

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE
MATERIAIS

WILLIAN FERREIRA BATISTA

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO INOCULANTE NA FORMAÇÃO DE
INCLUSÕES DE SILÍCIO EM ANÉIS DE PISTÃO DE FERRO
FUNDIDO CINZENTO

ITAJUBÁ - MG

2022

WILLIAN FERREIRA BATISTA

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO INOCULANTE NA FORMAÇÃO DE
INCLUSÕES DE SILÍCIO EM ANÉIS DE PISTÃO DE FERRO
FUNDIDO CINZENTO**

Dissertação de Mestrado, apresentada à Universidade Federal de Itajubá, como parte das exigências para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais Programa de pós-graduação em engenharia de materiais. Área de Concentração: Desenvolvimento, Processamento e Caracterização de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Antonio Augusto A. P. da Silva
Coorientador: Prof. Dr. Gilbert Silva

ITAJUBÁ – MG

2022

WILLIAN FERREIRA BATISTA

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO INOCULANTE NA FORMAÇÃO DE
INCLUSÕES DE SILÍCIO EM ANÉIS DE PISTÃO DE FERRO
FUNDIDO CINZENTO**

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Antonio Augusto Araújo Pinto da Silva
IEM/UNIFEI

Prof. Dr. Gilbert Silva
IEM/UNIFEI

Prof. Dra. Mirian de Lourdes Noronha Motta Melo
IEM/UNIFEI

Prof. Dr. Fabio Gatamorta
DEEM/UNICAMP

Agradecimentos

À minha esposa Fernanda, pelo apoio, compreensão e incentivo nos dias de luta.

A toda minha família, pelos bons exemplos e pela confiança.

Ao meu professor e orientador Dr. Antonio Augusto Araújo Pinto da Silva, pelos ensinamentos, pela paciência, e pela motivação constante.

À empresa parceira nesta pesquisa por disponibilizar seus recursos e toda a compreensão para o desenvolvimento desse trabalho.

Aos meus colegas de trabalho pela troca de conhecimentos, por toda dedicação e pelo trabalho desenvolvido até aqui juntos.

Aos funcionários da Universidade Federal de Itajubá que diretamente ou indiretamente colaboraram no desenvolvimento e execução desse projeto.

“Todos os modelos estão errados, mas alguns são úteis.”

(George Box)

Resumo

Os anéis de pistão são componentes do sistema de combustão interna dos motores, e estes em sua maioria são fabricados em ferro fundido cinzento, os quais devem apresentar elevada resistência à tração e dureza por trabalharem em condições severas. Este trabalho objetivou avaliar a influência da adição de inoculantes na ocorrência de inclusões de silício em peças de ferro fundido cinzento com seções transversais finas, como por exemplo, anéis de pistão. A presença de inclusões nos metais gera um ponto de concentração de tensões, podendo resultar na nucleação de trincas de fadiga e levar o componente a falha durante seu funcionamento. O entendimento da influência dos inoculantes na ocorrência destas inclusões vai contribuir com a redução de partes rejeitadas pelas fundições, além de prevenir uma eventual falha do componente em campo. Para este trabalho duas corridas de fundição foram elaboradas para avaliar o comportamento das variáveis: granulometria, quantidade de inoculante e método (momento) de inoculação para atender a demanda dos experimentos planejados. Os resultados obtidos com os experimentos foram analisados utilizando métodos estatísticos como Qui-Quadrado, Análise de Regressão, Planejamento de Experimentos (DOE) e Otimização de Respostas. As amostras fundidas que apresentaram inclusões de silício foram analisadas conforme as especificações de microestrutura, composição química e dureza, e as inclusões foram caracterizadas através de ensaios de microdureza, microscopia óptica, e microscopia eletrônica de varredura. Foi possível confirmar que a ocorrência das inclusões está associada à adição do inoculante, e que as variáveis granulometria e quantidade de inoculante possuem forte relação à ocorrência do defeito. Os métodos estatísticos confirmaram que quanto maior for a granulometria e a quantidade de inoculantes adicionados ao banho, maior será a probabilidade da ocorrência do defeito de inclusão de silício no anel de pistão.

Palavras-chave: Ferro Fundido Cinzento. Inclusão de Silício. Inoculação. Planejamento de Experimentos. Otimização de Respostas.

Abstract

Piston rings are components of the internal combustion system of engines, and these are mostly made of gray cast iron, which must have high tensile strength and hardness for working in severe conditions. This work aimed to evaluate the influence of the addition of inoculants on the occurrence of silicon inclusions in gray cast iron parts with thin cross sections, such as piston rings. The presence of inclusions in metals generates a point of stress concentration, which can result in the nucleation of fatigue cracks and lead the component to failure during its operation. Understanding the influence of inoculants on the occurrence of these inclusions will contribute to the reduction of parts rejected by foundries, in addition to preventing an eventual failure of the component in the field. For this work, two castings were designed to evaluate the behavior of the variables granulometry, amount of inoculant and method (moment) of inoculation to meet the demand of the planned experiments. The results obtained with the experiments were analyzed using statistical methods such as Chi-Square, Regression Analysis, Design of Experiments (DOE) and Desirability. The cast samples that presented silicon inclusions were analyzed according to the microstructure, chemical composition and hardness specifications, and the inclusions were characterized through microhardness tests, optical microscopy, and scanning electron microscopy. It was possible to confirm that the occurrence of inclusions is associated with the addition of the inoculant, and that the variables granulometry and amount of inoculant are strongly related to the occurrence of the defect. Statistical methods confirmed that the greater the particle size and the amount of inoculants added to the bath, the greater the probability of the occurrence of the silicon inclusion defect in the piston ring.

Keywords: Gray Cast Iron. Silicon Inclusion. Inoculation. Design of Experiments; Desirability.

Lista de Figuras

Figura 1 – Evolução da produção de veículos automotores nas últimas décadas no Brasil (Fonte: ANFAVEA, 2019).	15
Figura 2 – Macrografia de uma inclusão de silício localizada na face lateral do anel de pistão. Destacada em vermelho (Fonte: AUTOR, 2022).	16
Figura 3 - Fotografias de (a) anéis de pistão e (b) anéis montados em um pistão de alumínio (Fonte: Adaptado de MAHLE, 2012).	19
Figura 4 - Ilustração dos tipos de grafita e morfologia: (a) Grafita tipo A; (b) Grafita tipo B; (c) Grafita tipo C; (d) Grafita tipo D; (e) Grafita tipo E. (Fonte: Adaptado de ASTM A247-16a, 2016).	20
Figura 5 - Micrografias de Ferros Fundidos Cinzentos (a) hipoeutético - 770x, (b) hipereutético - 300x e (c) eutético - 200x. [G-grafita, F-ferrita e E-esteadita em uma matriz de P-perlita]. Ataque: ácido pícrico, (Fonte: Adaptado de COLPAERT, 2008).	22
Figura 6 - Micrografia de um Ferro Fundido Hipereutético, coquilhado. Em cinzento vê-se a cementita e em cinzento com glóbulos brancos a ledeburita. Ataque: picrato de sódio. 365x (Fonte: Adaptado de COLPAERT, 2008).	23
Figura 7 - Energia livre molar em função da temperatura para cada componente de fase estável- α e fase metaestável- β , ambos em temperatura de equilíbrio T_f ; $T_f\beta < T_f\alpha$ para todas as situações. (Fonte: Adaptado de ASM HANDBOOK, 1988).	25
Figura 8 - Diagrama Fe-C: linhas tracejadas na reação eutética representa a fase estável ($\gamma+G$), linha cheia na reação eutética representa a fase metaestável ($\gamma +Fe_3C$) (Fonte: Adaptado de SANTOS e BRANCO, 1989).	25
Figura 9 - Curvas de resfriamento esquemáticas para um ferro fundido hipoeutético (a) estável (Cinzento);. (b) metaestável (Branco) (Fonte: Adaptado de COLPAERT, 2008).	27
Figura 10 – Esquema indicando o efeito da taxa de resfriamento sobre a temperatura de solidificação do eutético estável e metaestável em ferros fundidos. (Fonte: Adaptado de COLPAERT, 2008).	27
Figura 11 – Gráfico de dureza HB por seção da peça para dois valores de inoculação (Fonte: Adaptado de ARAÚJO, 2020).	31
Figura 12 – Curva representando a influência da granulometria do inoculante na dureza do ferro fundido após inoculação em molde (Fonte: Adaptado de FESENKO e FESENKO, 2020).	31

