,3	237,1	392,9	377,7	267,6	313,3	312,7	220,0	320,3	229,6
Ponto 3	312,1	251,8	317,9	327,5	377,9	365,3	270,6	266,4	317,3	197,3	299,7	188,7
Ponto 4	300,9	249,3	323,9	219,1	359,9	346,2	282,4	201,5	311,5	324,8	294,3	226,4
Ponto 5	302,1	279,6	328,7	251,8	312,1	424,1	274,3	297,1	302,7	331,9	297,9	300,9
Ponto 6	355,1	398,1	297,8	306,8	352,8	459,9	294,3	292,0	289,1	353,4	319,9	171,6
Ponto 7	305,2	277	340,1	206,5	392,0	450,1	314,7	225,5	320,6	238,8	318,4	295,3
Ponto 8	314,0	278,7	346,8	201,2	328,0	423,3	265,5	210,7	331,5	354,0	312,1	255,5
Ponto 9	342,3	237,8	310,2	261,6	395,6	465,3	250,6	279,2	313,4	283,1	323,3	267,6
Ponto 10	359,9	327,5	302,7	257,4	359,9	312,8	305,2	310,7	289,7	254,8	292,0	231,8
Média	325,0	285,0	317,9	252,3	361,3	402,7	281,3	267,0	308,3	279,9	309,8	239,4
Desvio Padrão	21,7	47,9	17,8	40,5	28,6	51,2	19,6	40,8	14,0	57,6	12,4	41,6

Fonte: Próprio autor

Tabela 04 – Resultados da medição de dureza e microdureza das amostras temperadas e particionadas e após processo de criogenia

	Têmpera e Partição com Criogenia a -195,6°C (HV)											
	A - Resfriamento 200°C				B - Resfriamento 170°C				C - Resfriamento 140°C			
	Amostra 1		Amostra 2		Amostra 1		Amostra 2		Amostra 1		Amostra 2	
	HV 10	HV 1	HV 10	HV 1	HV 10	HV 1	HV 10	HV 1	HV 10	HV 1	HV 10	HV 1
Ponto 1	375,4	278,7	421,5	360,2	408,7	304,8	326,7	208,5	462,4	417,0	501,7	400,3
Ponto 2	376,3	277,9	405,8	481,4	389,0	349,2	390,0	352,2	463,6	459,0	494,0	434,7
Ponto 3	380,0	273,3	410,6	361,4	399,8	272,4	395,8	268,4	562,9	613,0	474,2	541,8
Ponto 4	374,3	303,4	392,9	412,3	367,9	217,6	351,3	423,3	643,5	663,3	460,1	635,9
Ponto 5	393,8	258,5	391,1	379,1	412,6	420,9	330,8	241,5	530,8	325,8	429,6	328,6
Ponto 6	370,4	300,1	386,6	389,5	412,6	316,3	340,8	248,5	549,2	335,2	513,7	443,1
Ponto 7	376,3	313,8	401,1	385,3	403,4	265,2	387,8	245,0	509,6	331,9	497,8	544,2
Ponto 8	363,9	250,7	392,0	310,7	421,5	232,8	338,6	175,4	578,7	372,4	500,4	444,0
Ponto 9	370,4	330,8	421,5	407,0	412,6	180,7	352,1	243,6	448,9	655,5	500,4	598,0
Ponto 10	365,7	264,0	404,0	486,3	405,8	232,5	391,1	397,3	524,6	652,4	471,8	543,0
Média	374,7	285,1	402,7	397,3	403,4	279,2	360,5	280,4	527,4	482,6	484,4	491,4
Desvio Padrão	8,4	25,9	12,4	53,8	15,3	70,8	27,6	82,1	60,2	147,0	25,4	95,9

Fonte: Próprio autor

Tabela 05 – Resultados da medição de dureza e microdureza das amostras temperadas e particionadas e após processo de resfriamento sub zero

	Têmpera e Partição com sub zero a -70°C (HV)											
	A - Resfriamento 200°C				B - Resfriamento 170°C				C - Resfriamento 140°C			
	Amostra 1		Amostra 2		Amostra 1		Amostra 2		Amostra 1		Amostra 2	
	HV 10	HV 1	HV 10	HV 1	HV 10	HV 1	HV 10	HV 1	HV 10	HV 1	HV 10	HV 1
Ponto 1	325,3	330,2	321,9	208,2	353,6	280,9	330,8	433,9	420,5	373,1	469,4	575,8
Ponto 2	317,3	198,6	336,0	189,4	336,5	249,3	371,2	287,5	429,6	222,1	440,2	569,5
Ponto 3	290,8	362,1	276,4	217,6	371,2	214,4	338,6	340,9	404,0	194,6	435,9	494,3
Ponto 4	307,7	288,8	265,0	181,3	314,0	249,6	357,5	327,5	380,5	285,7	431,7	339,8
Ponto 5	323,3	180,4	272,2	149,3	315,3	218,5	294,3	250,7	424,5	437,2	447,8	580,9
Ponto 6	317,0	264,0	272,7	176,9	330,8	234,4	328,7	208,5	387,5	320,0	405,8	413,1
Ponto 7	301,2	214,7	289,7	241,5	326,7	233,1	335,1	235,8	424,5	201,7	447,8	433,9
Ponto 8	317,9	261,2	335,8	293,4	327,4	375,7	344,5	247,5	432,8	271,6	426,5	420,9
Ponto 9	319,9	171,2	339,4	224,5	334,4	339,2	318,6	301,9	378,8	529,3	425,0	275,4
Ponto 10	319,3	208,5	343,0	329,7	328,7	311,2	317,3	189,2	424,5	421,7	438,9	349,2
Média	314,0	248,0	305,2	221,2	333,9	270,6	333,7	282,3	410,7	325,7	436,9	445,3
Desvio Padrão	10,8	64,5	32,6	55,1	17,2	54,8	21,6	72,5	21,1	112,2	16,8	107,6

Fonte: Próprio autor

Percebe-se nas tabelas 02, 03, 04 e 05 que os resultados das medições de microdureza possuem um alto desvio padrão devido a microestrutura heterogênea do ferro fundido nodular. Além da microestrutura apresentar nódulos de grafita, a mesma ainda apresenta uma matriz ferrítica-perlítica o que dificulta ainda mais as análises de dureza e microdureza com a aplicação de baixas cargas no ensaio Vickers. Quando aplica-se uma carga maior,

aumentamos a área de contato do edentador com a superfície, a partir disto consegue-se medir a dureza com menor índice de variabilidade e consequentemente menor desvio padrão.

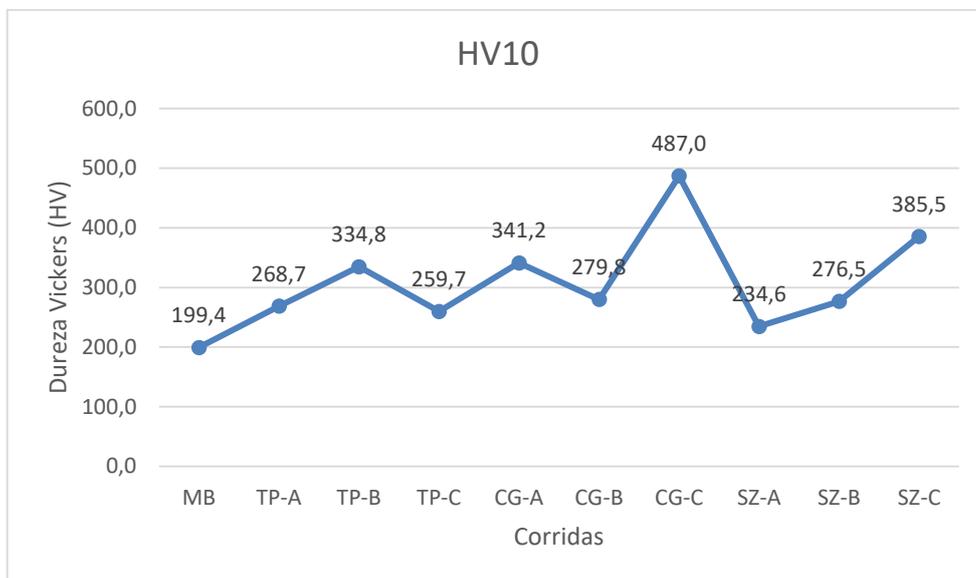
Tabela 06 – Resultado das médias das durezas e microdurezas em todos os parâmetros estudados

Resultados das Médias de Durezas (HV)			
		HV 10	HV 1
Material Base		199,4	176,8
Têmpera e Partição	A	268,7	321,5
	B	334,8	321,3
	C	259,7	309,0
Têmpera e Partição com Criogenia a -195,6°C	A	341,2	388,7
	B	279,8	381,9
	C	487,0	505,9
Têmpera e Partição com sub zero a -70°C	A	234,6	309,6
	B	276,5	333,8
	C	385,5	423,8

Fonte: Próprio autor

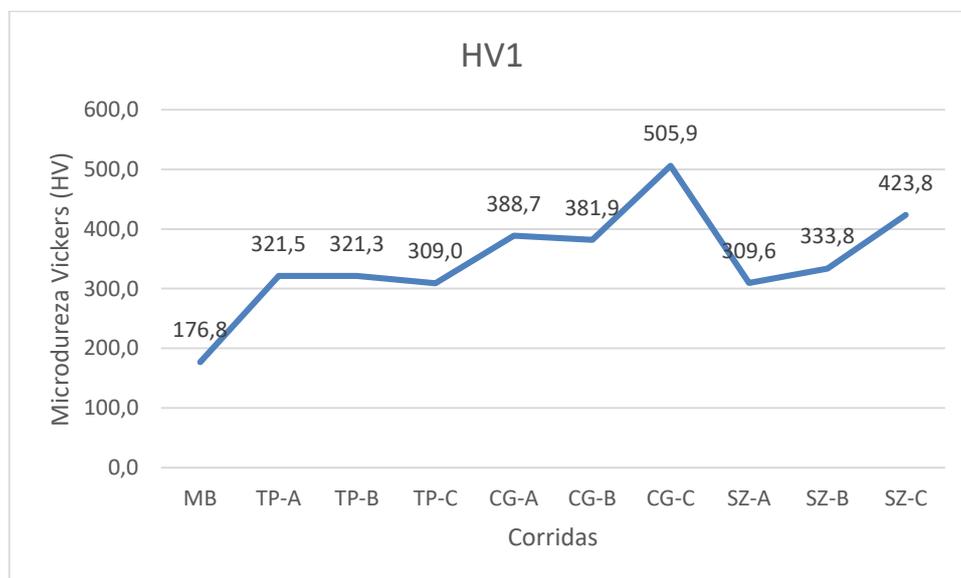
Conforme demonstrado na tabela 06 todas as amostras aumentaram a dureza em relação ao material base após o tratamento térmico de têmpera e partição.

Figura 37 – Gráfico das médias dos resultados de dureza Vickers



Fonte: Próprio autor

Figura 38 - Gráfico das médias dos resultados de microdureza Vickers



Fonte: Próprio autor

Após a realização dos tratamentos criogênicos e sub zero percebe-se nas figuras 37 e 38 que as amostras submetidas ao parâmetro C obtiveram considerável acréscimo de seus valores de dureza. Isto se deve em função do parâmetro C ser a temperatura mais próxima da temperatura de transformação final martensítica, o que pode ter levado a parte da austenita retida a se transformar em martensita após a aplicação dos processos de tratamento criogênicos e sub zero. Nos parâmetros A e B de criogenia e sub zero, não houve mudança significativa em relação ao processo de têmpera e partição.

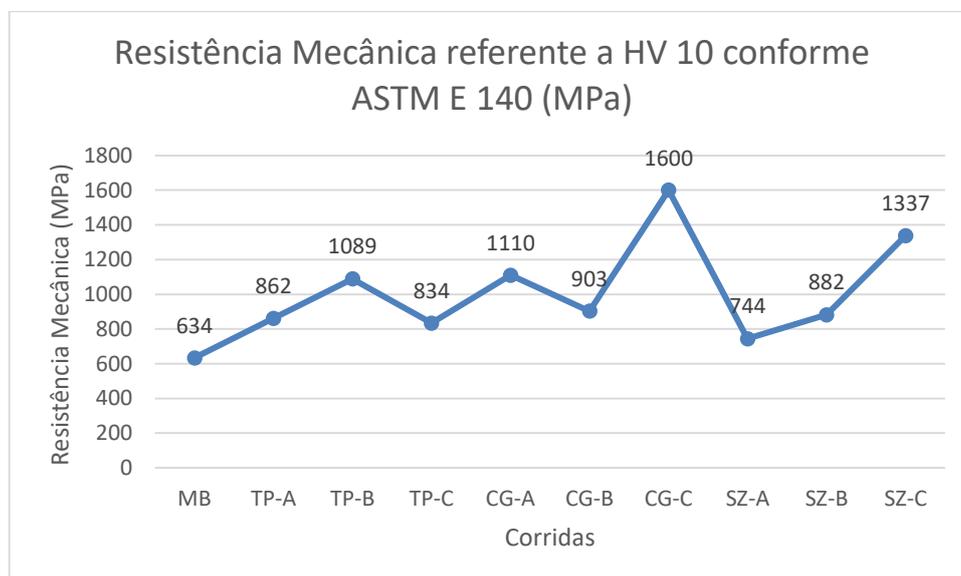
A tabela 07 apresenta os resultados obtidos de resistência mecânica tomando como base as médias obtidas dos resultados de dureza e microdureza Vickers, utilizando a norma ASTM E 140. Como trata-se de um ferro fundido nodular da série FE-45012, o mesmo deve possuir uma resistência a tração mínima de 450 Mpa. Com base na tabela 07 percebe-se que o menor valor encontrado foi de 565 Mpa e portanto o material base encontra-se dentro das condições especificadas pelo fabricante (31).

Tabela 07 – Equivalência da resistência mecânica em função da dureza conforme norma ASTM E 140

Resistência Mecânica conforme norma ASTM E 140 (MPa)			
Material Base		HV 10	HV 1
		634	565
Têmpera e Partição	A	862	1041
	B	1089	1048
	C	834	999
Têmpera e Partição com Criogenia a -195,6°C	A	1110	1268
	B	903	1255
	C	1600	1654
Têmpera e Partição com sub zero a -70°C	A	744	1006
	B	882	1075
	C	1337	1385

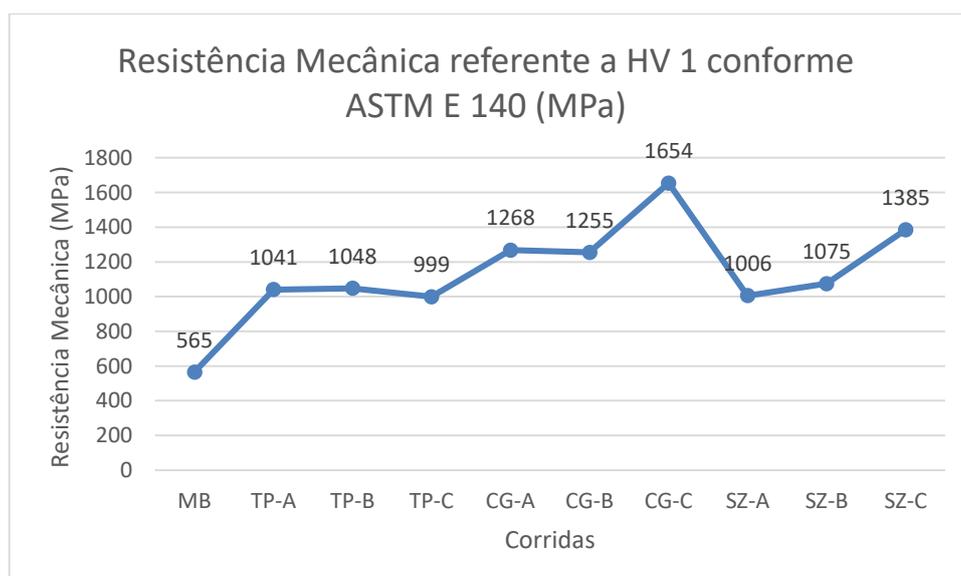
Fonte: Próprio autor

Figura 39 – Gráfico das médias dos resultados da resistência mecânica conforme ASTM E 140 comparados com os resultados da dureza Vickers (HV 10)



Fonte: Próprio autor

Figura 40 – Gráfico das médias dos resultados da resistência mecânica conforme ASTM E 140 comparados com os resultados de microdureza Vickers (HV 1)



Fonte: Próprio autor

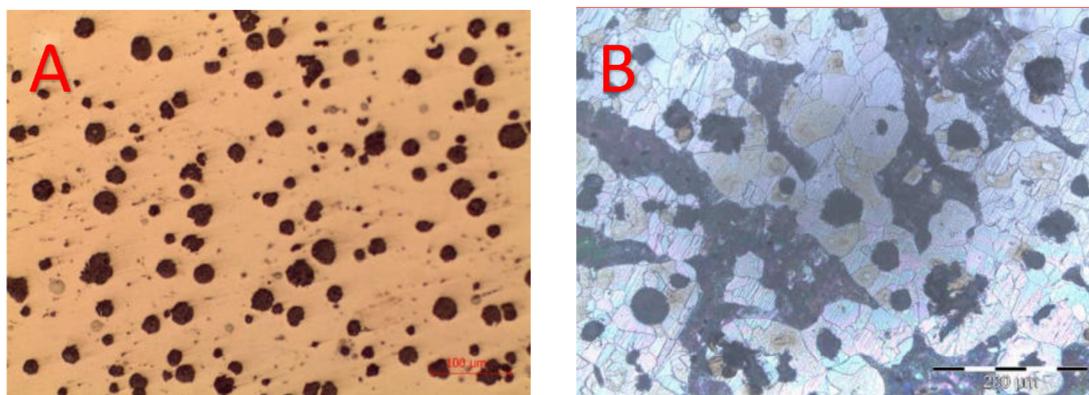
As figuras 39 e 40 apresentam os resultados de forma gráfica dos valores referentes a resistência mecânica obtidos pela norma ASTM E 140 com base nas médias obtidas nos ensaios de dureza e microdureza (31).

4.3 Análise Microestrutural via Microscopia Óptica

A caracterização inicial das amostras foram realizadas através de análise metalográfica utilizando os laboratórios de metalografia da FURG e também o laboratório de ensaios metalúrgicos do IFRS. Para auxiliar na caracterização da micro estrutura foi utilizado o software *Image J*.

Foi determinado através do software que cerca de 14% da microestrutura do ferro fundido em análise é composta de nódulos de grafita. Através de análise metalográfica pode-se constatar também que o material base possui uma matriz ferrítica-perlítica, (30), (32), (33), conforme demonstrado na figura 41.

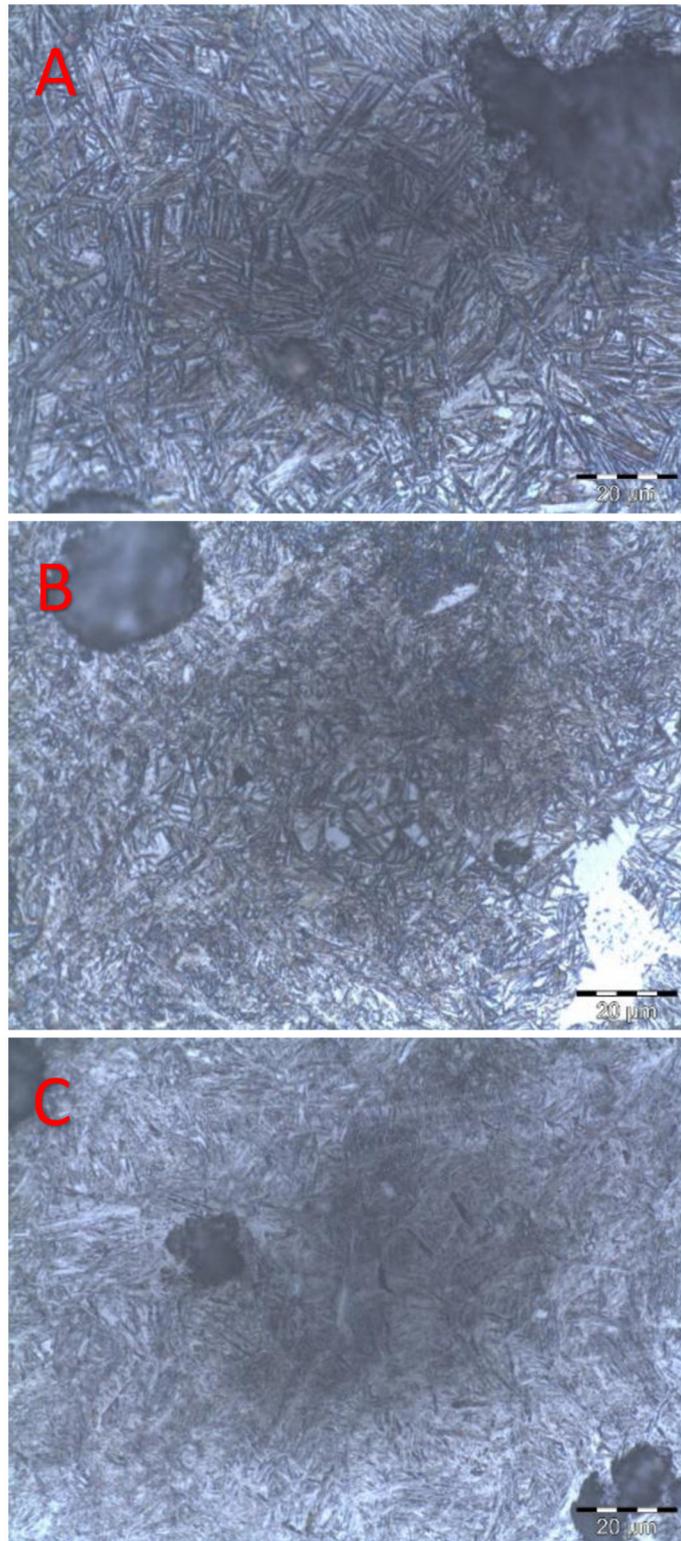
Figura 41 – Material Base: (A) microestrutura ferro fundido nodular sem ataque químico; (B) microestrutura ferrítica-perlítica, ataque nital 2%



Fonte: Próprio autor

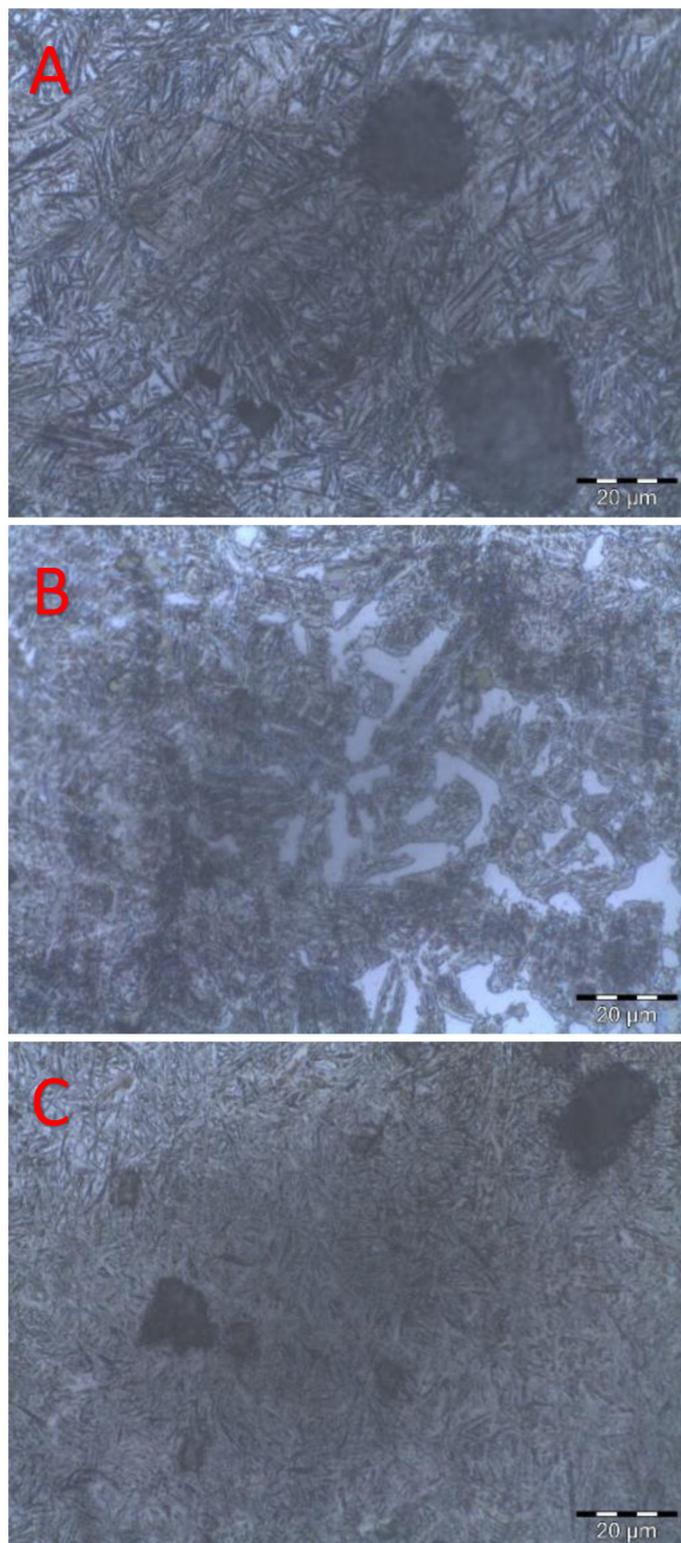
Na figura 42 são apresentadas as microestruturas após o tratamento térmico de têmpera e partição nos três parâmetros de resfriamento no processo de têmpera. Percebe-se nas imagens uma microestrutura martensítica sobre uma matriz austenítica.

Figura 42 – Têmpera e Partição: (A) resfriamento a 200°C; (B) resfriamento a 170°C; (C) resfriamento a 140°C, ataque nital 2%



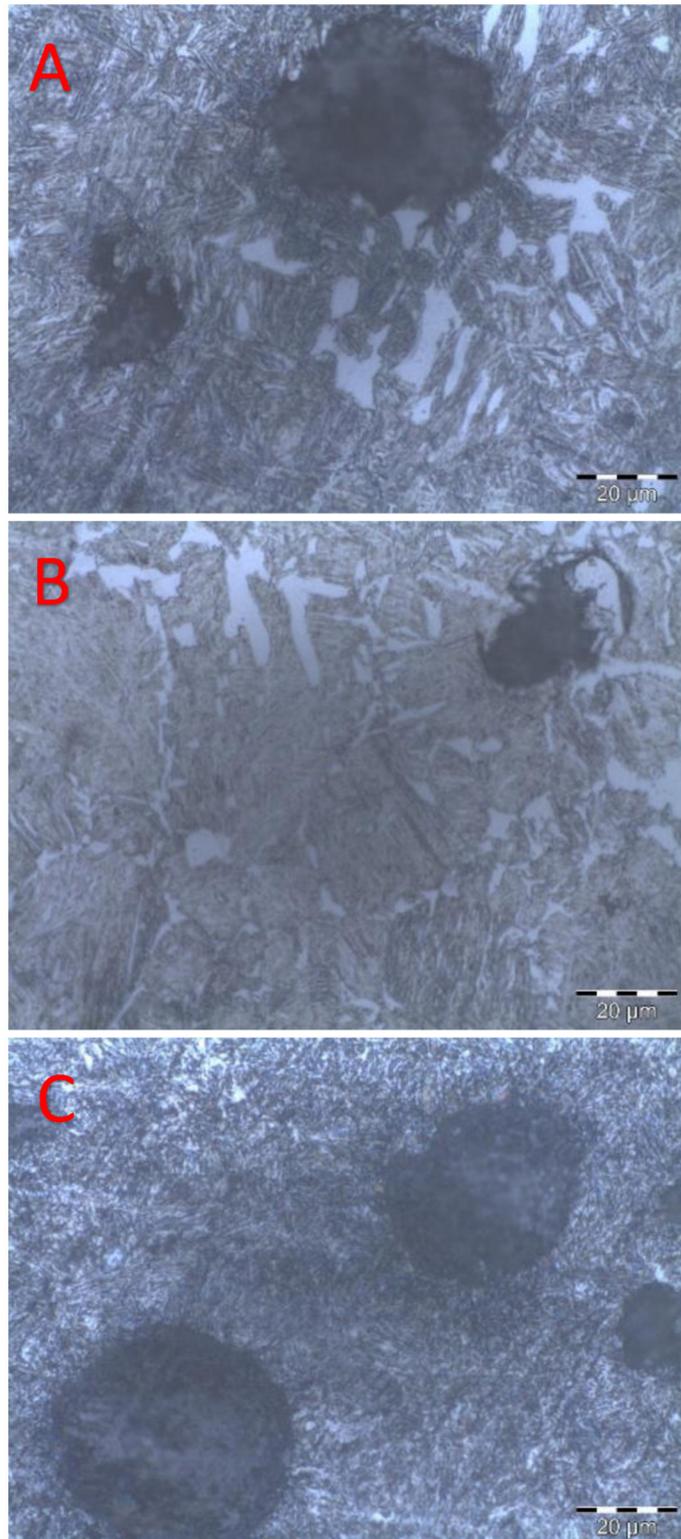
Fonte: Próprio autor

Figura 43 – Têmpera e Partição com criogenia a $-195,6^{\circ}\text{C}$: (A) resfriamento a 200°C ; (B) resfriamento a 170°C ; (C) resfriamento a 140°C , ataque notal 2%



Fonte: Próprio autor

Figura 44 – Têmpera e Partição com sub zero a -70°C : (A) resfriamento a 200°C ; (B) resfriamento a 170°C ; (C) resfriamento a 140°C , ataque nital 2%



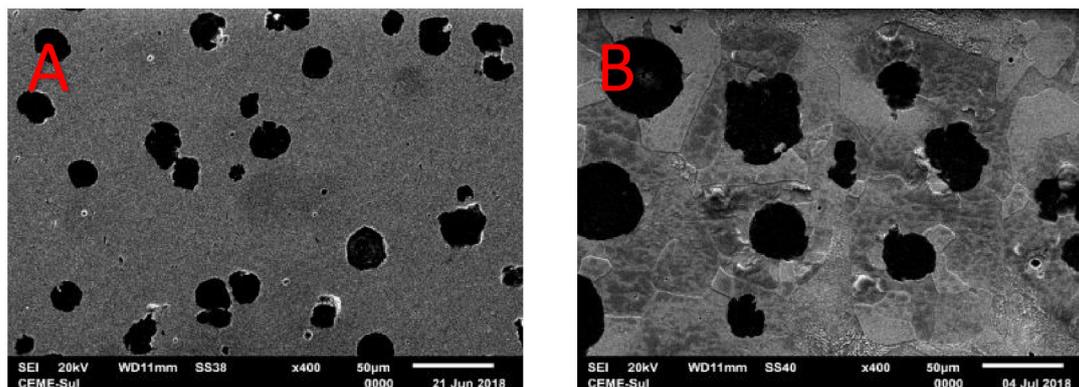
Fonte: Próprio autor

Nas figuras 43 e 44 são apresentadas as microestruturas do tratamento térmico de têmpera e partição após o processo de criogenia, onde houve o resfriamento a temperatura de $-195,6^{\circ}\text{C}$ e após o processo sub zero com resfriamento a -70°C respectivamente. Na condição de estudo C a quantidade de austenita retida aparentemente diminuiu em relação aos demais parâmetros, isto se deve em função do parâmetro C ser o mais próximo da temperatura de transformação final martensítica (M_f) e parte da austenita retida que continha na microestrutura se transformou em martensita após os tratamentos de criogenia e sub zero (26).

4.4 Análise Microestrutural via Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

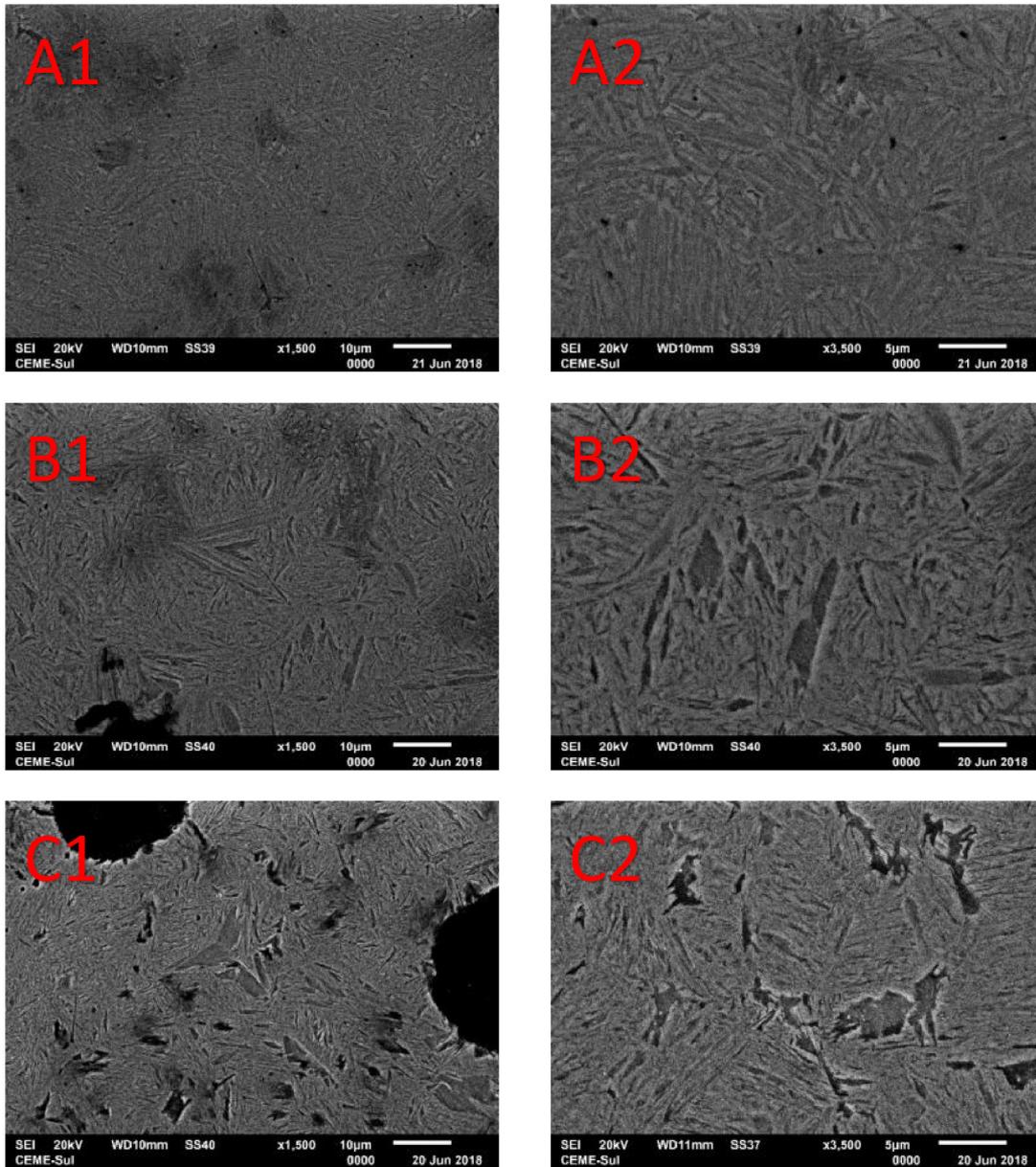
As imagens em microscópio eletrônico de varredura – MEV foram captadas no Centro de Microscopia Eletrônica da Zona Sul – CEMESUL da FURG, utilizando detector de elétrons secundários e retro espalhados. As magnificações utilizadas foram de 1500x e 3500x para cada amostra.