Figura 13 – Esquema de montagem do sistema de inoculação em filtro cerâmico (Fonte: LERNER et. al. 2005).	32
Figura 14 – Velocidade de dissolução das pastilhas de inoculante, em função da velocidade do fluxo de metal (Fonte: LERNER et. al., 2005).	33
Figura 15 - Região crítica para $H_0: \mu = \mu_0$ versus $H_1: \mu \neq \mu_0$. (Fonte: Adaptado de MONTGOMERY e RUNGER, 1999).	35
Figura 16 - Desvios dos dados em relação ao modelo estimado de regressão (Fonte: Adaptado de MONTGOMERY e RUNGER, 1999).	36
Figura 17 - Roteiro das etapas do processo de experimentação (Fonte: Adaptado de COLEMAN e MONTGOMERY, 1993; ANTONY <i>et al.</i> , 1998).	40
Figura 18 – Fluxograma: resumo do modelo experimental (Fonte: AUTOR, 2022).	47
Figura 19 – Fotografia do modelo de fundição utilizado para a obtenção dos moldes do experimento (a) e as dimensões de sua seção transversal (b) (Fonte: AUTOR, 2022).	51
Figura 20 - Fotografia do inoculante utilizado nos experimentos (Fonte: AUTOR, 2022).	53
Figura 21 - Fluxo resumido de um processo de manufatura de Anéis de Pistão em Ferro Fundido Cinzento (Fonte: AUTOR, 2022).	53
Figura 22 – Desenho esquemático do vazamento (Fonte: AUTOR, 2022).	55
Figura 23 – Fotografia dos anéis após desmoldagem (Fonte: AUTOR, 2022).	55
Figura 24 - Fotografia de anéis fundidos após etapas de Limpeza e Rebarbação (Fonte: AUTOR, 2022).	56
Figura 25 - Fotografia de anéis de pistão com as faces laterais retificadas (Fonte: AUTOR, 2022).	56
Figura 26 – Fotografia comparativa do aspecto visual entre anéis sem camada e com camada de fosfato (Fonte: AUTOR, 2022).	57
Figura 27 - Fotografia dos anéis de pistão com camada de fosfato sendo inspecionados (Fonte: AUTOR, 2022).	57
Figura 28 – Imagem esquemática do posicionamento das identificações dos ensaios de dureza Rockwell C (Fonte: AUTOR, 2022).	58
Figura 29 – Micrografia (MO) de um anel com inclusão. Definição das regiões da matriz e da inclusão (Fonte: AUTOR, 2022).	59
Figura 30 - Esquema de corte e embutimento do corpo de prova (Fonte: AUTOR, 2022).	59
Figura 31 - Micrografia (MO) de amostra obtida da corrida A: (a) Sem ataque, (b) Ataque Nital 3 % (Fonte: AUTOR, 2022).	62

Figura 32 - Micrografia (MO) de amostra obtida da corrida B: (a) Sem ataque, (b) Ataque Nital 3 % (Fonte: AUTOR, 2022).	63
Figura 33 – Micrografia (MO) do ferro fundido cinzento obtido com os resultados das painelas sem adição de inoculante (a) sem ataque, (b) Ataque Nital 3 % - Região escura provocada por ataque excessivo. (Fonte: AUTOR, 2022).	64
Figura 34 – Comparativo de micrografias (MO) de amostras da corrida A das painelas que receberam adição de 700g (a) e 350g (b) de inoculante (Fonte: AUTOR, 2022).	65
Figura 35 - Comparativo de micrografias (MO) de amostras da corrida B das painelas que receberam adição de 350g e 700g de inoculante (Fonte: AUTOR, 2022).	66
Figura 36 - Imagem de um anel semiacabado com camada de fosfato e inclusões de silício distribuídas ao longo da superfície (Fonte: AUTOR, 2022).	66
Figura 37 – (a) Micrografia (MO) da inclusão metálica contida em anel selecionado da corrida B; (b) Detalhes da inclusão (Fonte: AUTOR, 2022).	68
Figura 38 – (a) e (b) micrografias (MO) da inclusão metálica contida em anéis selecionados da corrida B; (a.1) e (b.1) detalhes da inclusão (Fonte: AUTOR, 2022).	69
Figura 39 - Micrografia contendo exemplo das identificações dos ensaios de micro dureza realizados em uma amostra.	70
Figura 40 - Resultados da Regressão Linear (Fonte: AUTOR, 2022).	74
Figura 41 - Resultados da Regressão Polinomial Quadrática (Fonte: AUTOR, 2022).	74
Figura 42 - Representação gráfica dos resultados do experimento fatorial sem interação entre os fatores (Fonte: AUTOR, 2022).	77
Figura 43 - Representação gráfica do resultado do experimento fatorial com interação entre os fatores (Fonte: AUTOR, 2022).	78
Figura 44 - Ocorrência de peças com inclusão na face lateral em função da “Quantidade de Inoculante” e “Peso de metal na painela” para uma granulometria menor ou igual a 4 mm (Fonte: AUTOR, 2022).	79
Figura 45 - Ocorrência de peças com inclusão na face lateral em função da “Quantidade de Inoculante” e “Peso de metal na painela” para uma granulometria maior que 4 mm (Fonte: AUTOR, 2022).	79
Figura 46 - Gráfico de otimização apresentando a solução com melhor desejabilidade para o experimento fatorial usando a granulometria menor ou igual a 4 mm. (Fonte: AUTOR, 2022).	81
Figura 47 - Gráfico de otimização apresentando a solução com melhor desejabilidade para o experimento fatorial usando a granulometria maior que 4 mm. (Fonte: AUTOR, 2022).	81

Lista de Tabelas

Tabela 1 - Qui-quadrado.....	38
Tabela 2 - Matriz de Planejamento 2 ³	42
Tabela 3 - Dados de carregamento do forno para as corridas A e B.	52
Tabela 4 - Especificações de composição química do inoculante.....	52
Tabela 5 - Especificações de granulometria do inoculante.	52
Tabela 6 - Resultados de composição química das corridas A e B.	61
Tabela 7 - Resultados de dureza HRC das amostras de panelas com 0 g, 350 g e 700 g de inoculante.	67
Tabela 8 - Resultado EDS realizado na matriz da inclusão metálica da Figura 55 (b.1).	70
Tabela 9 - Resultados da inspeção visual de cada panela da corrida A.....	71
Tabela 10 - Resultados da inspeção visual de cada panela da corrida B.....	72
Tabela 11 – Resultados do teste do Qui-quadrado para associação.	73
Tabela 12 – Resultados do Qui-quadrado.....	73
Tabela 13 - Análise de variância da regressão linear.	73
Tabela 14 - Análise de variância da regressão polinomial quadrática.	74
Tabela 15 - Matriz de experimentos fatorial completo 2 ³ para a corrida B.....	75
Tabela 16 - Análise de variância do DOE sem interação entre os fatores.....	76
Tabela 17 - Sumário do modelo sem interação entre os fatores.....	76
Tabela 18 - Análise de variância do DOE com interação entre os fatores.	77
Tabela 19 - Sumário do modelo com interação entre os fatores.	78
Tabela 20 - Amplitudes de variáveis na otimização de resposta.	80
Tabela 21 - Solução indicada pela Otimização de Respostas.....	80
Tabela 22 - Predição de múltiplas respostas.....	80

Lista de Quadros

Quadro 1 – Decisões no teste de hipóteses.....	34
Quadro 2 - Características Fundamentais das Principais Técnicas de DOE.	40
Quadro 3 - Dados do método de inoculação adotado durante o vazamento da corrida A.....	49
Quadro 4 - Dados dos métodos de inoculação adotados durante o vazamento da corrida B. ...	50
Quadro 5 - Especificações do ferro fundido cinzento subclasse MC12.	51

Lista de Siglas e Abreviaturas

ANOVA – Análise de Variância (Analysis of Variance)

ASTM – American Society for Testing and Materials

at - Atômica

Ceq – Carbono Equivalente

DOE – Planejamento de Experimentos (Design of Experiments)

EDS – Espectroscopia por energia dispersiva (Energy Dispersive Spectroscopy)

HR_C – Dureza Rockwell C (Hardness Rockwell C)

HV – Dureza Vickers (Hardness Vickers)

ISO – Organização Internacional de Normalização (International Organization for Standardization)