Figura 45 – Material Base: (A) microestrutura ferro fundido nodular sem ataque; (B) microestrutura ferrítica-perlítica, ataque nital 2%



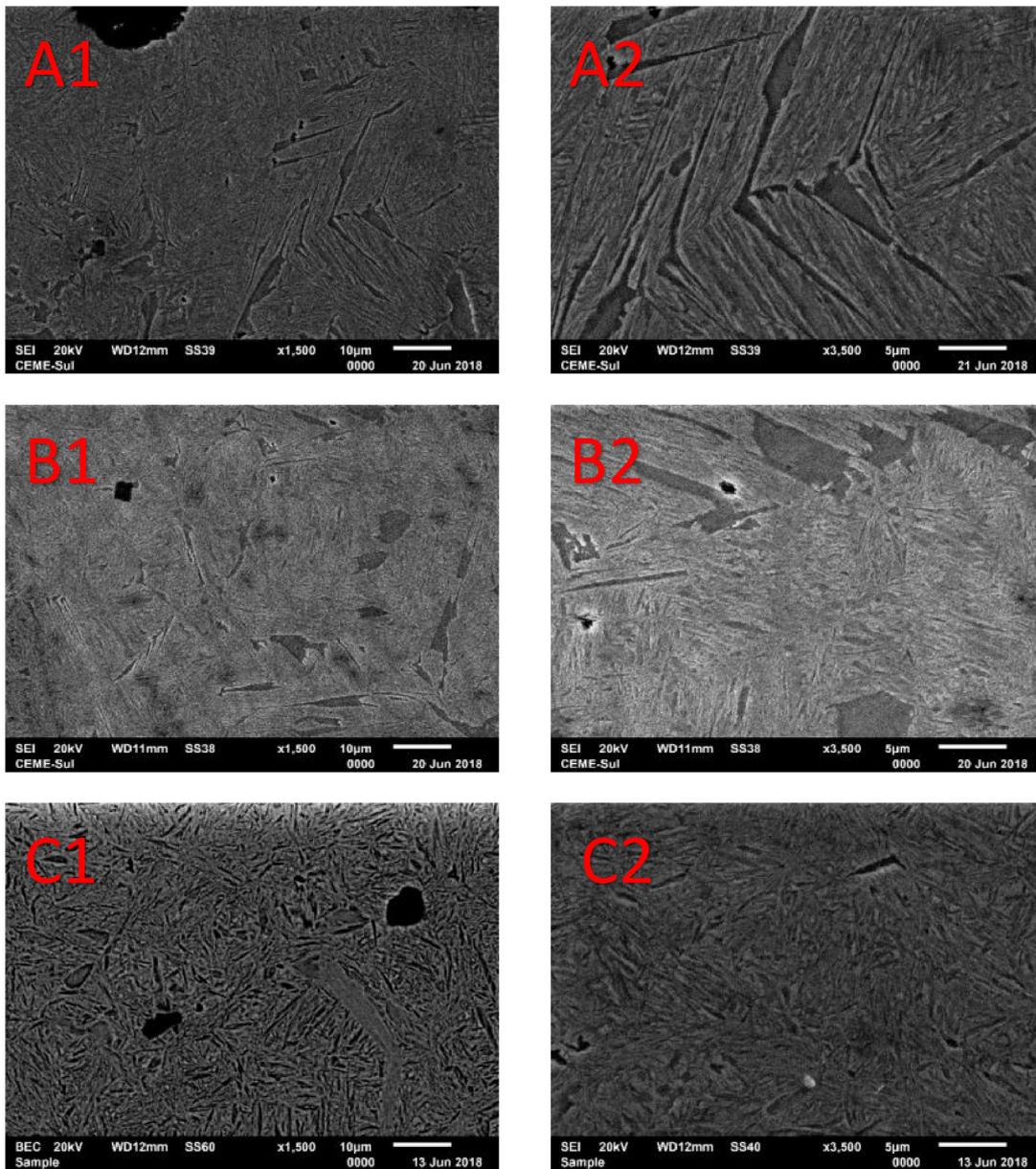
Fonte: Próprio autor

Figura 46 – Têmpera e Partição: (A1) e (A2) resfriamento a 200°C; (B1) e (B2) resfriamento a 170°C; (C1) e (C2) resfriamento a 140°C, ataque nital 2%



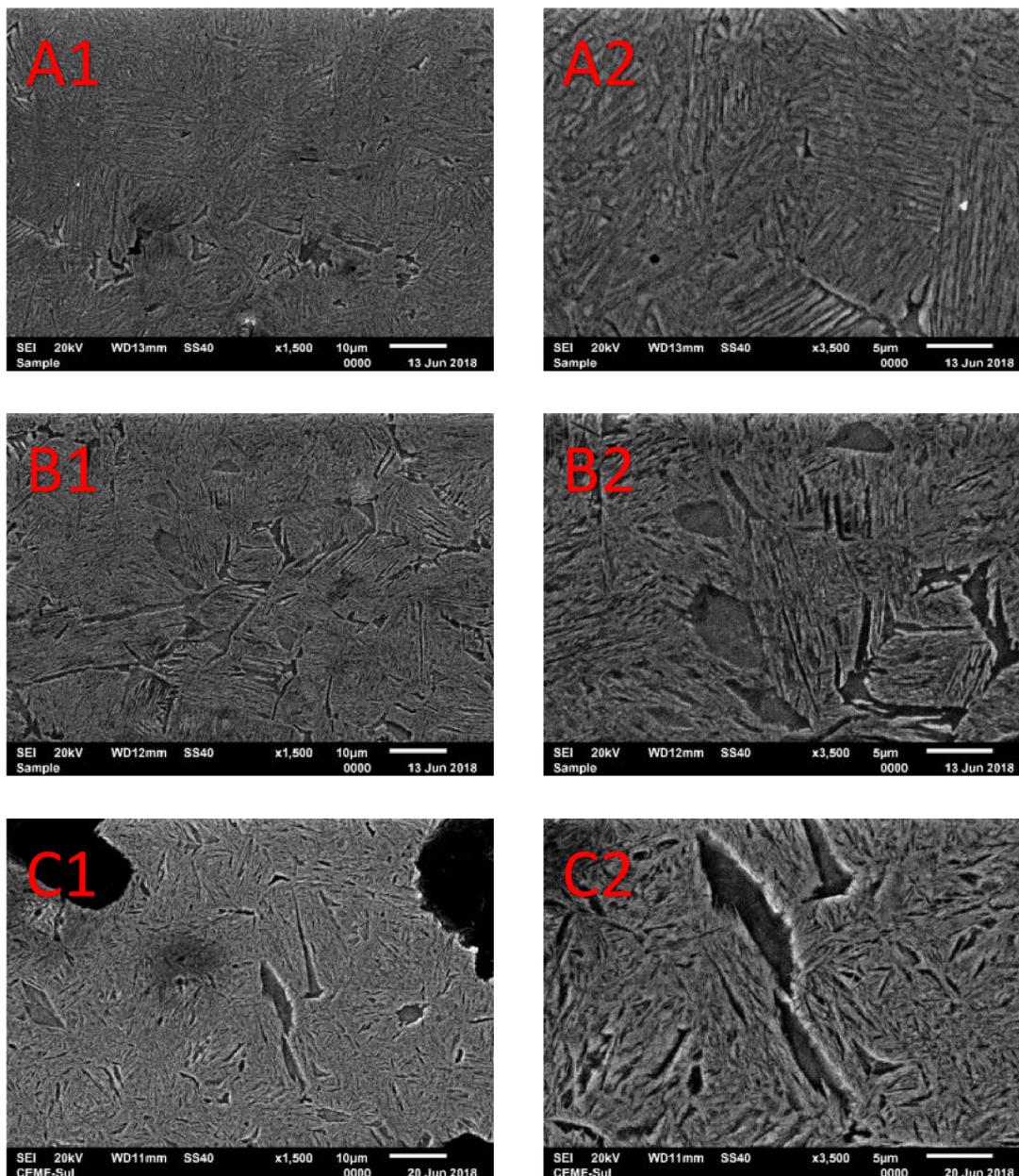
Fonte: Próprio autor

Figura 47 – Têmpera e Partição com criogenia a $-195,6^{\circ}\text{C}$: (A) resfriamento a 200°C ; (B) resfriamento a 170°C ; (C) resfriamento a 140°C , ataque nital 2%



Fonte: Próprio autor

Figura 48 – Têmpera e Partição com sub zero a -70°C : (A) resfriamento a 200°C ; (B) resfriamento a 170°C ; (C) resfriamento a 140°C , ataque nital 2%



Fonte: Próprio Autor

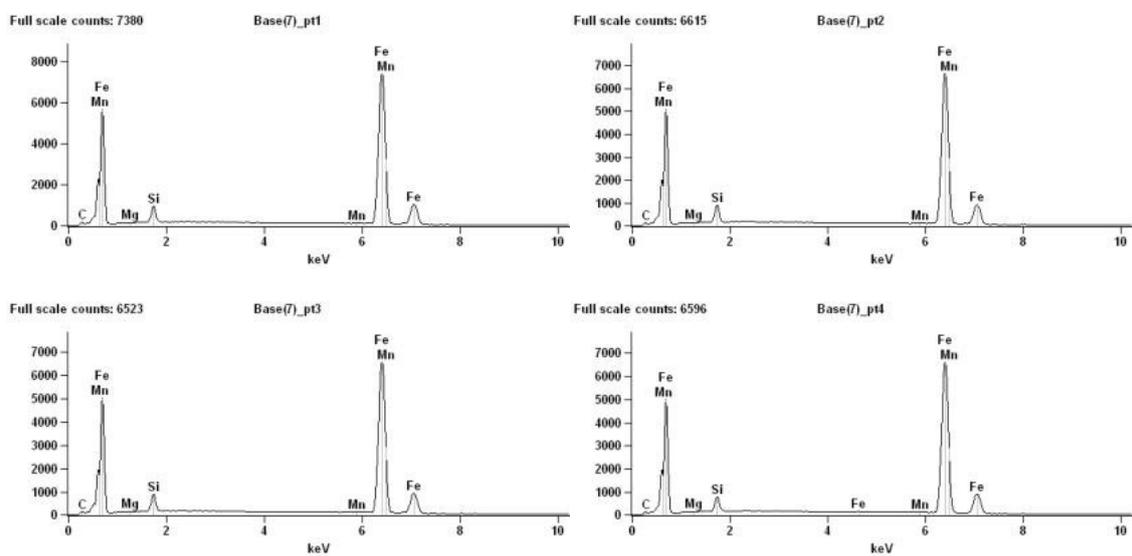
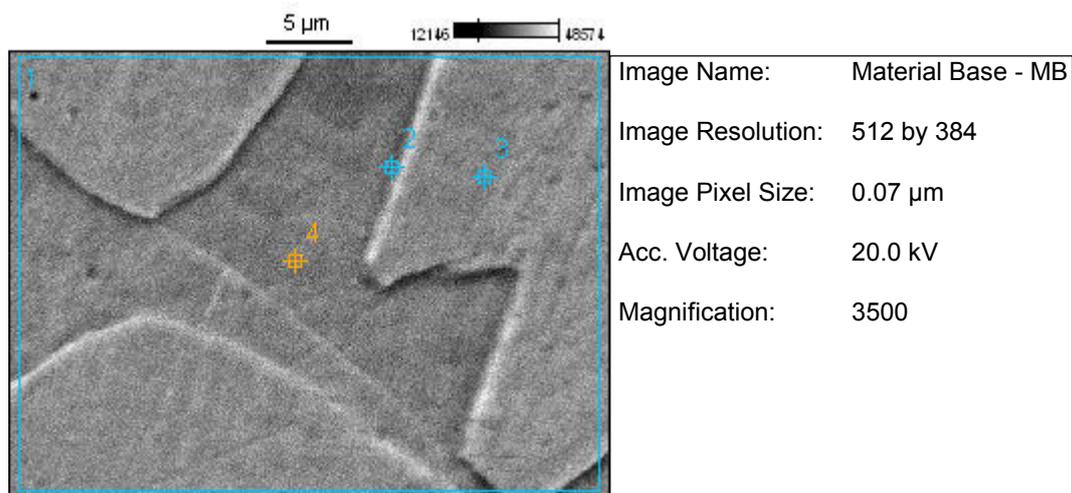
As figuras 46, 47 e 48 mostram que a microestrutura do ferro fundido nodular submetidos ao tratamento de têmpera e partição é formada por várias fases. Martensita formada durante a têmpera e que sofreu partição de carbono, ausferrita (ferrita bainítica + austenita retida). Provavelmente a austenita retida sofreu transformação durante a etapa de partição e recebeu um volume suficiente de carbono para possibilitar sua estabilização a temperatura ambiente (1), (3) e (26).

Principalmente na temperatura de resfriamento de 140°C, ou seja no parâmetro C, uma porção de austenita possivelmente se transformou em martensita após os processos de resfriamento em criogenia e sub zero.

4.5 Análise de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

As figuras 49 à 58 apresentam os espectros e os resultados obtidos da composição química via EDS nas imagens analisadas. O primeiro ponto mede a composição química da área total analisada, os demais pontos referem-se as fases específicas do material, tais como, austenita retida, martensita, grafita, contorno de grão entre outros. Os elementos químicos, presentes nestas ligas e detectados através de microanálise EDS, são: Fe, Si, Mg, Mn e C com a predominância de Fe.

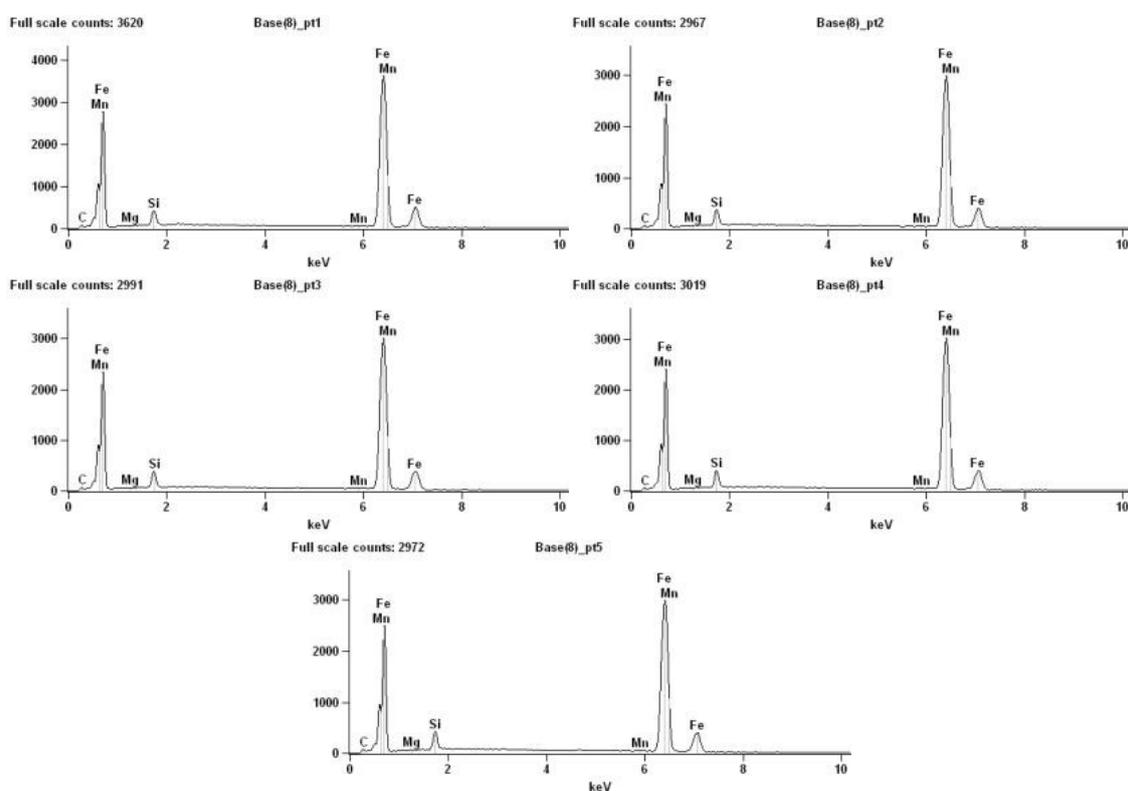
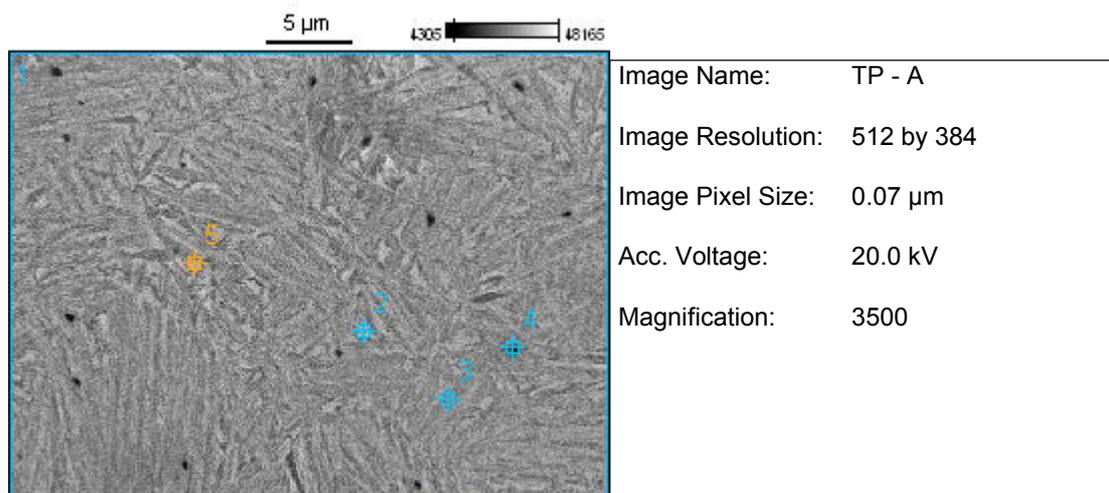
Figura 49 – Material Base



	<i>C-K</i>	<i>Mg-K</i>	<i>Si-K</i>	<i>Mn-K</i>	<i>Fe-K</i>
<i>Base(7)_pt1</i>	1.12	0.07	2.81	0.20	95.80
<i>Base(7)_pt2</i>	1.05	0.09	3.24	0.25	95.36
<i>Base(7)_pt3</i>	1.19	0.10	3.10	0.07	95.54
<i>Base(7)_pt4</i>	1.00	0.00	2.73	0.18	96.10

Fonte: Próprio autor

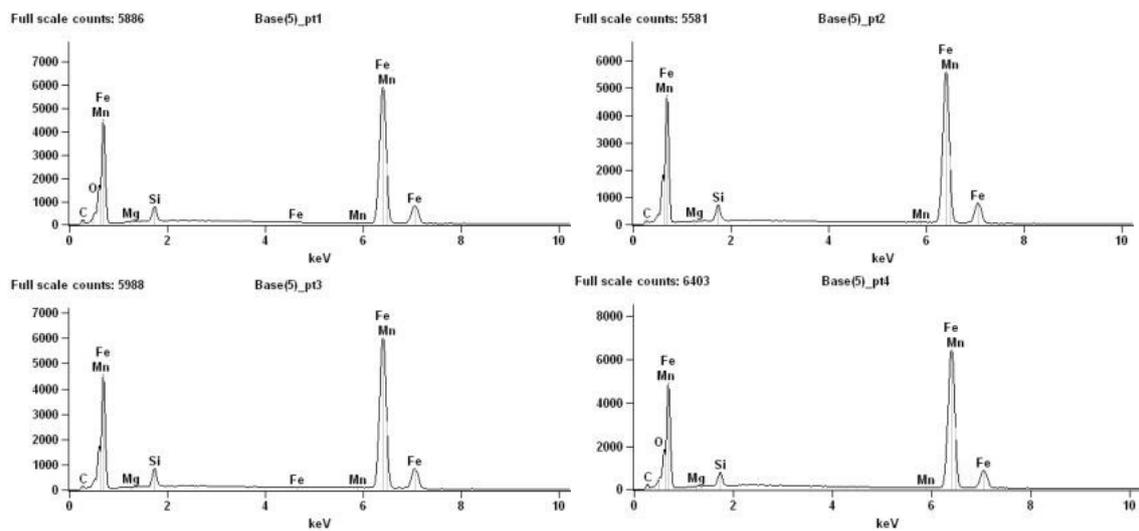
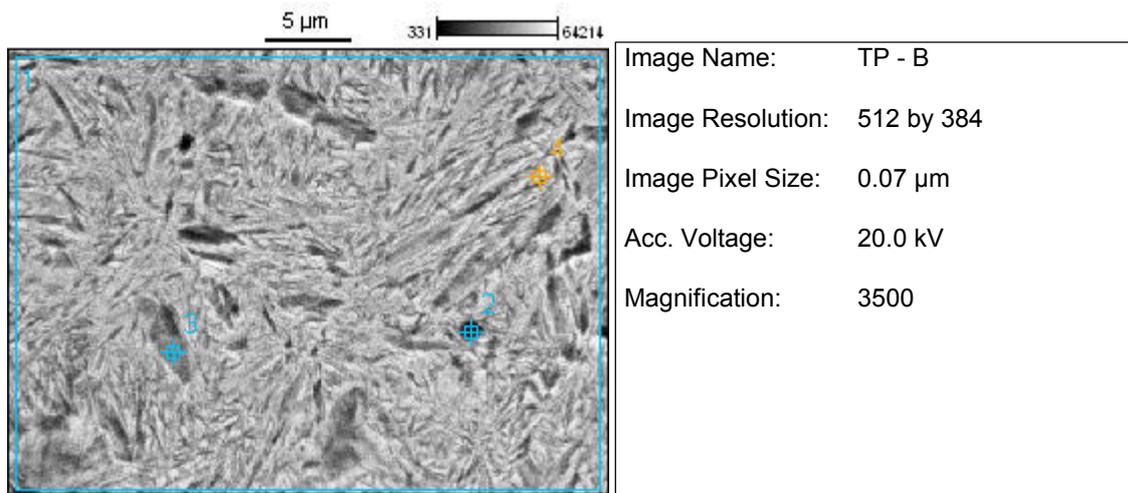
Figura 50 – Têmpera e Partição: Parâmetro A



	<i>C-K</i>	<i>Mg-K</i>	<i>Si-K</i>	<i>Mn-K</i>	<i>Fe-K</i>
<i>Base(8)_pt1</i>	1.17	0.00	2.69	0.23	95.90
<i>Base(8)_pt2</i>	1.06	0.00	2.72	0.27	95.95
<i>Base(8)_pt3</i>	1.11	0.14	2.79	0.27	95.69
<i>Base(8)_pt4</i>	0.95	0.03	3.05	0.19	95.78
<i>Base(8)_pt5</i>	1.29	0.20	3.11	0.46	94.94

Fonte: Próprio autor

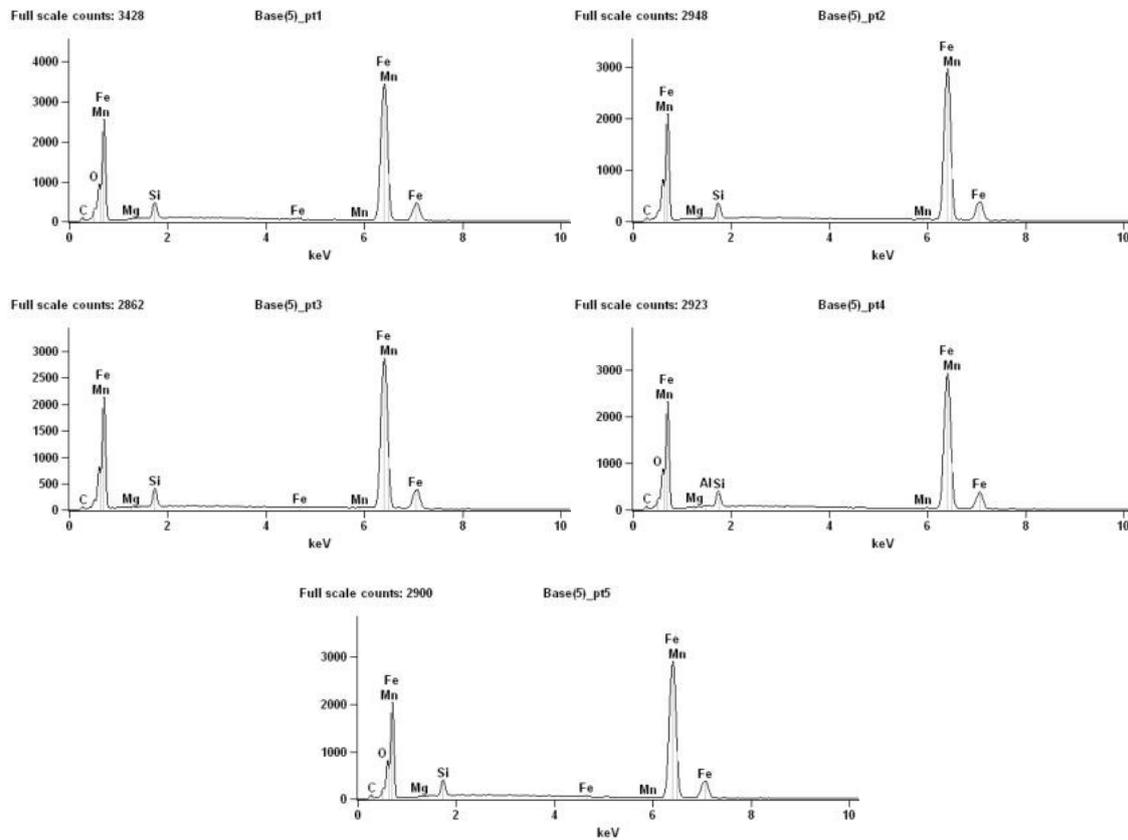
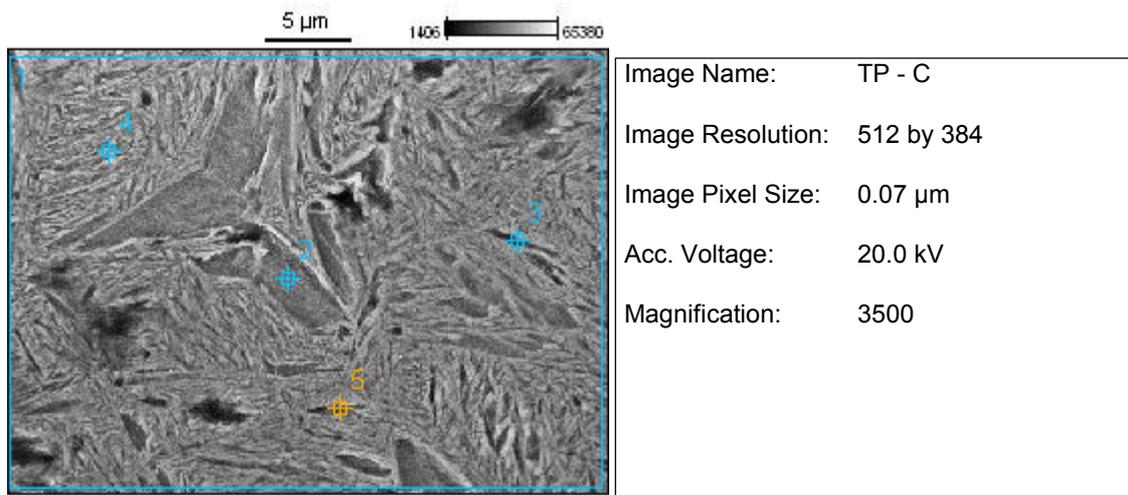
Figura 51 – Têmpera e Partição: Parâmetro B



	<i>C-K</i>	<i>O-K</i>	<i>Mg-K</i>	<i>Si-K</i>	<i>Mn-K</i>	<i>Fe-K</i>
<i>Base(5)_pt1</i>	1.85	1.08	0.14	2.96	0.28	93.69
<i>Base(5)_pt2</i>	1.29		0.12	2.95	0.43	95.21
<i>Base(5)_pt3</i>	1.48		0.07	3.20	0.28	94.97
<i>Base(5)_pt4</i>	1.67	1.20	0.13	2.68	0.24	94.07

Fonte: Próprio autor

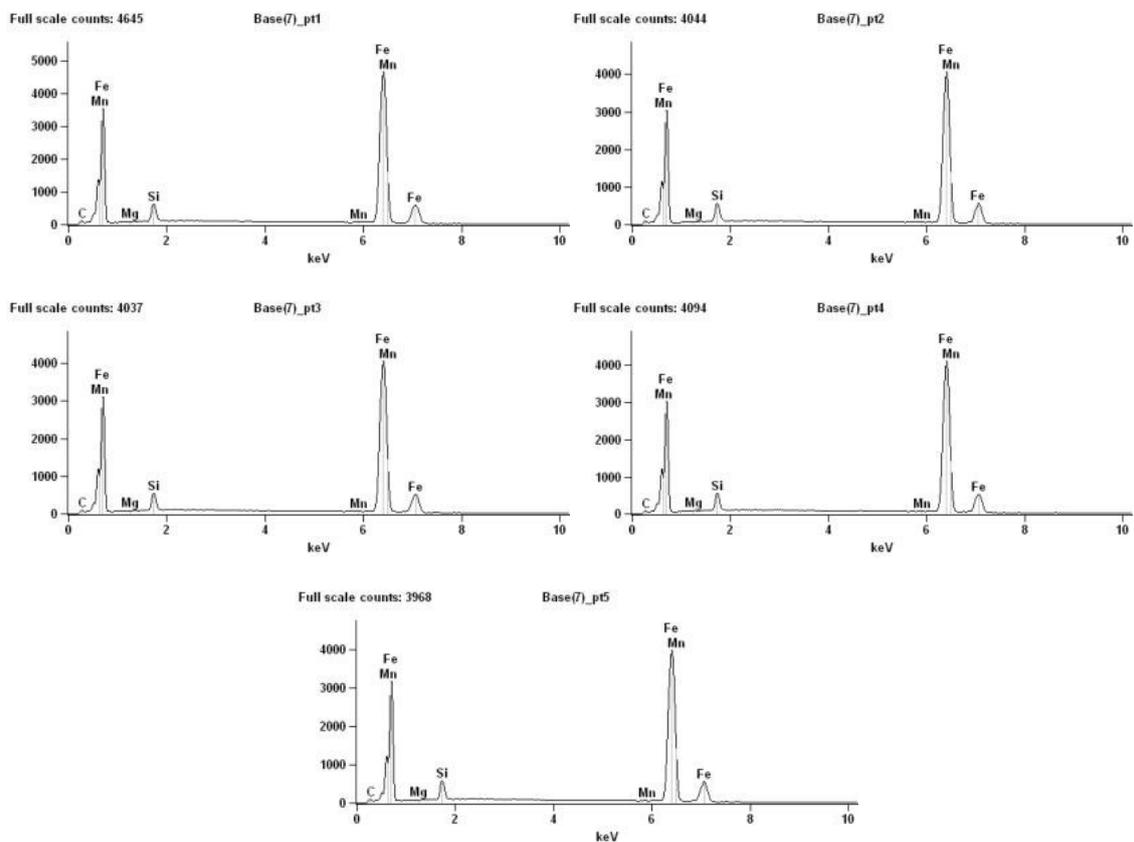
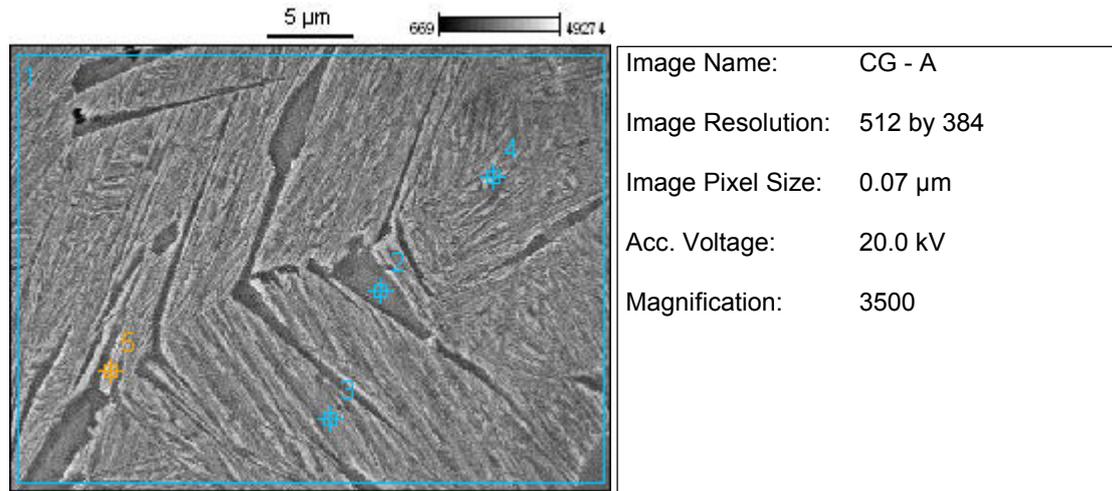
Figura 52 – Têmpera e Partição: Parâmetro C



	C-K	O-K	Mg-K	Al-K	Si-K	Mn-K	Fe-K
Base(5)_pt1	1.26	1.79	0.00		3.26	0.01	93.68
Base(5)_pt2	1.23		0.00		2.77	0.38	95.62
Base(5)_pt3	1.15		0.10		3.36	0.19	95.19
Base(5)_pt4	1.34	1.22	0.05	0.41	3.13	0.12	93.74
Base(5)_pt5	1.44	0.99	0.07		3.19	0.21	94.10

Fonte: Próprio autor

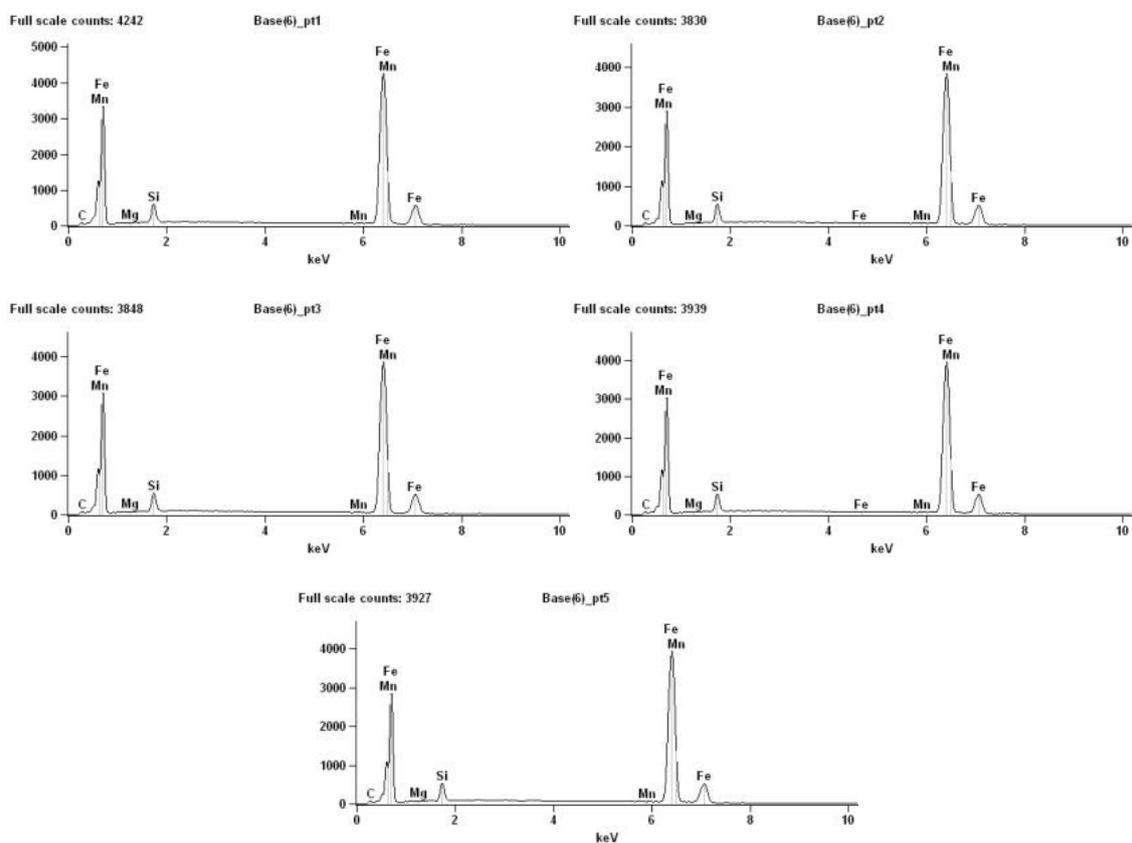
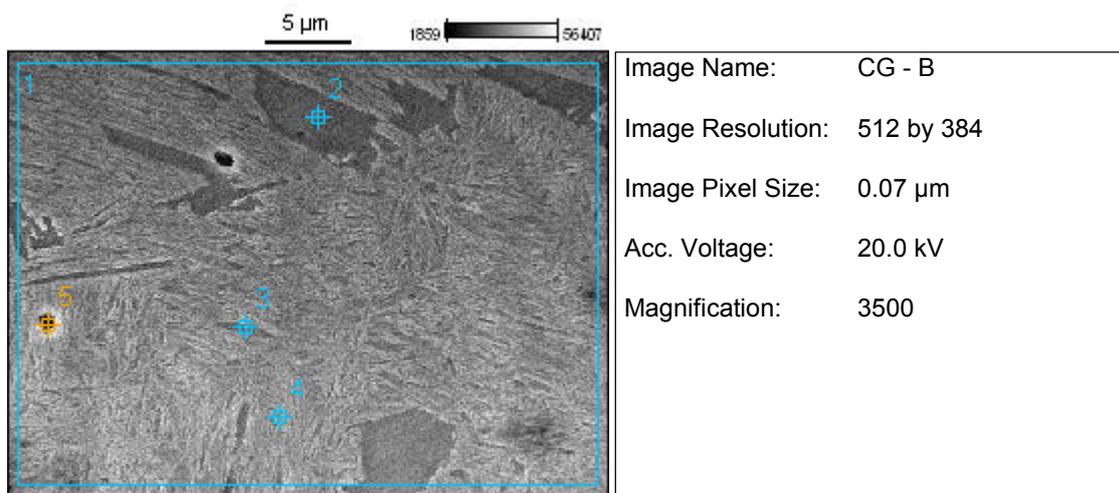
Figura 53 – Têmpera e partição com criogenia – Parâmetro A



	<i>C-K</i>	<i>Mg-K</i>	<i>Si-K</i>	<i>Mn-K</i>	<i>Fe-K</i>
<i>Base(7)_pt1</i>	1.35	0.00	3.08	0.21	95.36
<i>Base(7)_pt2</i>	1.33	0.00	3.34	0.18	95.14
<i>Base(7)_pt3</i>	1.25	0.04	3.13	0.28	95.30
<i>Base(7)_pt4</i>	1.15	0.19	3.06	0.25	95.36
<i>Base(7)_pt5</i>	1.48	0.02	3.42	0.21	94.87