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

MO – Microscopia Óptica

T – Temperatura

T_{EE} – Temperatura do eutético estável

T_{Ehigh} – Maior temperatura eutética

T_{Elow} – Menor temperatura eutética

T_{EM} – Temperatura do eutético metaestável

T_L – Temperatura líquido

R² – R-quadrado

p – Peso

Sumário

1 – INTRODUÇÃO	15
1.1 - Objetivo	18
1.1.1 - Objetivo geral	18
1.1.2 – Objetivos específicos	18
2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
2.1 – Anéis de Pistão	19
2.2 – Ferro Fundido Cinzento	19
2.2.1 - Solidificação dos Ferros Fundidos e os efeitos de sua composição	21
2.2.2 – Termodinâmica e cinética da solidificação	23
2.3 - Inoculação	28
2.4 – Uma abordagem de conceitos estatísticos	33
2.4.1 – Teste de Hipóteses e Valor P	33
2.4.2 - Regressão Linear Simples	36
2.4.3 – A Estatística do R ²	37
2.4.4 – Teste do Qui-Quadrado	37
2.4.5 – Planejamento de Experimentos	39
2.4.6 – Metodologia da Superfície de Resposta e a Função Desirability	44
3 – MATERIAIS E MÉTODOS	46
3.1 – Determinação dos modelos experimentais	47
3.1.1 - Teste do Qui-quadrado e Análise de Regressão	49
3.1.2 - Planejamento de Experimentos e Otimização de Resposta	50
3.2 – Realizações dos experimentos	51
3.2.1 - Definição dos Materiais	51
3.2.2 – Processo de Manufatura dos Anéis de Pistão	53
3.3 - Caracterização	58
4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO	61

4.1 – Análise Microestrutural	61
4.1.1 - Composição Química	61
4.1.2 – Análise microestrutural dos anéis	61
4.1.3 - Ensaio de Dureza HRC dos anéis	66
4.1.4 – Análise microestrutural das Inclusões	67
4.2 – Interpretações dos resultados dos experimentos	71
4.2.1 - Inspeção Visual dos anéis	71
4.2.2 - Qui-quadrado	72
4.2.3 - Análise de Regressão	73
4.2.4 - DOE	75
4.3 – Otimização de respostas	79
5 - CONCLUSÃO	82
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	83

1 – INTRODUÇÃO

As últimas décadas apresentaram um aumento expressivo da produção de veículos automotores no Brasil, isto pode ser observado na Figura 1 que indica a quantidade produzida (em milhares) por década. A necessidade de manter um alto ritmo de produção para suprir a demanda crescente fez com que o cuidado em relação às peças fosse negligenciado. Entre o período de 2003 a 2012, o número de *recalls* avançou 340 %, segundo dados da Fundação PROCON-SP. Nesse período, cerca de 4,5 milhões de carros foram convocados pelas montadoras para troca de peças e consertos devido a falhas na fabricação. Segundo dados da Sociedade de Engenheiros da Mobilidade (SAE Brasil), 70 % dos *recalls* são causados por problemas com fornecedores de peças. Uma importante parte das falhas de peças em serviço têm suas causas correlacionadas com a presença de defeitos metalúrgicos (OTOBONI, 2013).

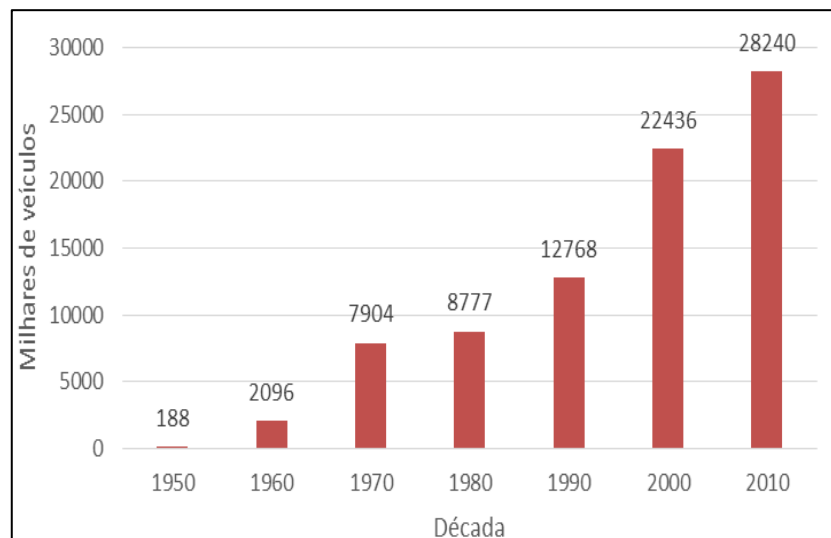


Figura 1 – Evolução da produção de veículos automotores nas últimas décadas no Brasil (Fonte: ANFAVEA, 2019).

Desde a sua criação, os automóveis utilizam principalmente motores de combustão interna que possuem entre os seus principais componentes os anéis de pistão. Os anéis de pistão são componentes dos motores de combustão interna responsáveis principalmente pela vedação dos cilindros, lubrificação das paredes dos cilindros e remoção de calor dos pistões. Os anéis de pistão trabalham em condições severas (temperatura, atrito, esforços, etc.) e assim os materiais em que os componentes são produzidos necessitam apresentar as propriedades mecânicas adequadas. O ferro fundido cinzento, por apresentar elevada resistência à tração, dureza e baixo custo de produção é o material mais utilizado na fabricação dos anéis de pistão da empresa onde o estudo foi elaborado.

Os ferros fundidos cinzentos são ligas que possuem o teor de carbono entre 2,5 e 4,0 %p. e o teor de silício entre 1,0 % e 3,0 %p. O silício é um elemento determinante nas propriedades dos ferros fundidos cinzentos, já que favorece a desejada formação de grafita (CHIAVERINI, 2008). Além disso, é comum também adição de pequenas quantidades de uma liga metálica, denominada inoculante, que possui a capacidade de evitar a formação de carbonetos na estrutura, influenciando no aumento de núcleos disponíveis para a formação desta fase (SANTOS e BRANCO, 1989). A granulometria deste inoculante tem grande influência na sua velocidade de dissolução no metal líquido (NASCIMENTO, 2016; ARAÚJO, 2020), especialmente quando estes possuem granulometria superior a 7,5 mm (FESENKO e FESENKO, 2020). Um dos defeitos metalúrgicos gerados no processo de fundição dos anéis de pistão é a formação de inclusões de silício e a principal fonte de silício adicionada na panela durante o vazamento do metal é o inoculante, já que este é composto por uma liga à base de Fe-Si. A Figura 2 apresenta um exemplo de inclusão de silício localizada na face lateral de um anel de pistão.

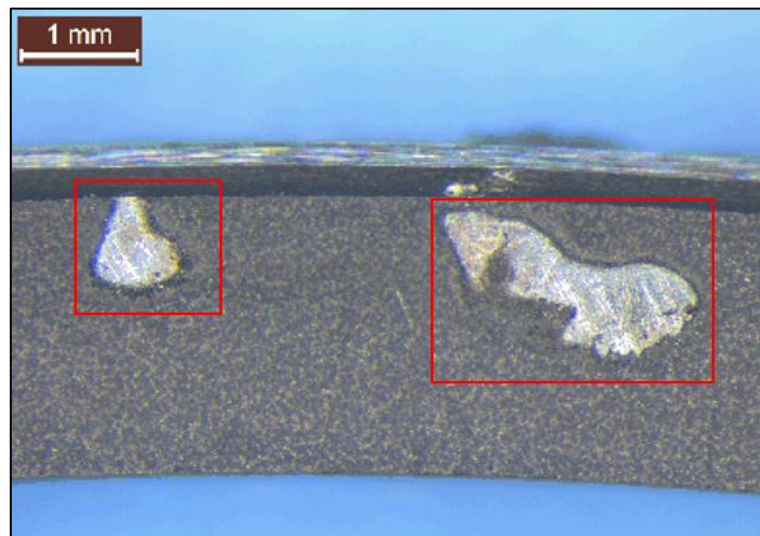


Figura 2 – Macrografia de uma inclusão de silício localizada na face lateral do anel de pistão. Destacada em vermelho (Fonte: AUTOR, 2022).

O comportamento mecânico de um componente metálico é controlado em grande parte pela fração de volume, tamanho, distribuição, composição e morfologia das inclusões, que atuam como nucleadores de tensão, favorecendo a formação de trincas, especialmente quando presentes em regiões superficiais ou próximas da superfície (LESLIE, 1983). A distribuição do tamanho de inclusão é particularmente importante, porque macroinclusões são as mais prejudiciais às propriedades mecânicas. Muitas vezes, um defeito catastrófico é causado por apenas uma única grande inclusão (HANSEN e JONSSON, 2001).