Fonte: Próprio Autor

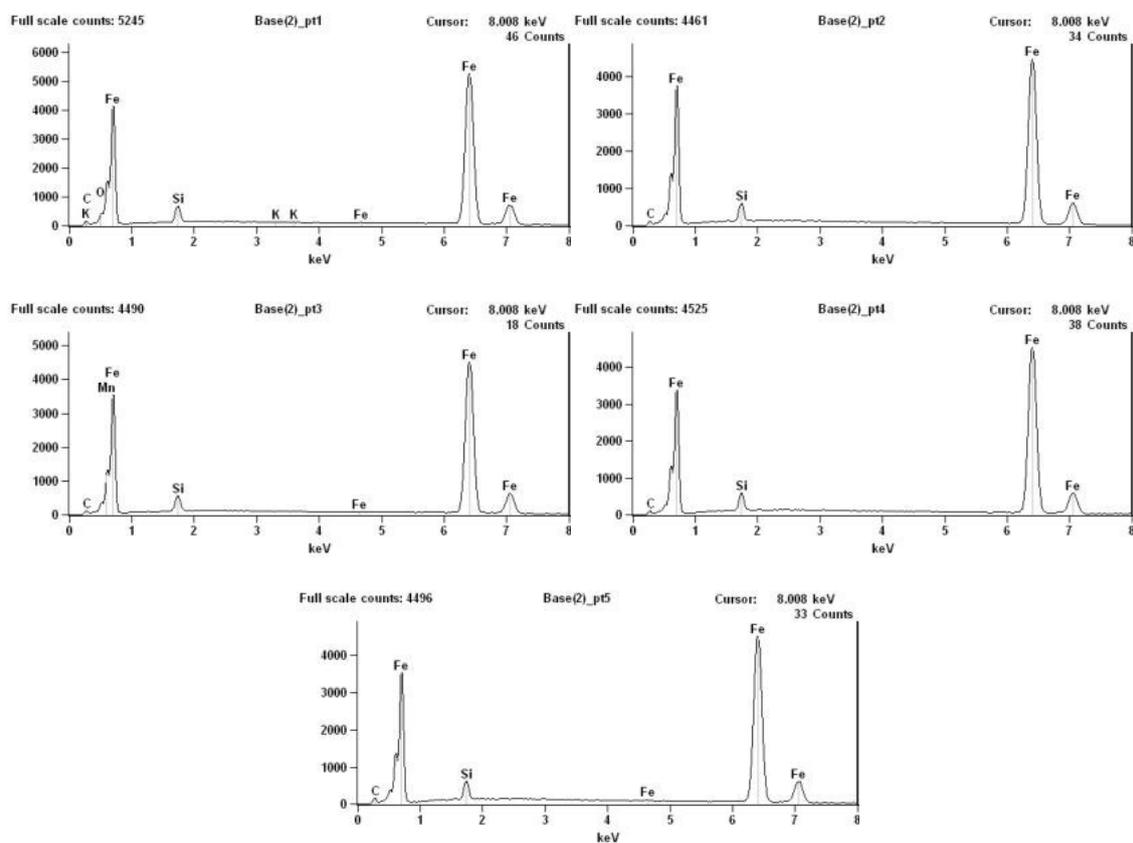
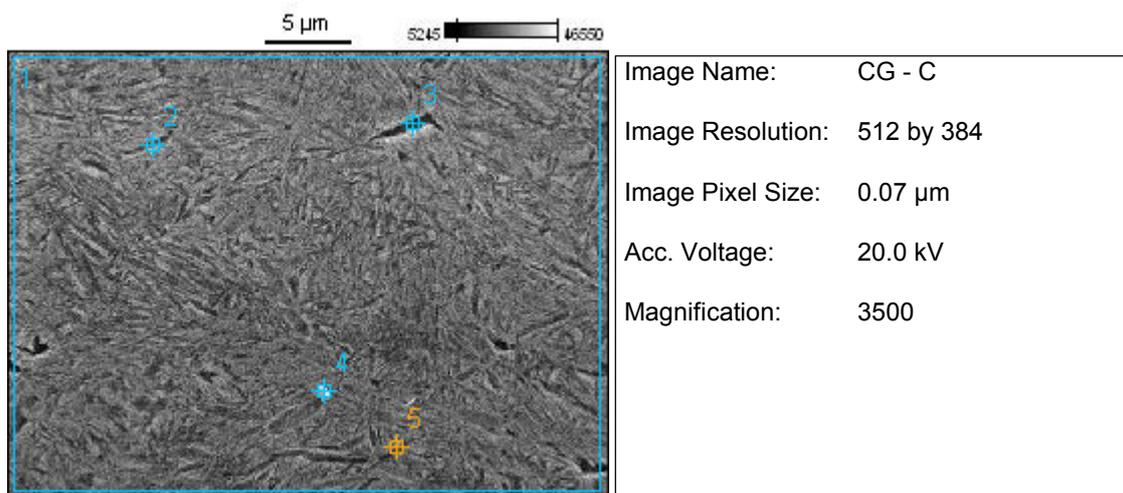
Figura 54 – Têmpera e partição com criogenia – Parâmetro B



	<i>C-K</i>	<i>Mg-K</i>	<i>Si-K</i>	<i>Mn-K</i>	<i>Fe-K</i>
<i>Base(6)_pt1</i>	1.04	0.00	3.16	0.29	95.51
<i>Base(6)_pt2</i>	0.59	0.03	3.30	0.23	95.85
<i>Base(6)_pt3</i>	1.09	0.04	3.26	0.23	95.37
<i>Base(6)_pt4</i>	0.90	0.00	3.10	0.25	95.75
<i>Base(6)_pt5</i>	1.06	0.09	3.12	0.00	95.73

Fonte: Próprio autor

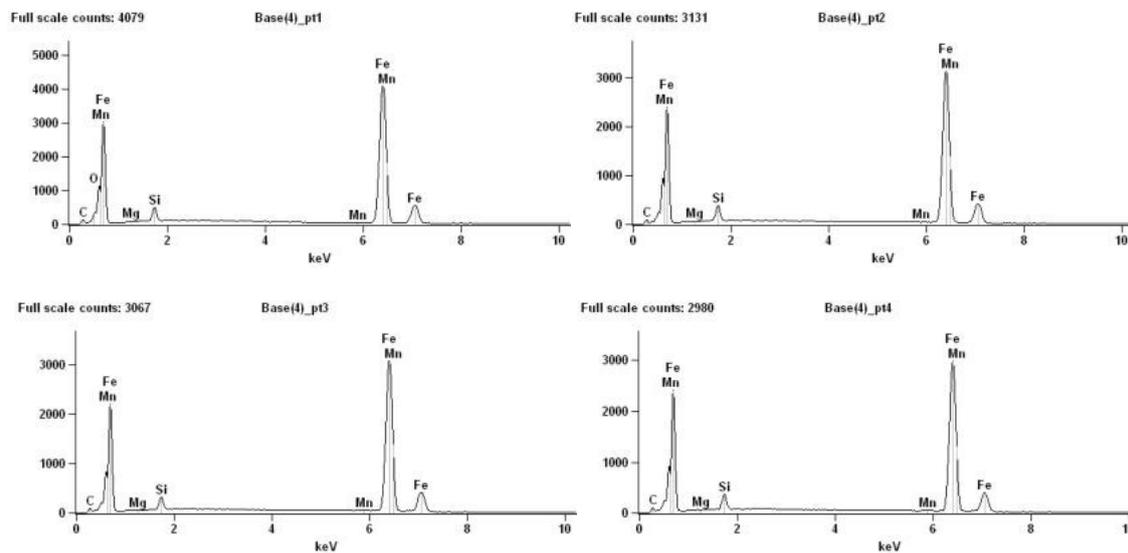
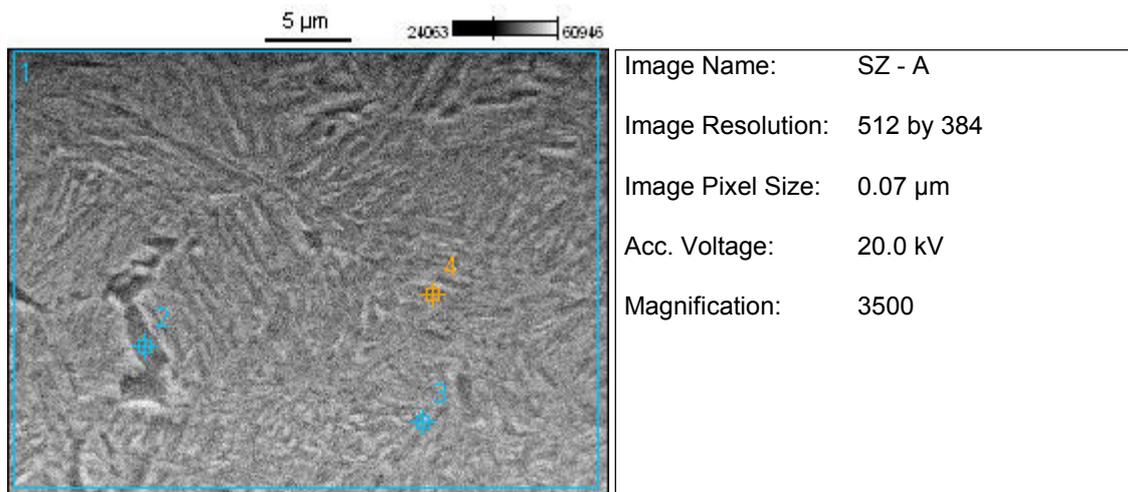
Figura 55 – Têmpera e partição com criogenia – Parâmetro C



	C-K	O-K	Si-K	K-K	Mn-K	Fe-K
Base(2)_pt1	1.51	1.27	2.81	0.00		94.42
Base(2)_pt2	1.19		3.05			95.76
Base(2)_pt3	1.25		2.90		0.45	95.39
Base(2)_pt4	1.08		2.95			95.97
Base(2)_pt5	1.67		3.01			95.32

Fonte: Próprio Autor

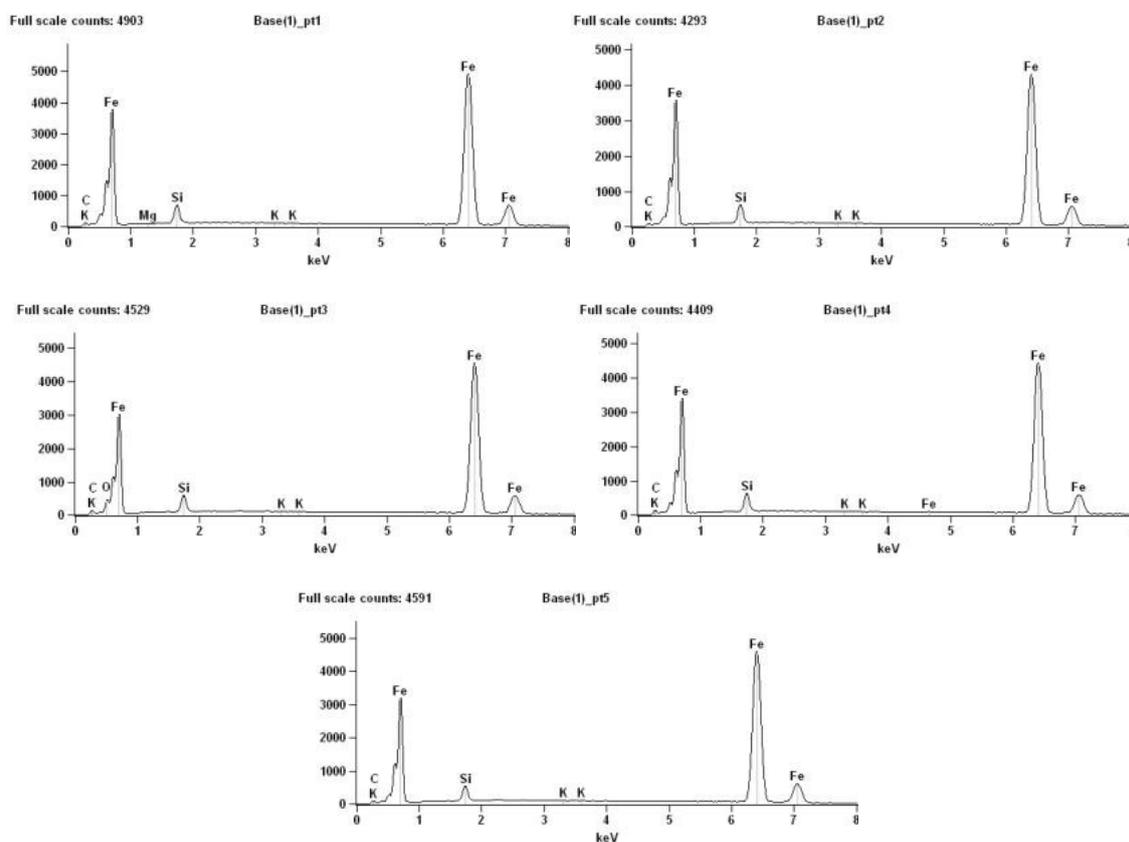
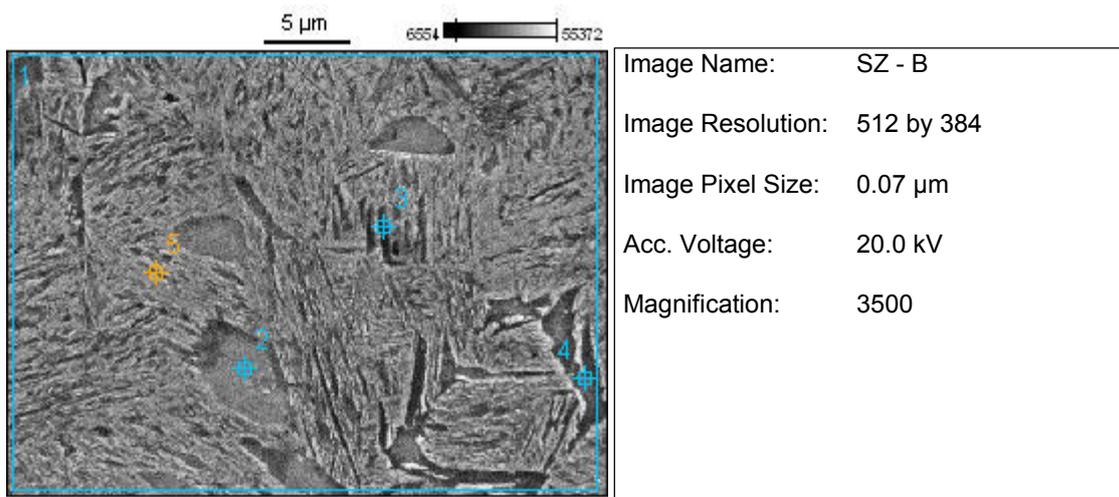
Figura 56 – Têmpera e partição com sub zero – Parâmetro A



	<i>C-K</i>	<i>O-K</i>	<i>Mg-K</i>	<i>Si-K</i>	<i>Mn-K</i>	<i>Fe-K</i>
<i>Base(4)_pt1</i>	1.78	1.39	0.09	2.68	0.41	93.65
<i>Base(4)_pt2</i>	1.65		0.04	2.73	0.21	95.36
<i>Base(4)_pt3</i>	1.47		0.14	2.24	0.49	95.66
<i>Base(4)_pt4</i>	1.63		0.00	2.92	0.54	94.90

Fonte: Próprio autor

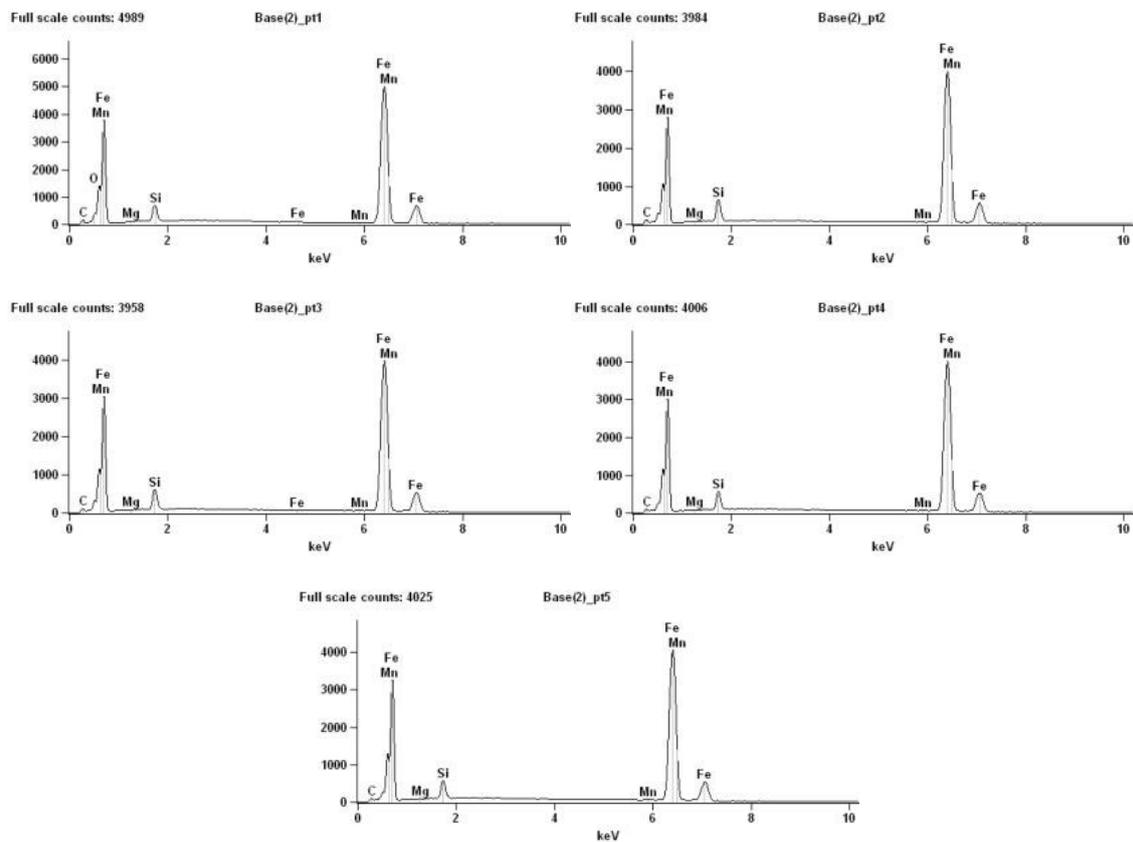
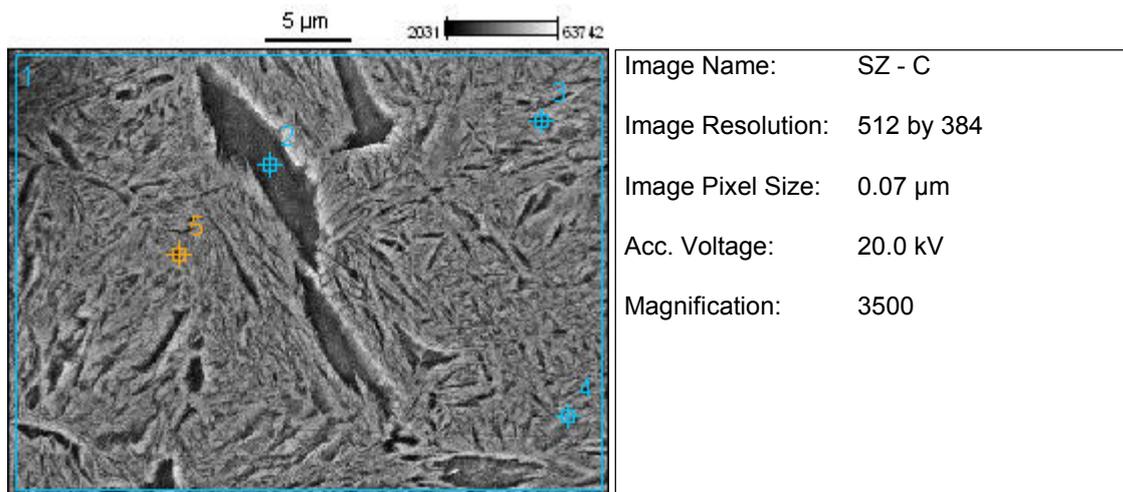
Figura 57 – Têmpera e partição com sub zero – Parâmetro B



	C-K	O-K	Mg-K	Si-K	K-K	Fe-K
Base(1)_pt1	1.49		0.06	3.23	0.08	95.13
Base(1)_pt2	1.22			3.42	0.00	95.36
Base(1)_pt3	1.54	1.76		2.97	0.07	93.66
Base(1)_pt4	1.63			3.16	0.00	95.21
Base(1)_pt5	1.10			2.64	0.00	96.26

Fonte: Próprio autor

Figura 58 – Têmpera e partição com sub zero – Parâmetro C



	<i>C-K</i>	<i>O-K</i>	<i>Mg-K</i>	<i>Si-K</i>	<i>Mn-K</i>	<i>Fe-K</i>
<i>Base(2)_pt1</i>	1.59	1.05	0.07	3.18	0.36	93.75
<i>Base(2)_pt2</i>	1.81		0.02	3.77	0.06	94.34
<i>Base(2)_pt3</i>	1.50		0.03	3.65	0.27	94.55
<i>Base(2)_pt4</i>	1.31		0.01	3.16	0.25	95.28
<i>Base(2)_pt5</i>	1.25		0.22	3.23	0.37	94.93

Fonte: Próprio autor

Verificou-se que o Fe se distribui homoganeamente pela martensita e austenita. Já a distribuição do C, percebe-se que o mesmo se concentra quase que totalmente nos nódulos. Nota-se a presença do C também sobre a austenita e a martensita, com percentuais variando em geral entre 1 e 1,8% de C. Já o Si, Mg e Mn estão distribuídos homoganeamente pela matriz, austenita retida e martensita, com pequenas variações em seus percentuais (29).