As inclusões em sua maioria são detectadas por meio de ensaios não destrutivos realizados depois das etapas do processo de fabricação, condicionando as empresas a desenvolverem um controle de parâmetros de processo rigoroso que devido à quantidade de variáveis esse defeito de fundição é complexo e de difícil solução. Zhang e Thomas (2003) avaliaram as fontes de inclusões em aços fundidos e listaram mais de 30 diferentes métodos, diretos e indiretos, para detecção de defeitos. Todos eles envolvem um elevado investimento e tornam o fluxo de manufatura dos produtos mais caros.

Para investigar cada variável do processo de fundição surge a necessidade de estudar simultaneamente o efeito das variáveis do processo com diferentes níveis de regulagens. O resultado é que o número de testes requeridos para a experimentação tende a crescer à medida que a quantidade de fatores aumenta. Isso inviabiliza os experimentos porque os custos e o tempo de execução são elevados. A solução de problemas de processos industriais pode ser alcançada com mais facilidade e robustez quando os experimentos são planejados e as respostas analisadas com métodos e técnicas estatísticas (COLEMAN e MONTGOMERY, 1993).

O desenvolvimento deste trabalho ocorreu nas instalações de uma empresa de autopeças fabricante de componentes para motores a combustão interna. Em seu processo de manufatura de anéis de pistão de ferro fundido cinzento, são descartadas em média 5.000 peças com inclusões para cada milhão de peças produzidas. O entendimento da influência do processo de inoculação na formação de inclusões de silício em anéis de pistão pode contribuir para a prevenção da ocorrência, evitando a presença de regiões que favoreçam a nucleação de trincas e assim reduzindo a vida útil do componente. Logo para avaliar a influência do tratamento de inoculação na ocorrência de inclusões de silício em anéis de pistão de ferro fundido cinzento, será adotado o uso de ferramentas estatísticas que ajudarão na compreensão das causas.

1.1 - Objetivo

1.1.1 - Objetivo geral

Este trabalho pretende analisar a influência das variáveis: granulometria, quantidade de inoculante e quantidade de metal na panela no momento da inoculação, na ocorrência de inclusão de silício em anéis de ferro fundido cinzento adotando o uso de ferramentas estatísticas e propondo um modelo de otimização do tratamento de inoculação para reduzir a ocorrência do defeito.

1.1.2 – Objetivos específicos

- a) Comprovar a associação entre a ocorrência do defeito de inclusão de silício nos anéis de pistão com a adição do inoculante no metal;
- b) Avaliar se a frequência de ocorrência do defeito está correlacionada com a quantidade de inoculantes adicionados no metal;
- c) Estudar os fatores de maior influência no método de inoculação (quantidade, granulometria e método de adição) analisando suas interações e relevância na ocorrência do defeito;
- d) Propor um modelo para a otimização do tratamento de inoculação com o objetivo de reduzir a ocorrência do defeito de inclusões metálicas em anéis de pistão de ferro fundido cinzento;
- e) Realizar a caracterização das inclusões metálicas avaliando sua microestrutura e propriedades mecânicas.

2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 – Anéis de Pistão

O anel de pistão é definido como uma mola circular metálica com uma alta tensão de expansão, encaixada em um canaleta do pistão, que quando confinada no cilindro, aplica uma força de vedação contra a parede do mesmo, o anel de pistão e sua posição nos canaletes são apresentados na Figura 3a e 3b respectivamente. Suas principais finalidades são: vedar a câmara de combustão; transmitir o calor da combustão para as paredes do cilindro; e controlar o consumo de óleo e a lubrificação (Adaptado de ISO 6621-1, 2009).

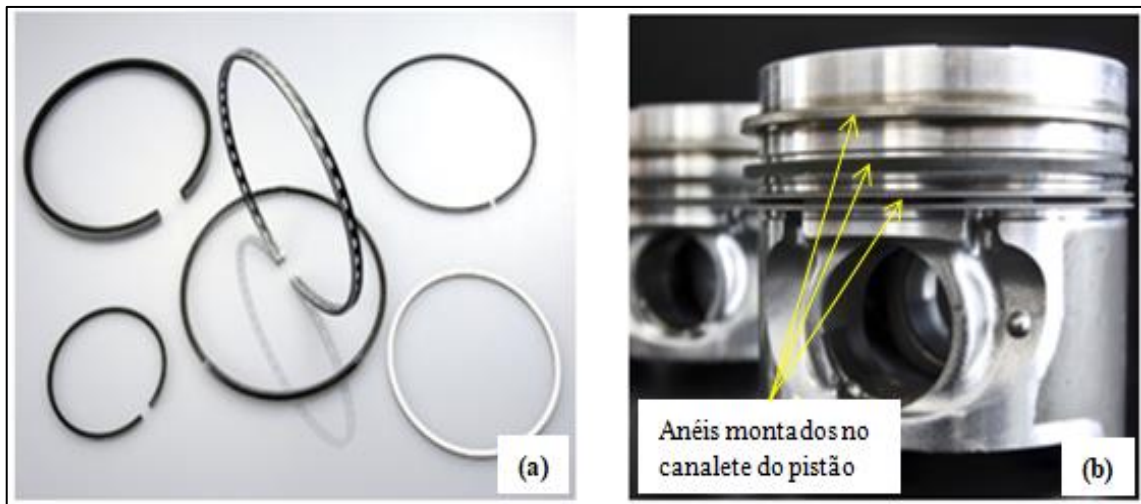


Figura 3 - Fotografias de (a) anéis de pistão e (b) anéis montados em um pistão de alumínio (Fonte: Adaptado de MAHLE, 2012).

Os principais materiais homologados para a fabricação de anéis de pistão são: o aço, ferro fundido maleável e o ferro fundido cinzento (Adaptado de ISO 6621-3, 2009). Os ferros fundidos cinzentos além do baixo custo de produção, apresentam boa usinabilidade, boa capacidade de amortecer vibrações e, devido ao formato em veios de grafita, apresentam boa condutividade térmica. Entre os materiais citados, é o de menor módulo de elasticidade e resistência à flexão. Apresentam faixa de limite de resistência à tração entre 100 e 400 MPa, com ductilidade praticamente nula (GUESSER, 2009).

2.2 – Ferro Fundido Cinzento

Os ferros fundidos classificam-se como ligas ternárias Fe-C-Si, com teores de carbono superiores a 2,11%. O ferro fundido pode solidificar de acordo com o sistema termodinâmico

estável (Fe-Grafita) com o carbono se apresentando na microestrutura majoritariamente na fase grafita (carbono livre) sendo assim denominado ferro fundido cinzento. Ou pelo sistema termodinâmico metaestável (Fe-Fe₃C) com o carbono se apresentando na microestrutura majoritariamente fase cementita (Fe₃C) sendo denominado como ferro fundido branco (CHIAVERINI, 2008). Dentre os fatores que podem ser citados para determinar se um ferro fundido irá se solidificar como branco ou cinzento estão a composição, taxa de resfriamento e utilização de inoculantes (SANTOS E BRANCO, 1989).

A distribuição da grafita e sua morfologia são fatores fundamentais nas propriedades dos ferros fundidos cinzentos e determinam suas características mecânicas (CHIAVERINI, 2008). A norma ASTM A-247 é referência na classificação de grafita e a Figura 4 apresenta esquematicamente as possíveis morfologias e classificações da grafita nas microestruturas de um ferro fundido cinzento. A grafita do tipo A, possui orientação aleatória (Figura 4a), a tipo B, possui disposição radial em torno do núcleo com aspecto eutético (Figura 4b), a tipo C, disposição da grafita grande e quase reta (Figura 4c), a tipo D, veios pequenos, curto espaço interdendrítico e morfologia eutética (Figura 4d) e a tipo E, apresenta veios com orientação segundo espaço interdendrítico (Figura 4e) (Adaptado de ASTM A247-16a, 2016).