4.6 Avaliação da Energia de Absorção via Ensaio de Impacto Charpy

Os ensaios de impacto Charpy foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos pertencente ao PPMec da Escola de Engenharia da FURG. Os resultados obtidos estão expressos nas tabelas 08, 09 e 10. Foram realizados três ensaios para cada situação ou parâmetro determinado.

Tabela 08 – Tenacidade do Material Base x Têmpera e Partição

	Resultados do Ensaio de Impacto Charpy (J)			
	Material Base	Têmpera e Partição		
		A - Resfriamento 200°C	B - Resfriamento 170°C	C - Resfriamento 140°C
Amostra 1	78,4	133,3	29,4	51,0
Amostra 2	76,5	66,6	36,3	49,0
Amostra 3	88,3	168,6	31,4	54,9
Média	81,1	122,8	32,4	51,6
Desvio Padrão	6,3	51,8	3,6	3,0

Fonte: Próprio autor

Na tabela 08 foi realizado a comparação do material base com os corpos de prova que foram submetidos ao tratamento térmico de têmpera e partição. Percebe-se que os resultados de energia absorvida no parâmetro A foram superiores aos resultados obtidos nos ensaios do material base. Este resultado foi possível devido a temperatura de resfriamento do parâmetro A foi muito próxima a temperatura de início da formação martensítica, o que ocasionou uma alta quantidade de austenita retida estabilizada a temperatura ambiente após o processo de partição. Já nos parâmetros B e C houve uma queda da energia absorvida em relação ao material base, isto se deve a formação mais completa da fase martensítica devido as temperatura de resfriamento do processo de têmpera nos referidos parâmetros.

Tabela 09 – Tenacidade do Material Base x Têmpera e Partição com Criogenia

	Resultados do Ensaio de Impacto Charpy (J)			
	Material Base	Têmpera e Partição com Criogenia a -195,6°C		
		A - Resfriamento 200°C	B - Resfriamento 170°C	C - Resfriamento 140°C
Amostra 1	78,4	105,9	29,4	29,4
Amostra 2	76,5	60,8	37,2	55,9
Amostra 3	88,3	137,3	40,2	65,7
Média	81,1	101,3	35,6	50,3
Desvio Padrão	6,3	38,5	5,6	18,8

Fonte: Próprio Autor

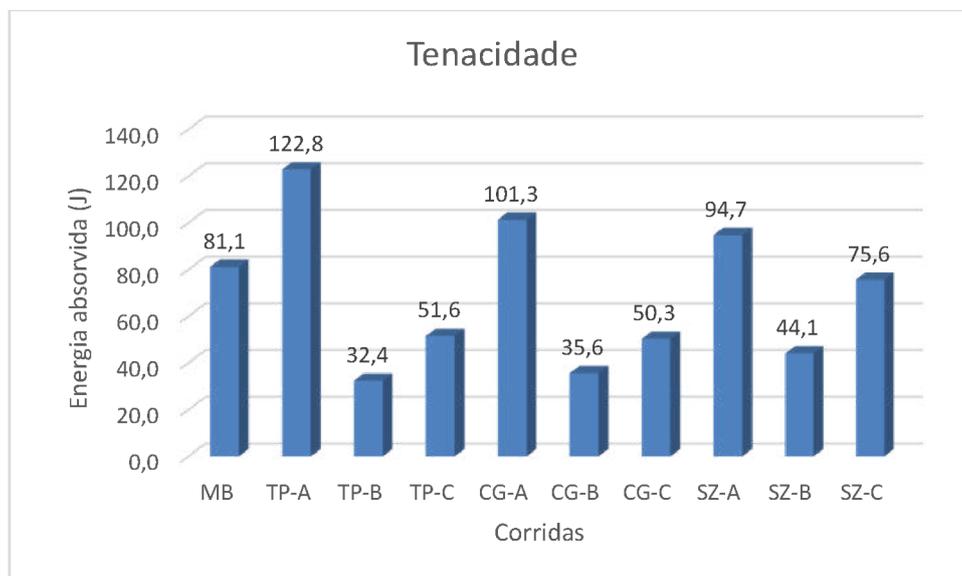
Tabela 10 – Tenacidade do Material Base x Têmpera e Partição com Sub zero

	Resultados do Ensaio de Impacto Charpy (J)			
	Material Base	Têmpera e Partição com sub zero a -70°C (HV)		
		A - Resfriamento 200°C	B - Resfriamento 170°C	C - Resfriamento 140°C
Amostra 1	78,4	101,9	29,4	66,6
Amostra 2	76,5	80,4	59,8	84,3
Amostra 3	88,3	101,9	43,1	76,0
Média	81,1	94,7	44,1	75,6
Desvio Padrão	6,3	12,4	15,2	8,8

Fonte: Próprio autor

Nas tabelas 09 e 10 são apresentados as comparações dos resultados de tenacidade dos corpos de prova do material base com os corpos de prova que foram submetidos ao processo de criogenia (tabela 09) e sub zero (tabela 10) após o processo de têmpera e partição. A tendência dos resultados se manteve em relação aos resultados apenas com têmpera e partição, o que é um indício que a austenita ainda se manteve estável a temperatura ambiente mesmo após a submissão aos tratamento de criogenia e sub zero. Estes dados podem ser analisados de forma gráfica conforme figura 59.

Figura 59 – Resultados das médias da medida da tenacidade obtidas pelo ensaio de impacto Charpy

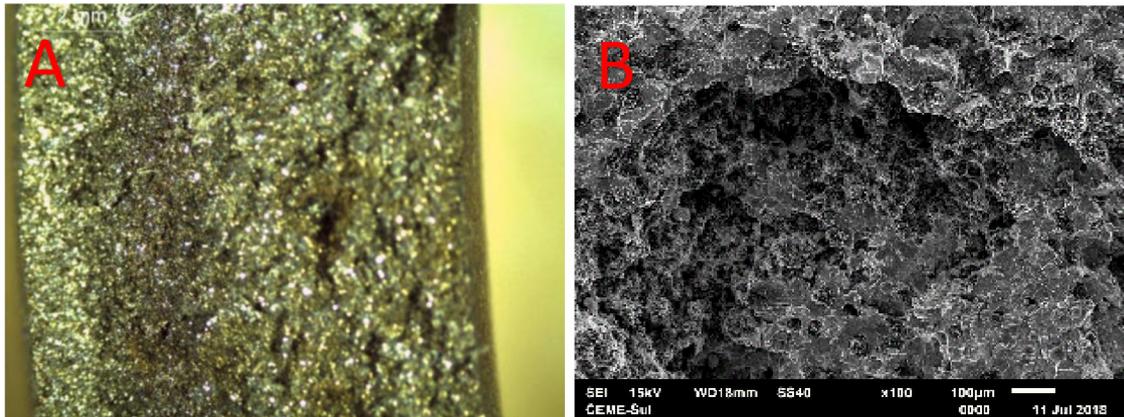


Fonte: Próprio autor

4.7 Análise Fractográfica dos CPs rompidos via Ensaio de Impacto Charpy

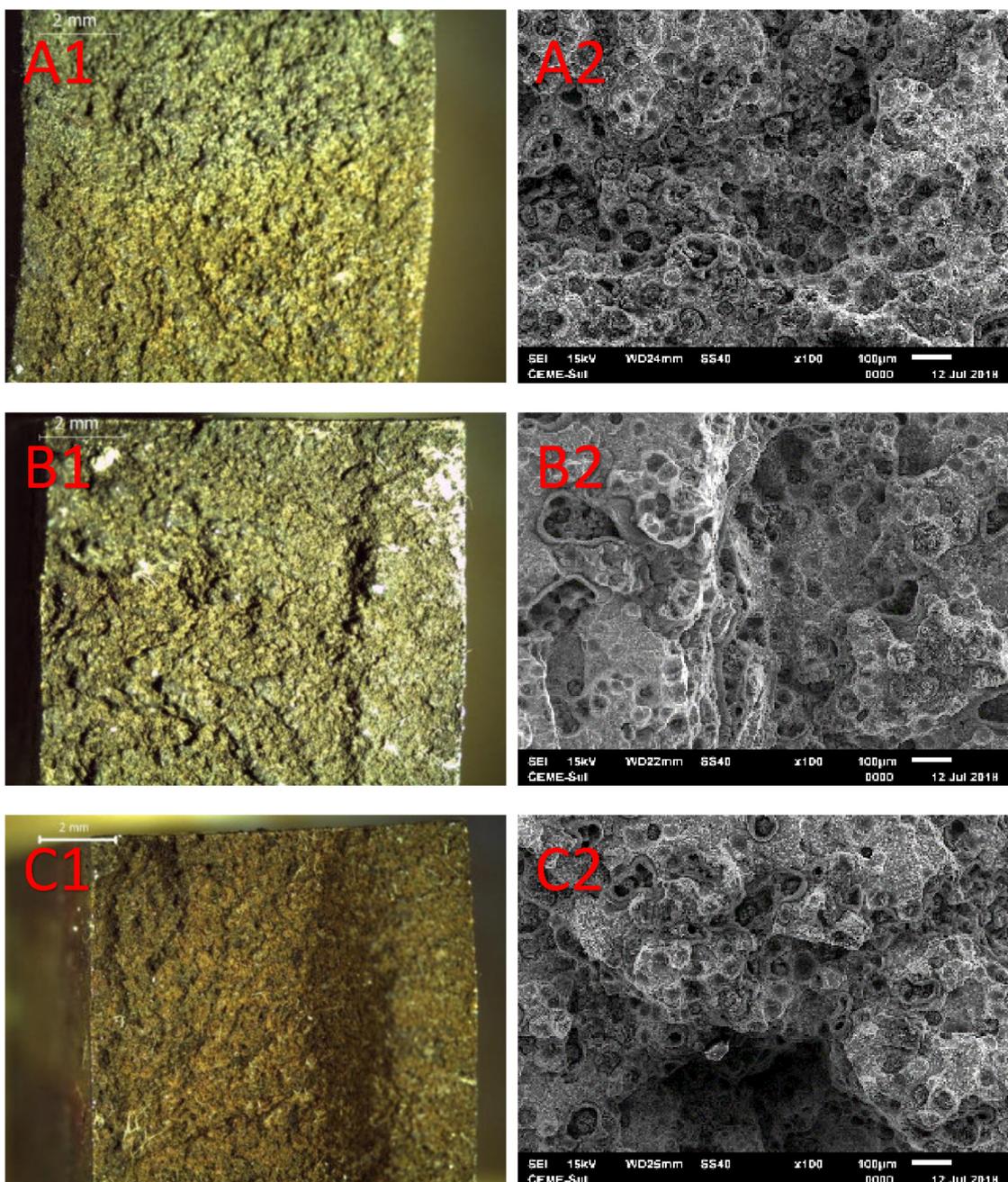
As figuras 60 a 63 apresentam as imagens da face rompida dos corpos de provas submetidos ao ensaio de impacto Charpy. Estas imagens foram obtidas através de microscópio metalúrgico de baixa magnificação no Laboratório de Ensaio Metalúrgicos do IFRS e através do microscópio eletrônico de varredura do CEME-SUL da FURG.

Figura 60 – Fratura material base após ensaio de impacto Charpy: (A) Seção total do corpo de prova; (B) Área da fratura



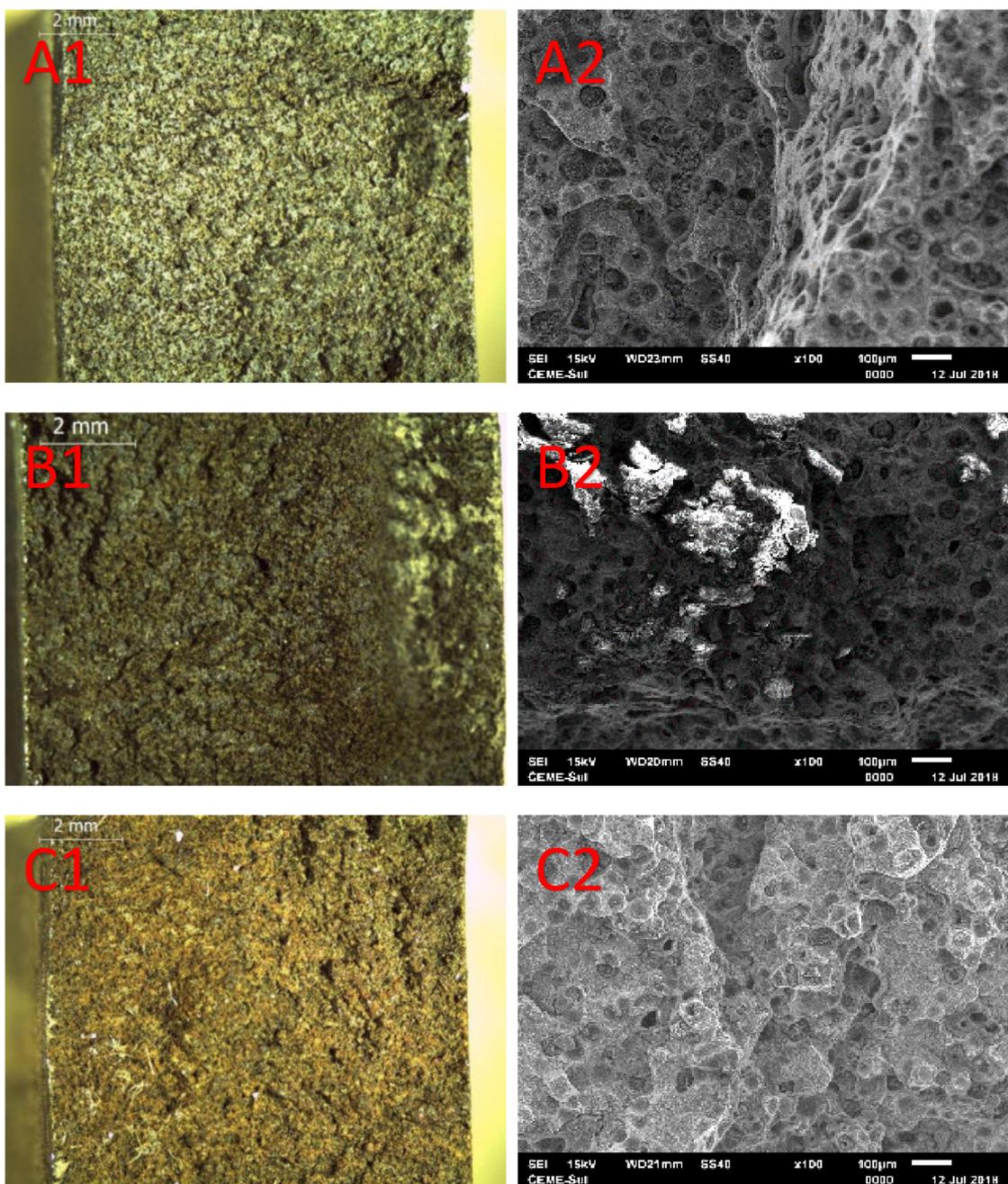
Fonte: Próprio autor

Figura 61 – Fratura Têmpera e Partição após ensaio de impacto Charpy nos respectivos parâmetros de resfriamento: (A1), (B1) e (C1) Seção total do corpo de prova; (A2), (B2) e (C2) Área da fratura