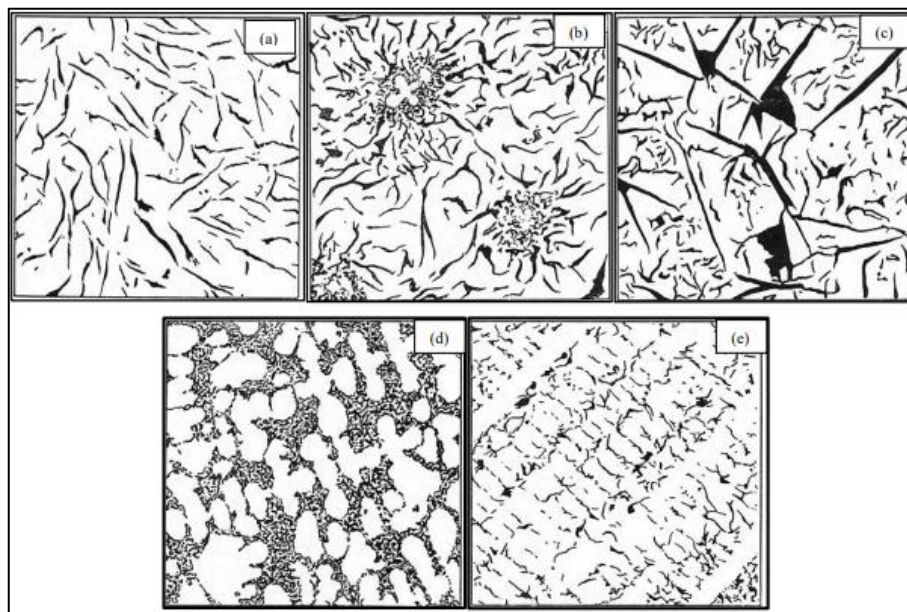


Figura 4 - Ilustração dos tipos de grafita e morfologia: (a) Grafita tipo A; (b) Grafita tipo B; (c) Grafita tipo C; (d) Grafita tipo D; (e) Grafita tipo E. (Fonte: Adaptado de ASTM A247-16a, 2016).

2.2.1 - Solidificação dos Ferros Fundidos e os efeitos de sua composição

A formação das fases (grafita ou cementita) nos ferros fundidos depende da atividade dos elementos. Um aumento na atividade do carbono no líquido aumenta a tendência da liga de solidificar como um sistema estável. Por outro lado, uma diminuição da atividade do carbono aumenta a tendência de formação de carboneto do sistema, isto é, tendência de solidificação metaestável. O silício atua como elemento grafitizante, diminuindo a estabilidade do Fe_3C . Além disto, o Si aumenta a estabilidade da ferrita e desloca a composição das reações eutética e eutetóide para valores menores de carbono, aumentando também a sua temperatura (ASM HANDBOOK, 2017).

Para considerar o efeito de outros elementos nas transformações estruturais dos ferros fundidos segundo o diagrama Fe-C, desenvolveu-se o conceito de “Carbono Equivalente” (Ceq). O conceito do Ceq leva em consideração tanto a concentração dos elementos no material, quanto o potencial grafitizante que ele possui. O conceito do Ceq é útil para determinar a proximidade que uma liga está do ponto eutético, auxiliando na compreensão da sequência de solidificação, do processo de nucleação e do crescimento de células eutéticas. Assim, ligas com valores de Ceq superiores ao eutético são chamadas de ligas hipereutéticas, enquanto ligas com valores de Ceq inferiores ao eutético são chamadas de ligas hipoeutéticas (SANTOS e BRANCO, 1989). A Equação (1) indica o efeito do Si e do P no Ceq, sendo %C o percentual de Carbono da liga; %Si o percentual de Silício da liga; %P o percentual de Fósforo da liga (WALTON e OPAR, 1981; CHIAVERINI, 2008):

$$Ceq = \%C + \frac{\%Si}{3} + \frac{\%P}{3} \quad (1)$$

A Figura 5 apresenta a influência da composição (Ceq) na microestrutura de diversos ferros fundidos. A microestrutura de um ferro fundido cinzento hipoeutético é constituída de ferrita, perlita e grafita com veios de esteadita, conforme mostra a Figura 5a, durante a sua solidificação ocorre à precipitação de dendritas de austenita como microconstituente primário as quais vão se transformar posteriormente em perlita e ferrita, entre as dendritas da austenita o líquido enriquecido em carbono promove a nucleação das grafitas sob o equilíbrio estável (SANTOS E BRANCO, 1989; COLPAERT, 2008). Durante a solidificação de um ferro fundido cinzento hipereutético (Figura 5b) ocorre à precipitação da grafita primária na forma de lamelas longas e com ramificação. Quando solidificado apresenta microestrutura semelhante ao ferro fundido cinzento hipoeutético, com presença de cementita podendo a

ferrita estar ausente. O ferro fundido cinzento eutético (Figura 5c) apresenta matriz essencialmente perlítica, apresentando melhor propriedade mecânica em relação ao ferro fundido cinzento hipoeutético e o ferro fundido cinzento hipereutético (COLPAERT, 2008).

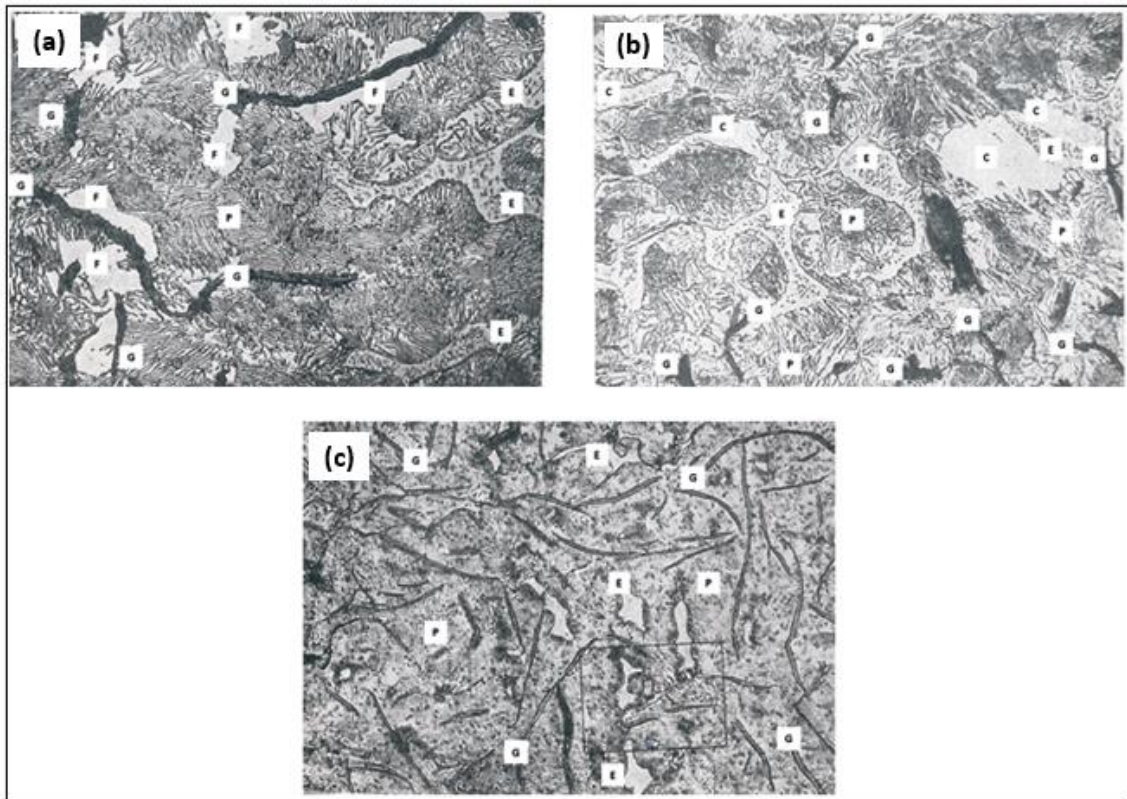


Figura 5 - Micrografias de Ferros Fundidos Cinzentos (a) hipoeutético - 770x, (b) hipereutético - 300x e (c) eutético - 200x. [G-grafita, F-ferrita e E-esteáditas em uma matriz de P-perlita]. Ataque: ácido pícrico, (Fonte: Adaptado de COLPAERT, 2008).