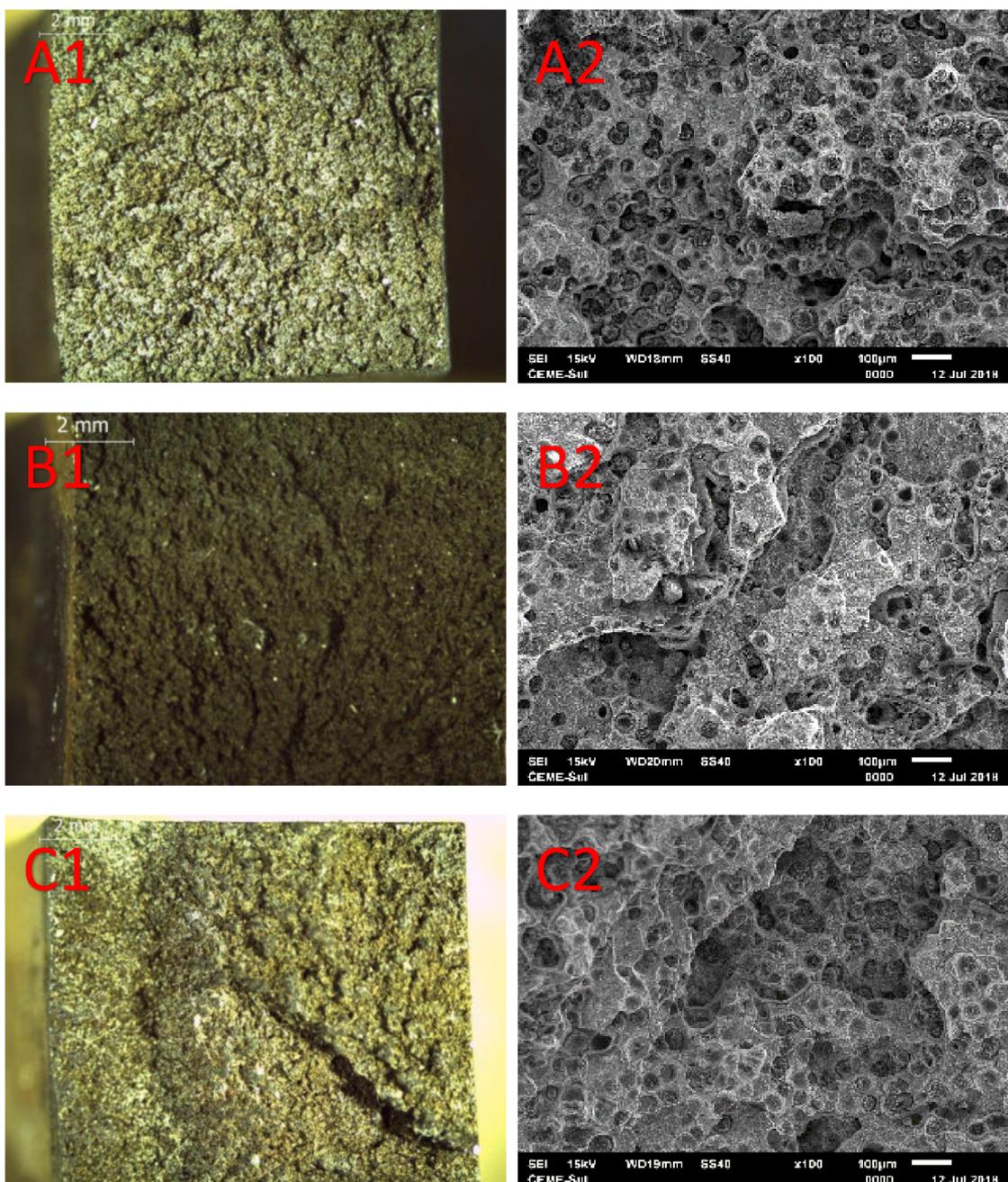
Fonte: Próprio autor

Figura 62 – Fratura Têmpera e Partição com tratamento criogênico após ensaio de impacto Charpy nos respectivos parâmetros de resfriamento: (A1), (B1) e (C1) Seção total do corpo de prova; (A2), (B2) e (C2) Área da fratura



Fonte: Próprio autor

Figura 63 – Fratura Têmpera e Partição com tratamento sub zero após ensaio de impacto Charpy nos respectivos parâmetros de resfriamento: (A1), (B1) e (C1) Seção total do corpo de prova; (A2), (B2) e (C2) Área da fratura



Fonte: Próprio autor

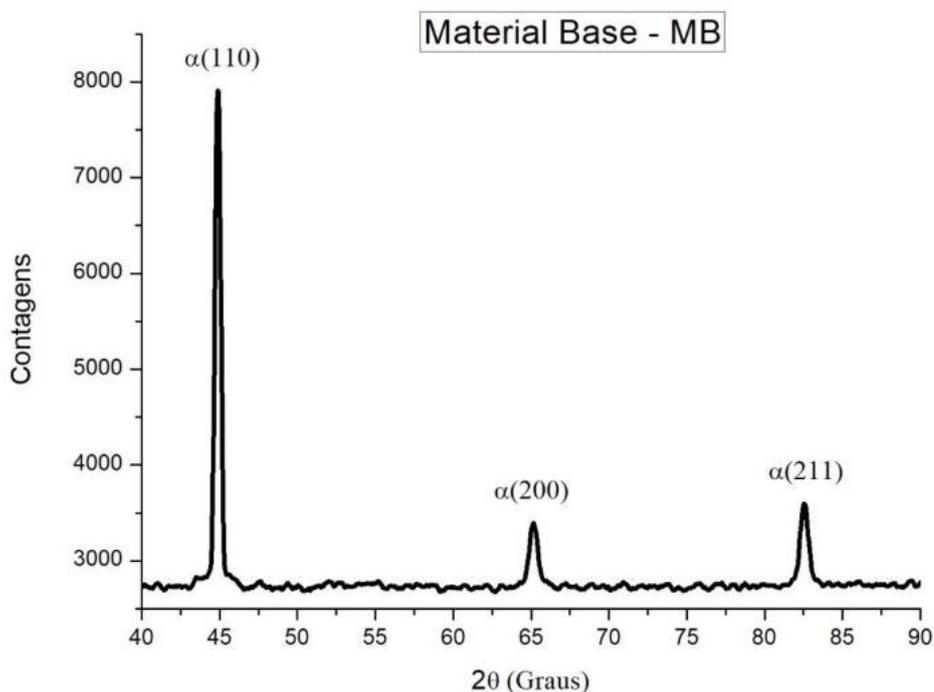
Em geral as fraturas apresentaram aspectos lisos e brilhantes, condizentes com fraturas frágeis. As fraturas se deram pelo mecanismo de clivagem, ou seja, pela separação dos planos cristalográficos. Percebe-se também nas imagens efetuadas por MEV, a presença de micro alvéolos

coalescidos o que indica ainda a presença da austenita na microestrutura do material, mesmo após os tratamentos térmicos de têmpera e partição, tratamento de criogenia e sub zero (30) e (34).

4.8 Análise Difratométrica das Amostras

A difratometria de raios-X foi aplicada nas amostras para identificar e verificar as variações das fases cristalinas do material base, do tratamento térmico de têmpera e partição, criogenia e sub zero. A figura 64 apresenta o difratograma do material base sem qualquer tratamento térmico. Percebe-se nesta figura a presença de ferro α em função da ferrita presente na matriz do ferro fundido nodular (30).

Figura 64 – Difrátograma do material base

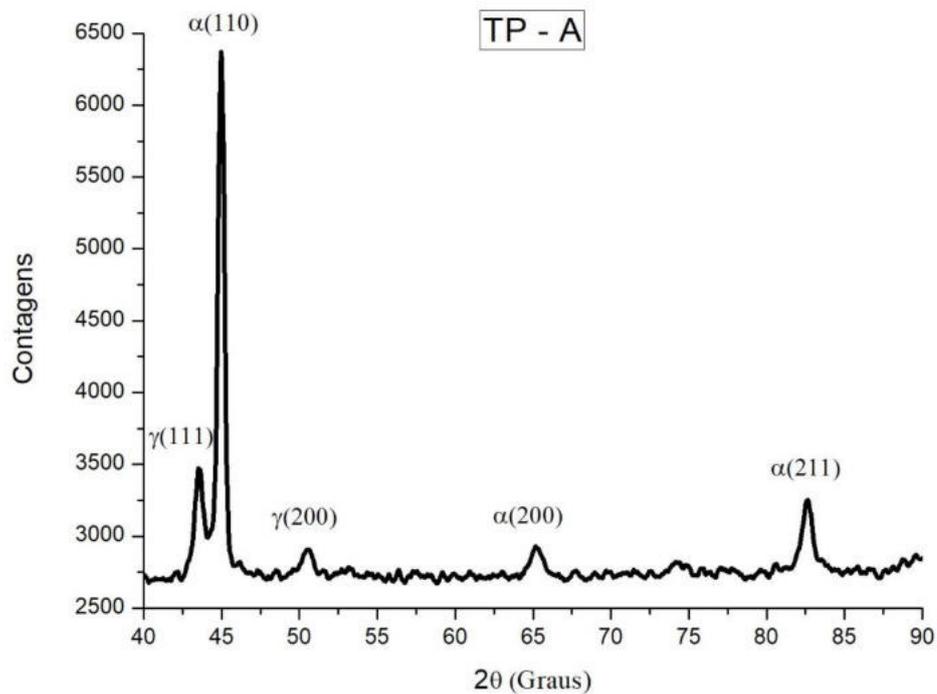


Fonte: Próprio autor

As figuras 65, 66 e 67 apresentam os difratograma referentes ao processo de têmpera e partição nos três parâmetros de resfriamento no processo de têmpera, sendo A (200°C), B (170°C) e C (140°C). Pode-se identificar nos três

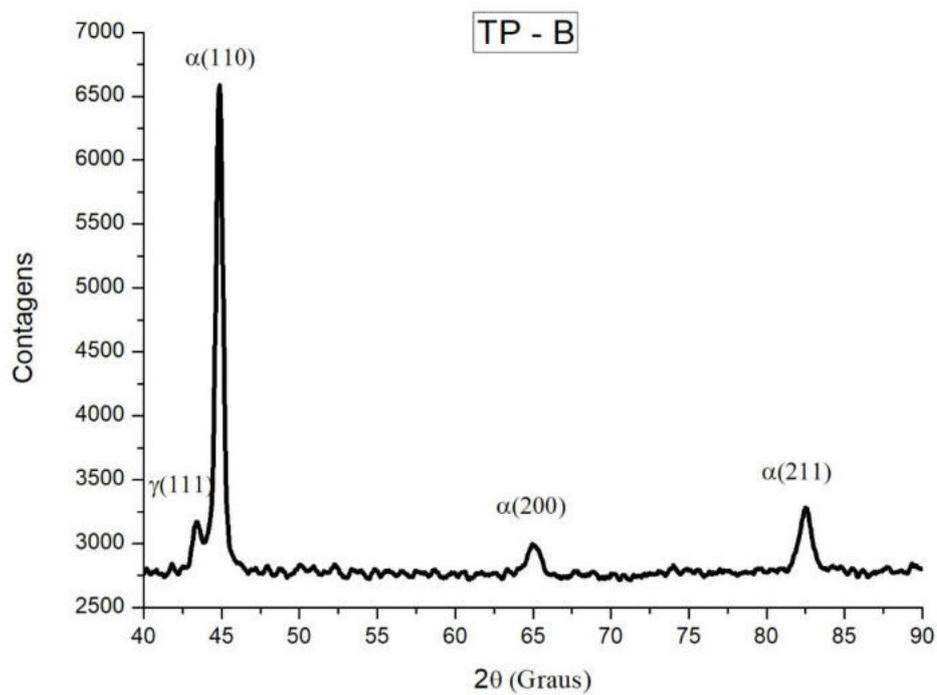
parâmetros a presença da fase γ , o que representa a presença de austenita retida nestas amostras. A maior intensidade de austenita retida se deu no parâmetro A, acreditasse que isto se deve em função da temperatura de resfriamento no parâmetro A ficar muito próxima a M_i , o que tende a possibilitar uma presença maior de austenita retida na matriz do material (30), (35) e (36).

Figura 65 – Difratoograma Têmpera e Partição – Parâmetro A



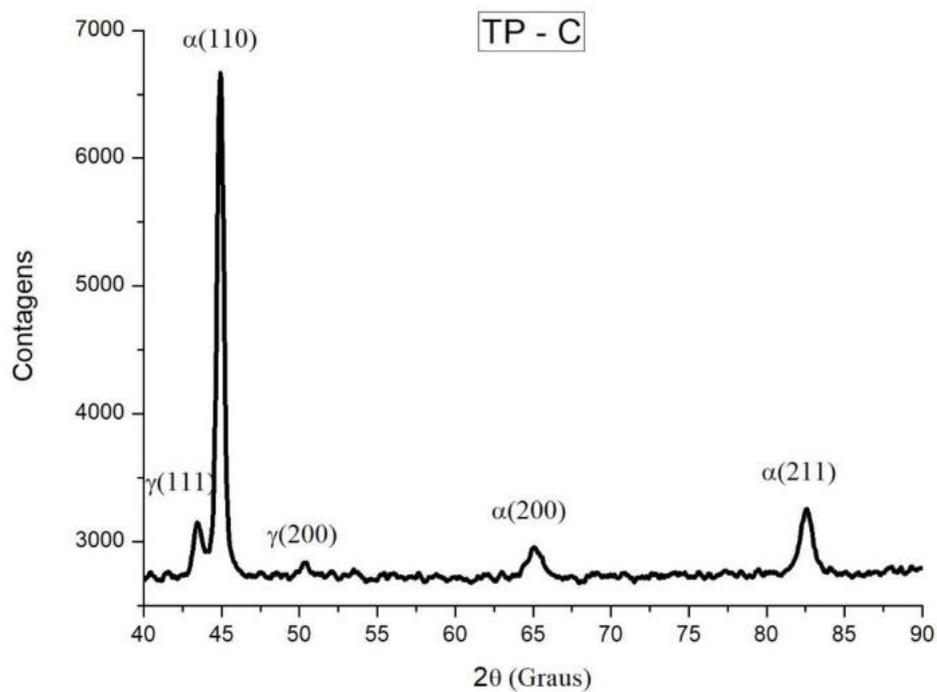
Fonte: Próprio Autor

Figura 66 – Difratoograma Têmpera e Partição – Parâmetro B



Fonte: Próprio autor

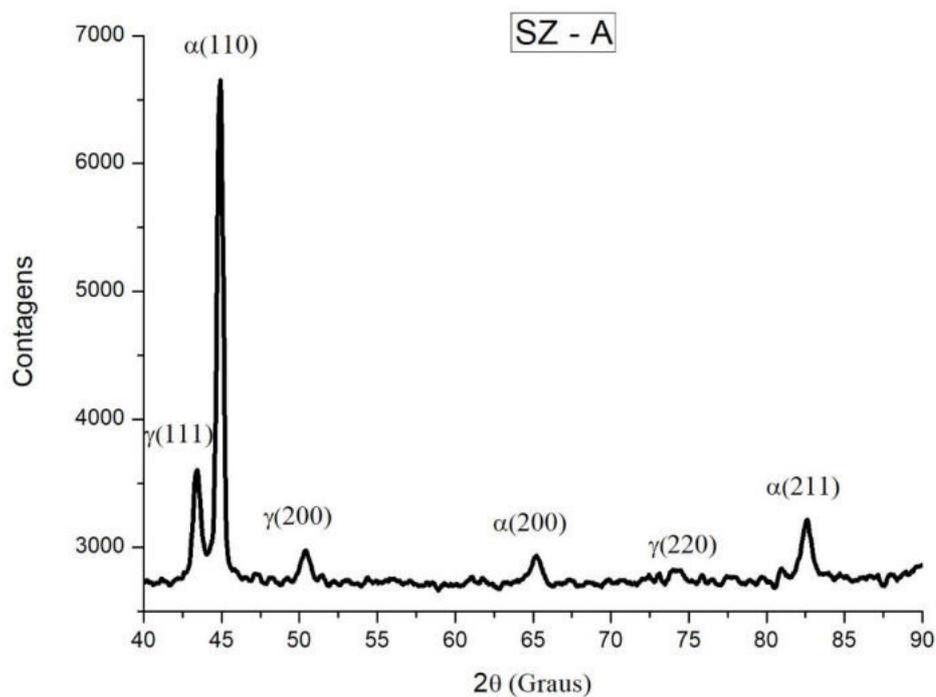
Figura 67 – Difratoograma Têmpera e Partição – Parâmetro C



Fonte: Próprio autor

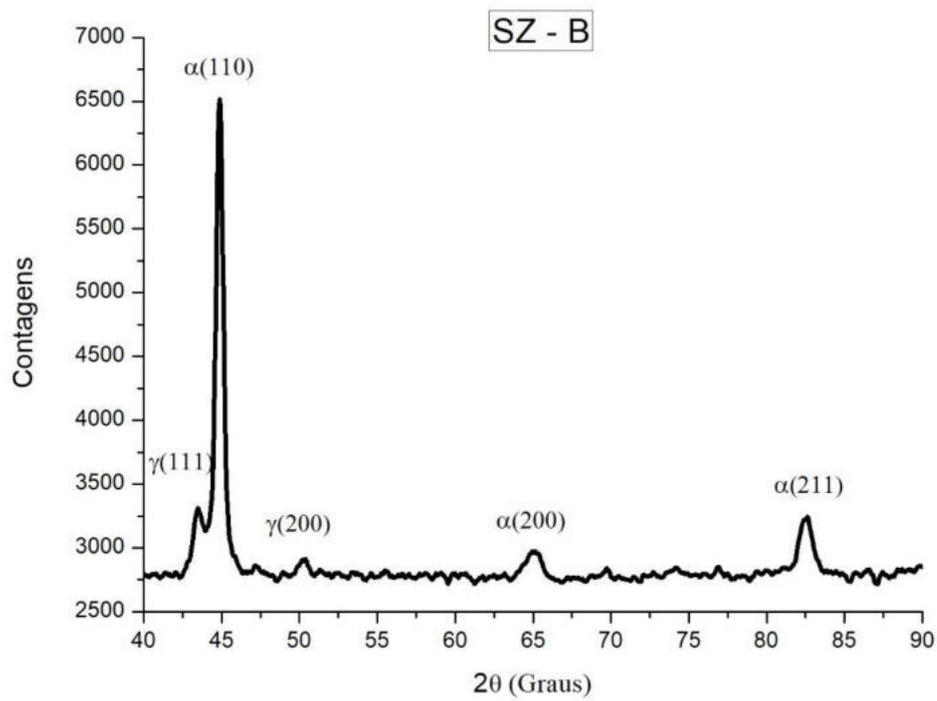
As figuras 68, 69 e 70 apresentam os difratogramas referentes ao material submetido ao tratamento térmico de têmpera e partição que sofreram resfriamento sub zero em ultra freezer. Pode-se observar a presença da fase α o que provavelmente corresponde a fase de martensita na microestrutura do material. A martensita é proveniente do tratamento térmico de têmpera na qual o material foi submetido. Também podemos observar a presença da fase γ nos difratogramas o que representa a presença de austenita retida na microestrutura do material. Analogamente ao descrito anteriormente, o parâmetro A apresenta a maior quantidade de austenita retida, porém a austenita foi percebida também nos parâmetros B e C em menores quantidades (30), (35) e (36).