A Figura 6 apresenta uma microestrutura de ferro fundido hipereutético, coquilhado (ausência de super-resfriamento para o crescimento de grafitas resultando na formação de carbonetos) e fundo de ledeburita na área escura regiões onde se precipitam a grafita. A ausência de núcleos que favoreçam a formação de grafitas durante o resfriamento do ferro fundido promove a ocorrência do coquilhamento, para isso é realizado o tratamento de inoculação. A técnica de inoculação é utilizada na produção de ferros fundidos cinzentos como forma de controlar e favorecer o super-resfriamento do eutético, e, portanto o tipo de grafita formada, potencializando a nucleação da grafita evitando o super-resfriamento excessivo, limitando o grau de ramificação da grafita facilitando a formação de grafita tipo A (WALTON e OPAR, 1981).

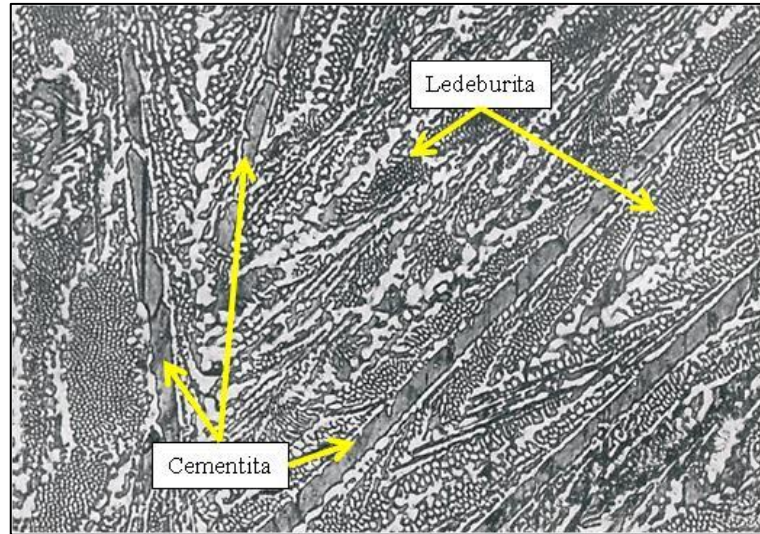


Figura 6 - Micrografia de um Ferro Fundido Hipereutético, coquilhado. Em cinzento vê-se a cementita e em cinzento com glóbulos brancos a ledeburita. Ataque: picrato de sódio. 365x (Fonte: Adaptado de COLPAERT, 2008).

2.2.2 – Termodinâmica e cinética da solidificação

A análise da solidificação do ferro fundido e sua conseqüente formação do sistema estável ou metaestável requer entendimento da termodinâmica e da cinética deste processo, que inclui a nucleação e crescimento de fases (ASM HANDBOOK, 2017).

O estado de equilíbrio mais estável em um sistema fechado com pressão e temperatura constantes coincide com o ponto em que a energia de Gibbs está em seu valor mínimo global, sendo a energia livre de Gibbs (G), definida pela equação (2):

$$G = H - TS \quad (2)$$

Para um metal puro na temperatura de solidificação de equilíbrio (T_f), a mudança de energia livre será zero (as fases sólido e líquido são igualmente estáveis) e, portanto, a variação da entalpia (H) e entropia (S) são dadas por:

$$G_S - G_L = (H_S - H_L) - T_f(S_S - S_L) = 0 \quad (3)$$

$$\Delta G_f = \Delta H_f - T_f \Delta S_f = 0 \quad (4)$$

Onde G_S e G_L , e H_S e H_L e S_S e S_L são a energia livre molar, entalpia, e entropia para o sólido e o líquido, respectivamente (ASM HANDBOOK, 1988). Podemos então relacionar a variação de entropia com a variação de entalpia em um processo de fusão/solidificação:

$$\Delta S_f = (\Delta H_f)/T_f \quad (5)$$

Em equilíbrio, a solidificação não será espontânea ($\Delta G = 0$ e, portanto, não há força motriz para solidificação). Somente quando houver um afastamento do equilíbrio líquido-sólido, a solidificação espontânea será possível ($\Delta G_f < 0$), e isto correrá em uma temperatura T , menor que T_f ($T = T_f - \Delta T$). Para que a solidificação ocorra, portanto, esse afastamento do equilíbrio leva o líquido a um estado de super-resfriamento ($\Delta T < 0$). (ASM HANDBOOK, 1988). Assim, as equações 3 e 4 podem ser combinadas (mesmo para uma condição de super-resfriamento a equação 5 continua sendo válida, uma vez que entalpia e entropia são funções de estado) para relacionar a variação da energia livre de Gibbs na solidificação (ΔG_f) e o super-resfriamento (ΔT):

$$\Delta G_f = \frac{\Delta H_f(T_f - T)}{T_f} = \frac{\Delta H_f \Delta T}{T_f} \quad (6)$$

A relação na Equação (6) é representada esquematicamente na Figura 7, na qual a estabilidade relativa das duas fases (α -estável e β -metaestável) que se formam a partir do líquido é mostrada em função da temperatura. É possível observar que a partir da temperatura de fusão (T_f^α) a fase α passa a ser mais estável e a variação da energia livre de Gibbs na solidificação (ΔG_f) será maior conforme aumenta o super-resfriamento (ΔT) (ASM HANDBOOK, 1988).

Frequentemente em ligas, é possível ter situações com mínimos localizados da energia de Gibbs (G) o que leva a um estado metaestável (CHANG e OATES, 2010). Neste caso, se o super-resfriamento seja suficiente elevado ($T < T_f^\beta$), a fase β , assim como a fase α , passa a ser mais estável que o líquido, gerando condições termodinâmicas para formação desta fase e a possível obtenção de uma condição metaestável (Adaptado de ASM HANDBOOK, 1988).

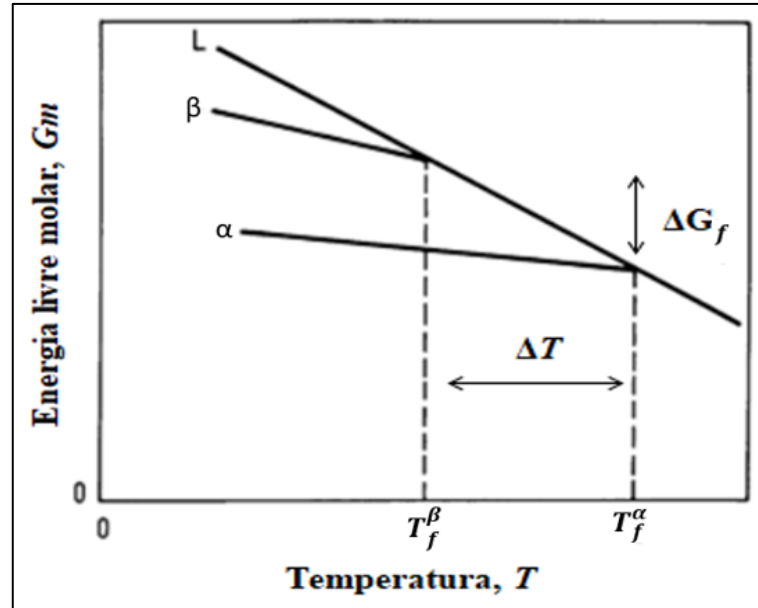


Figura 7 - Energia livre molar em função da temperatura para cada componente de fase estável- α e fase metaestável- β , ambos em temperatura de equilíbrio T_f ; $T_f^\beta < T_f^\alpha$ para todas as situações. (Fonte: Adaptado de ASM HANDBOOK, 1988).

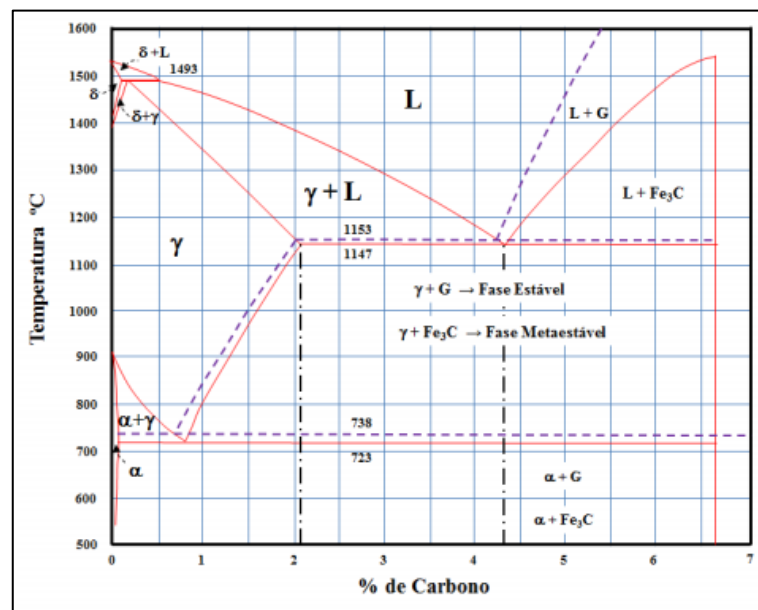


Figura 8 - Diagrama Fe-C: linhas tracejadas na reação eutética representa a fase estável ($\gamma+G$), linha cheia na reação eutética representa a fase metaestável ($\gamma+Fe_3C$) (Fonte: Adaptado de SANTOS e BRANCO, 1989).