Figura 68 – Difratograma sub zero – Parâmetro A



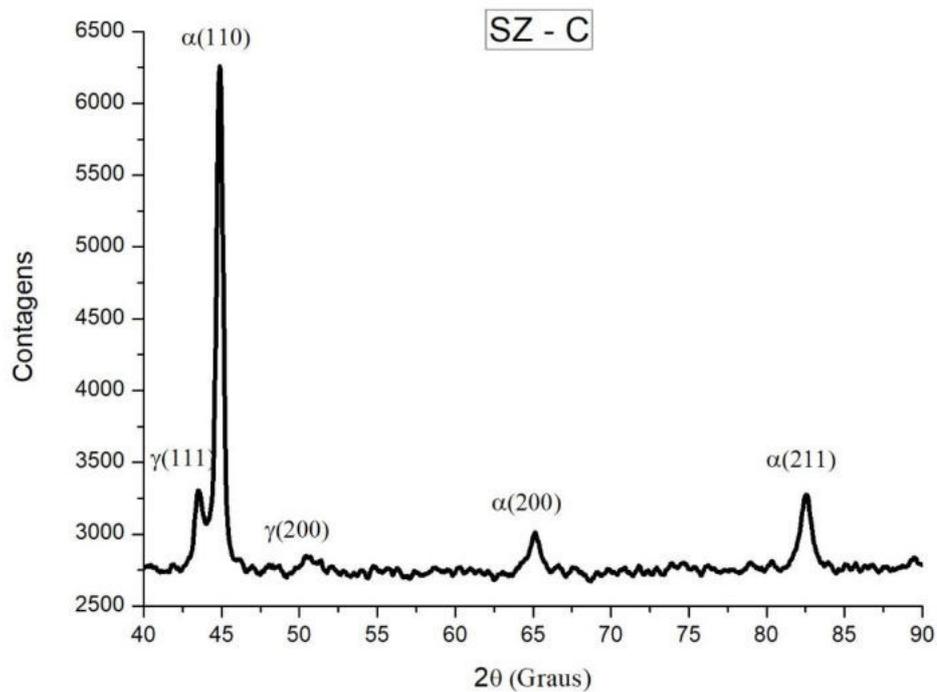
Fonte: Próprio autor

Figura 69 – Difratoograma sub zero – Parâmetro B



Fonte: Próprio autor

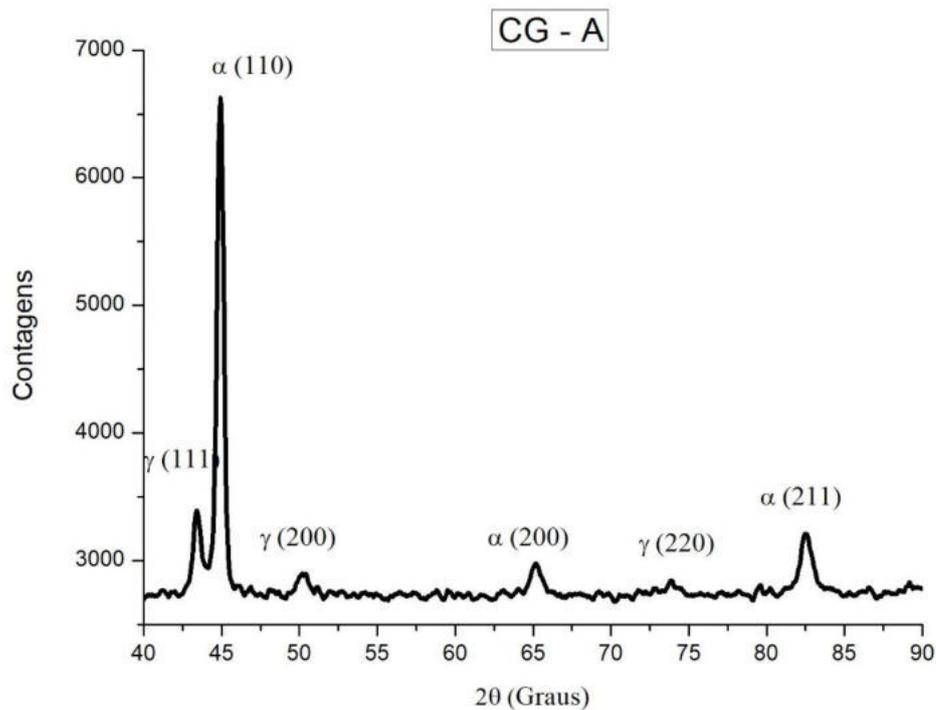
Figura 70 – Difratoograma sub zero – Parâmetro C



Fonte: Próprio autor

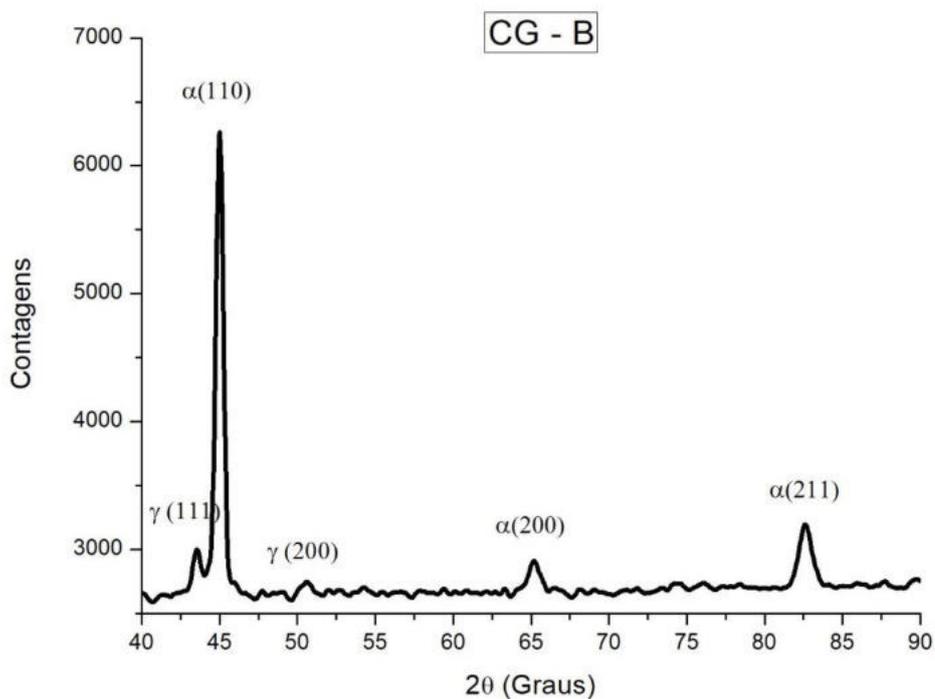
As figuras 71, 72 e 73 apresentam os difratogramas referentes ao material submetido ao tratamento térmico de têmpera e partição que sofreram resfriamento criogênico em nitrogênio líquido. Pode-se observar a presença da fase α o que provavelmente corresponde a fase de martensita na microestrutura do material. A martensita é proveniente do tratamento térmico de têmpera na qual o material foi submetido. Também podemos observar a presença da fase γ nos difratogramas o que representa a presença de austenita retida na microestrutura do material. Analogamente ao descrito anteriormente, o parâmetro A apresenta a maior quantidade de austenita retida, porém a austenita foi percebida também nos parâmetros B e C em menores quantidades (30), (35) e (36).

Figura 71 – Difratograma sub zero – Parâmetro A



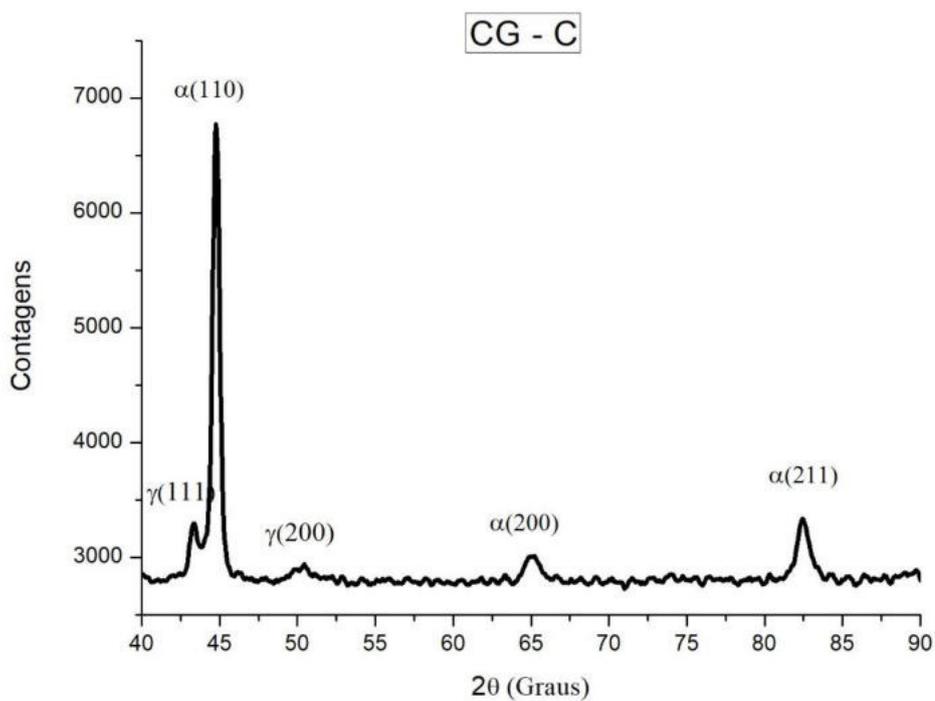
Fonte: Próprio autor

Figura 72 – Difratoograma sub zero – Parâmetro B



Fonte: Próprio autor

Figura 73 – Difratoograma sub zero – Parâmetro C



Fonte: Próprio autor

5. CONCLUSÕES

A partir dos resultados e discussões apresentadas conclui-se que:

- A composição química do ferro fundido nodular utilizado como material base encontra-se dentro das especificações padrões quanto aos seus elementos de liga, verificando-se morfologia adequada da grafita e microdureza similar a encontrada em estudos pretéritos;
- Após a aplicação do tratamento térmico de têmpera e partição, verificou-se a presença de martensita na microestrutura tanto em microscopia óptica quanto em microscopia eletrônica de varredura. Com a utilização da microssonda EDS foram analisados semi quantitativamente regiões claramente apontadas como martensíticas com “ilhas” de austenita não sendo possível diferenciar pelos teores de carbono a migração de carbono da austenita para a martensita;
- Nos resultados de microdureza verificou-se aumento de valores após a aplicação dos tratamentos térmicos têmpera e partição, têmpera e partição com sub zero e têmpera e partição com criogenia, comparando-se com o metal base. Porém foi necessário a utilização de dureza Vickers confrontando os valores devido ao fato da discrepância encontrada em cargas menores. Utilizando-se a norma ASTM E-140 foi correlacionado os valores da dureza com a resistência mecânica;
- Após a aplicação do tratamento sub zero verificou-se um aumento significativo da dureza apenas em relação ao parâmetro C de resfriamento a 140°C. Isto se deve em função do resfriamento da têmpera se dar próximo a temperatura de transformação final da martensita e uma pequena parte da austenita retida estabilizada se transforma em martensita após o tratamento sub zero, aumentando sua dureza;
- Com relação a aplicação do tratamento de criogenia, verificou-se um aumento significativo da dureza apenas em relação ao parâmetro C de resfriamento a 140°C. Isto se deve em função do resfriamento da têmpera se dar próximo a temperatura de transformação final da martensita e uma

pequena parte da austenita retida estabilizada se transforma em martensita após o tratamento de criogenia, aumentando sua dureza;

- Os resultados dos ensaios de impacto Charpy após os processos de tratamento sub zero e criogenia seguiram a tendência de valores similares nos parâmetros B e C. Os resultados obtidos no parâmetro A apresentaram comportamento em impacto iguais ou superiores ao metal base e superiores aos encontrados em B e C;
- As análises fractográfica dos corpos de provas submetidos ao ensaio de impacto Charpy apresentaram fraturas com morfologia frágil pelo mecanismo de clivagem. As Fractografias analisadas em MEV detectaram alguns micro alvéolos coalescidos demonstrando a influência da austenita na microestrutura;
- Após a realização do ensaio de difração de raio-X os resultados apresentaram picos típicos de ferrita, martensita e austenita.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Repetir o procedimento com outras classes de ferro fundido nodular;
- Realizar ensaios de tração e comparar os resultados obtidos com a norma ASTM E-140.
- Variar o tempo exposto no processo de partição e verificar a influência nos resultados microestruturais e nos ensaios mecânicos.
- Avaliar a influência na fadiga dos materiais temperados e particionados após os processos criogênicos e sub zero.
- Quantificar as fases do material em cada parâmetro via difração de raio-X.
- Quantificar e analisar tensões residuais resultantes dos processos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) GUESSER, W. L. **Propriedades Mecânicas dos Ferros Fundidos**, Blucher, São Paulo, 2009.
- (2) GUESSER, W. L.; MELLERAS, E.; CABEZAS, C. S.; MASIERO, I. **Avaliação da Qualidade Metalúrgica em Ferros Fundidos Nodulares e Cinzentos**. 15º Congresso de Fundição – CONAF 2011.
- (3) SILVA, A. J. S. T. **Têmpera e Partição em Ferros Fundidos Nodulares**. Dissertação de Mestrado. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. São Paulo, 2013.
- (4) PIESKE, A.; CHAVES FILHO, L.M.; GRUHL, A. **As variáveis metalúrgicas e o controle de estrutura de ferros fundidos cinzentos**. Metalurgia ABM, v.31, n.215, p.693-699, 1975.
- (5) SANTOS, A.B.S., BRANCO, C.H.C. **Metalurgia dos Ferros Fundidos Cinzentos e Nodulares**, IPT, São Paulo, 1989.
- (6) STEFANESCU, D. M. **Solidification and modeling of cast iron – A short history of defining moments**, Materials Science and Engineering A 413–414, USA, p. 322–333, 2005.
- (7) MCSWAIN, R. H.; BATES, C. E. **Surface and interfacial energy relationships controlling graphite formation in cast iron**. In: Proc. 2 nd Internat. Symposium on The Metallurgy of Cast Iron, 1976, 423-442. 1976.
- (8) WALLTON, C. F., OPAR T, J.: **Iron Castings Handbook**. Iron Castings Society, 1981.
- (9) HASSE, S.: **Ductile Cast Iron: Handbook for Producers and Appliers of Casting**. Original in German. Schiele & Schön, Berlin, 1996.
- (10) FEISTE, K. L.; REIMCHE, W.; BACH F. W.; MARQUES, P.F.; REBELLO, J. M. A. **Caracterização das propriedades mecânicas de ferro fundido nodular por análise harmônica dos sinais das correntes parasitas**. 6ª Conferência sobre Tecnologia de Equipamentos – COTEQ. Hannover/Rio de Janeiro, 2002.
- (11) SILVA, C. **Influência do número de nódulos de grafita nas propriedades mecânicas do ferro fundido austemperado**. Dissertação de mestrado. Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG. Belo Horizonte, 2005.
- (12) SORELMETAL. **Ductile iron data for design engineers**. Montreal: Rio Tinto Iron & Titanium Inc., 1990. n.p.
- (13) BCIRA. **Production of ductile iron**. Birmingham, (199_)

- (14) VATAVUK, Jan et al. **Efeito da morfologia e do número de partículas de grafita na fratura de ferros fundidos com matriz ferrítica**. Metalurgia, v. 46, n. 386, p. 66-70, Jan. 1990.
- (15) HARDING, R.A., **The Use of AusRevenido Ductile Iron for Gears**. in 2º World Congress of Gears, Paris, 1984.
- (16) HAYRYNEN K.L., **The Production of AusRevenido Ductile Iron (ADI)**. World Conference on ADI, 2002.
- (17) HARDING, R.A., **Ferrous materials used for gears – a review**, 1986.
- (18) BLANCO, J., **Comparação da Resistência ao Desgaste por Fadiga de Contato de Engrenagens Fabricadas em aço AISI 4140 e Ferro Fundido Nodular Austemperado**. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2011.
- (19) MAGALHÃES, L. M. **Caracterização tribologica de um ferro nodular austemperado em ensaios disco-disco e engrenagens FZG**, Universidade do Porto, 2002.
- (20) DOOD, J., GUNDLACH, R., **Advances in process technology and new application os asRevenido irons, Climax Molybdenum**, EUA, 1989.
- (21) SPEER, J.G.; RIZZO, F. C.; MATLOCK, D. K.; EDMONDS D. V.; **The Quenching and Partitioning process. Background and Recents Progress**. 59th Anual Conference of ABM – International, São Paulo, Brazil, 2004.
- (22) CLARKE, A.J.; SPEER, J. G.; MATLOCK, O. K.; RIZZO, F.C.; Edmonds, O.V.; Santofimia, M. J. **Influence of Carbon Partitioning Kinetics on Final Austenite Fraction during Quenching and Partitioning**, Scripta Materialia, U.S.A., 2009.
- (23) CLARKE, A. J.; SPEER J. G.; MILLER, M. K.; HACKENBERG, R. E.; EDMONDS, D. V.; MATLOCK D. K.; RIZZO, F. C.; CLARKE K.D.; MOOR, E. **Carbon partitioning to austenite from martensite or bainite during the quench and partition (Q&P) process: A critical assessment**. Acta Materialia, n. 56, p.16–22, 2008.
- (24) MATLOCK, D.K.; SPEER, J.G. **Processing Opportunities for New Advanced High-Strength Sheet Steels**. Materials and Manufacturing Processes, n. 25, p. 7–13, 2010.
- (25) SPEER, J.G.; EDMONDS D.V; RIZZO, F.; MATLOCK K.D. **Partitioning of carbon from supersaturated plates of ferrite, with application to steel processing and fundamentals of the bainite transformation**. Current opinion in solid state and Materials Science, v. 8, n. 3-4, p. 219-237, 2004.
- (26) Yang, H. S.; Wang, J.; Shen, B .L.; Liu, H. H.; Gao, S. J.; Huang, S. J.; **Effect of cryogenic treatment on the matrix structure and abrasion resistance of**

white cast iron subjected to destabilization treatment. Wear p. 1150-1154, may, 2006.

(27) BARRON, R. F.; **Cryogenic treatment of metals to improve wear resistance.** *Cryogenics*, vol. 22, p. 409-413, august, 1982.

(28) Liu H. H.; Wang, J.; Shen, B. L.; Yang, H. S.; Gao S. J.; Si-jiu Huang, S. J. **Effects of deep cryogenic treatment on property of 3Cr13Mo1V1.5 high chromium cast iron.** Materials and Design, p.1059–1064, 2007.

(29) VIDAL, D.F. **Análise de Estrutura e Propriedades Mecânicas de um Ferro Fundido Nodular em Processo de Fundição Produzido pela Técnica de Imersão de Sino.** Dissertação de Mestrado. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF. Campos dos Goytacazes - RJ, 2013.

(30) MELADO, A. C; NISHIKAWA, A, S; FUJIOKA, R, K; VIEIRA, E, A; GOLDENSTEIN, H. **Efeito da Porcentagem de Austenita Retida nas Propriedades Mecânicas de um Ferro Fundido Nodular Submetido ao Processo de Têmpera e Partição.** Contribuição técnica ao 70º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 15º ENEMET – Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, Rio de Janeiro, RJ, 2015.

(31) AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, **ASTM E 140.** Standard Hardness Conversion Tables for Metals Relationship Among Brinell Hardness, Vickers Hardness, Rockwell Hardness, Superficial Hardness, Knoop Hardness, Scleroscope Hardness, and Leeb Hardness. 2013.

(32) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 6916.** Ferro Fundido Nodular ou Ferro Fundido com Grafita Esferoidal, 1981.

(33) TUPY, PERFIS FUNDIDOS. **Manual Técnico FUCO® Perfis de Fundição Contínua**, 2011.

(34) CARDOSO, P. H. S.; ISRAEL, C. L.; STROHAECKER, T. R. **Estudo Comparativo de Ferros Fundidos Nodulares Temperados e Austemperados.** Estudos Tecnológicos - Vol. 6, nº 3: 140-148, 2010.

(35) VIEIRA, E. R. **Análise dos aços AISI 1045 e 4140 temperados em diferentes concentrações de solução polimérica aquosa de polivinilpirolidona.** Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande, Escola de Engenharia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2018.

(36) SILVA, S. E. T. P. **Análise das propriedades mecânicas e estruturais do aço SAE 4140 submetido a tratamento criogênico.** Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) -- Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados. Campos dos Goytacazes, 2012.