A Figura 8 apresenta o diagrama de fases Fe-C, estável (linhas pontilhadas) e o metaestável (linhas cheias) (ELORZ *et. al.*, 2018). A solidificação dos ferros fundidos hipoeutéticos (entre 2,11 e 4,5 %p.) se inicia com um processo de nucleação e crescimento de austenita. A nucleação dá origem aos primeiros agregados atômicos, que ao alcançarem o tamanho crítico necessário, crescem e dão continuidade à transformação de fase. Os ferros

fundidos se solidificam por dois processos consecutivos, solidificação da fase primária (austenita) seguida pela formação do microconstituente eutético, que pode ser ($\gamma+G$) ou ($\gamma+Fe_3C$) gerando um ferro fundido cinzento ou branco respectivamente. A definição se o processo de solidificação seguirá na direção do comportamento estável ou metaestável é função de características termodinâmicas e cinéticas do sistema (SANTOS e BRANCO, 1989).

Duas curvas de resfriamento esquemáticas para um ferro fundido de composição hipoeutética são mostradas nas Figuras 9a e 9b (COLPAERT, 2008). O ferro fundido líquido inicia o processo de resfriamento continuamente até que a temperatura T_L seja atingida quando a austenita é nucleada e cresce com morfologia dendrítica durante o resfriamento. O comportamento da curva indica um processo de super-resfriamento (ΔT) seguido pela posterior liberação do calor latente (ΔH_f) que provoca um aumento momentâneo da temperatura, diminuindo temporariamente a taxa de resfriamento. Após o processo de nucleação o líquido continua resfriando (agora a uma taxa diferente devido à presença de austenita que irá alterar a capacidade térmica do sistema) até que a temperatura T_2 seja atingida (ELLIOT, 1988; SANTOS e BRANCO, 1989).

Em condições termodinâmicas e cinéticas que levem a um menor super-resfriamento (Figura 9a), na temperatura T_1 começa a nucleação da grafita, e a formação do microconstituente eutético no líquido enriquecido com carbono entre os braços dendríticos. A nucleação continua, acompanhada pelo aumento da liberação de calor latente, até que o resfriamento seja interrompido na temperatura T_2 . O super-resfriamento do líquido ΔT_S deve ocorrer para que haja condições energéticas para formação do embrião. A partir daí, o crescimento do microconstituente eutético se estabelece e ocorre durante a recalescência. É acompanhado por uma redução da força motriz até que uma temperatura de crescimento de estado estacionário T_{EHigh} seja estabelecida como resultado de um equilíbrio entre o calor desenvolvido e o calor removido pelo molde. À medida que a solidificação eutética se aproxima do fim, o calor latente liberado diminui gradualmente e a temperatura cai. A solidificação eutética é completa na temperatura T_f (ELLIOT, 1988; SANTOS e BRANCO, 1989; COLPAERT, 2008).

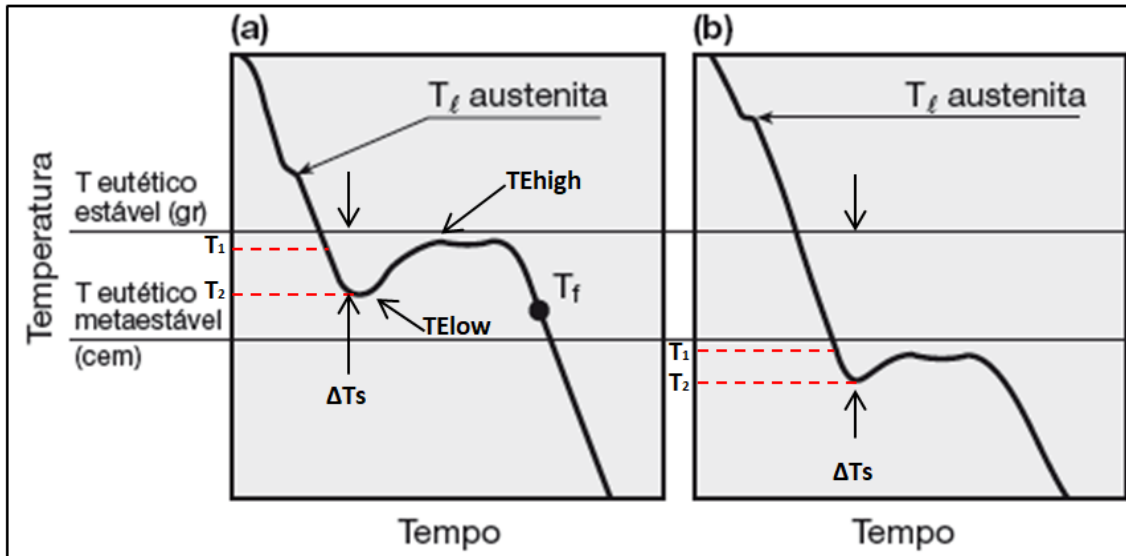


Figura 9 - Curvas de resfriamento esquemáticas para um ferro fundido hipoeutético (a) estável (Cinzento); (b) metaestável (Branco) (Fonte: Adaptado de COLPAERT, 2008).

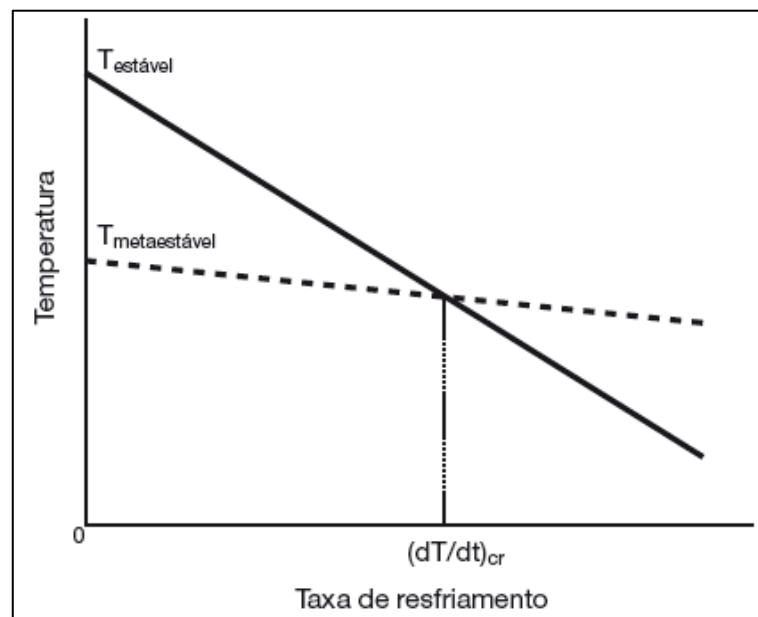


Figura 10 – Esquema indicando o efeito da taxa de resfriamento sobre a temperatura de solidificação do eutético estável e metaestável em ferros fundidos. (Fonte: Adaptado de COLPAERT, 2008).

Por outro lado, em condições que levem a um maior super-resfriamento (Figura 9b), poderá ser atingida uma condição termodinâmica que leve a uma maior estabilidade do eutético formado por austenita e cementita ($\gamma + \text{Fe}_3\text{C}$) levando a formação do ferro fundido branco. Em taxas de resfriamentos mais elevadas há uma estabilização do eutético metaestável, conforme indicado na Figura 10, fazendo com que sua temperatura fique acima

da temperatura do eutético estável e, conseqüentemente, favorecendo sua formação (ELLIOT, 1988; SANTOS e BRANCO, 1989; COLPAERT, 2008).

2.3 - Inoculação

O processo de inoculação consiste na adição de compostos que servirão diretamente como substrato para a formação de núcleos ou reagirão com elementos presentes no banho para posteriormente servirem como substrato para crescimento dos núcleos. O número de centros efetivos para a nucleação da grafita é que decide, para um dado conjunto de condições, se a solidificação ocorrerá segundo o sistema estável ou metaestável. Comparando-se um ferro fundido inoculado com outro não inoculado, diferenças na microestrutura são facilmente notadas, as quais afetam fortemente as propriedades mecânicas finais dos fundidos (CHAVES FILHO *et al.*, 1975; STRAFFELINI, 2003; RIVERA *et al.*, 2004).

Em um de seus testes realizados, Hornung e Sauer (1987) avaliaram a profundidade de coquilhamento em barras de ferro fundido cinzento quando há a adição de 0,30 % de inoculante em relação ao peso do metal na panela de transferência e comparou quando não há a adição de inoculante no metal. Os resultados obtidos por Hornung e Sauer (1987) mostram que a profundidade de coquilhamento em barras de ferro fundido cinzento não inoculado é cerca de seis vezes maior quando as mesmas barras são inoculadas com inoculantes a base de ferro-silício adicionados de estrôncio, cálcio, zircônio e titânio.

Dentre os vários inoculantes disponíveis no mercado, os inoculantes à base de silício são os mais utilizados. Além da diminuição da tendência de solidificação segundo o sistema metaestável, o silício promove o aumento da relação resistência/dureza, ou seja, atua diminuindo a dureza e aumentando a resistência (CHAVES FILHO *et al.*, 1975).

Existem diversas formas de promover a adição do material inoculante ao banho metálico para a produção de ferros fundidos cinzentos. De modo geral, quanto mais próxima do vazamento for promovida a adição, mais eficiente será a inoculação do processo. Entretanto, outras variáveis como a granulometria, a quantidade e o tipo de inoculante utilizado, o número de inoculações empregadas e as etapas do processo de fabricação dos ferros fundidos dependem da composição química, do tipo e dimensões das peças fundidas produzidas e de outras variáveis do processo de fundição (SANTOS E BRANCO, 1989).

Variáveis dos inoculantes que influenciam na inoculação:

- a) **composição química:** os elementos ativos no inoculante, cálcio, bário, estrôncio e alumínio, primariamente formam óxidos estáveis, que então agirão como núcleos para a precipitação de compostos do tipo $Mn(X)S$, onde o “X” é o óxido do elemento inoculante. Esta partícula de sulfeto servirá agora como núcleo para o crescimento da grafita durante a solidificação (ONSOIEN *et al.*, 1999);
- b) **granulometria:** a granulometria do material inoculante adicionado ao banho deve ser adequada, pois há uma relação direta entre o tamanho das partículas e a eficiência de inoculação. Caso a granulometria seja maior que a adequada para a aplicação, há a possibilidade do material inoculante não dissolver a tempo e prejudicar a nucleação do banho. Em contrapartida, se a granulometria for menor que a adequada, há a possibilidade do material inoculante oxidar ou flutuar antes que seja dissolvido no banho (SANTOS E BRANCO, 1989);
- c) **quantidade:** inoculantes convencionais a base de FeSi o usual é de 0,1 a 0,5%, variando com a composição química. Inoculantes especiais contendo Sr e Ce são adicionados em menores concentrações, variando de 0,1 a 0,25% (CHAVES FILHO *et al.*, 1975);
- d) **oxidação:** inoculantes contendo elementos facilmente oxidáveis como Ca, Sr e Mg devem ser armazenados sob cuidados especiais já que a oxidação destes elementos nos inoculantes prejudica a eficiência de inoculação e a reprodutibilidade (LOPER, 1977).

Variáveis do processo de fundição que influenciam na inoculação:

- a) **composição química do banho:** Si, Ca, Ba e Zr: apresentam ação grafitizante; Cr, W, V promovem a formação de carbonetos; Mn, Ni, Sb e Cu apresentam ação perlitizante; O teor de S também influencia na inoculação potencializando a ação do inoculante devido a formação de sulfetos (CHAVES FILHO *et al.*, 1975);
- b) **temperatura do banho:** é importante que a temperatura do banho metálico no momento da adição do material inoculante seja adequada, pois as altas temperaturas podem aniquilar os centros para a nucleação da grafita, enquanto as baixas temperaturas podem reduzir a eficiência de inoculação, pois prejudicam a dissolução do material inoculante no banho (SANTOS e BRANCO, 1989);
- c) **tempo de fading:** a perda gradual do efeito de inoculação durante o trabalho com o metal ainda líquido é conhecida como *Fading*. Este processo pode resultar na

formação de carbonetos e estruturas pobres em grafita, principalmente se transcorrer um significativo tempo entre a inoculação e o vazamento do metal para os moldes (HUERTA e POPOVSKI, 2005);

- d) **velocidade de resfriamento:** quanto maior a velocidade de resfriamento maior a eficiência do inoculante utilizado (CHAVES FILHO *et al.*, 1975).

Apesar de todos os benefícios creditados à inoculação, o seu controle é fundamental. O excesso de inoculação, assim como uma inoculação insuficiente, pode causar vários problemas potenciais de qualidade, e a taxa de adição de inoculante deve ser ajustada de forma ideal de acordo com o grau de nucleação do banho. O ferro fundido mal inoculado gera condição termodinâmica favorável à formação de carbonetos. Por outro lado, quando esta é realizada em excesso pode provocar porosidade. Além deste aspecto, a inoculação excessiva tende a aumentar a solubilidade dos gases no banho metálico como, por exemplo, o hidrogênio (CHAVES FILHO *et al.*, 1975).

Popovski (2004) comparou amostras de ferro fundido superinoculadas com amostras de ferro fundido subinoculadas e identificou que tanto a superinoculação, assim como a subinoculação causaram vários problemas de qualidade. Como esperado houve a formação de carbonetos nas amostras subinoculadas e a formação de rechupe nas amostras superinoculadas.

Araújo (2020) avaliou em seus experimentos a influência da Quantidade de Inoculante e da Granulometria na profundidade de coquilhamento, dureza do ferro fundido e grau de nucleação, e concluiu que, como esperado, quanto maior a inoculação menor é a tendência de formação de carbonetos. Concluiu em seus experimentos que a dureza do ferro fundido diminui à medida que aumenta a inoculação (Figura 11). Quanto à granulometria, esta também possui influência direta na formação de carbonetos, sendo quanto maior a granulometria menor é a solubilidade do inoculante no metal líquido e menor é a nucleação de células eutéticas no metal.

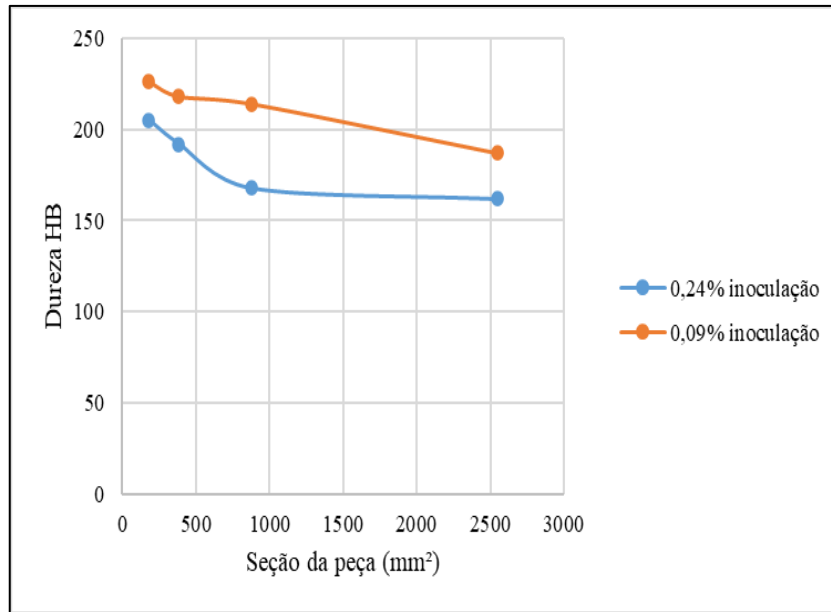


Figura 11 – Gráfico de dureza HB por seção da peça para dois valores de inoculação (Fonte: Adaptado de ARAÚJO, 2020).

Fesenko e Fesenko (2020) em seus experimentos adotando o uso de diferentes quantidades e granulometria de inoculante em amostras de ferro fundido cinzento concluíram que, quanto maior a granulometria e a quantidade de inoculante adicionados ao metal líquido, menor é a resposta da dureza das amostras, isto pode ser observado nas curvas obtidas pelos pesquisadores na Figura 12.

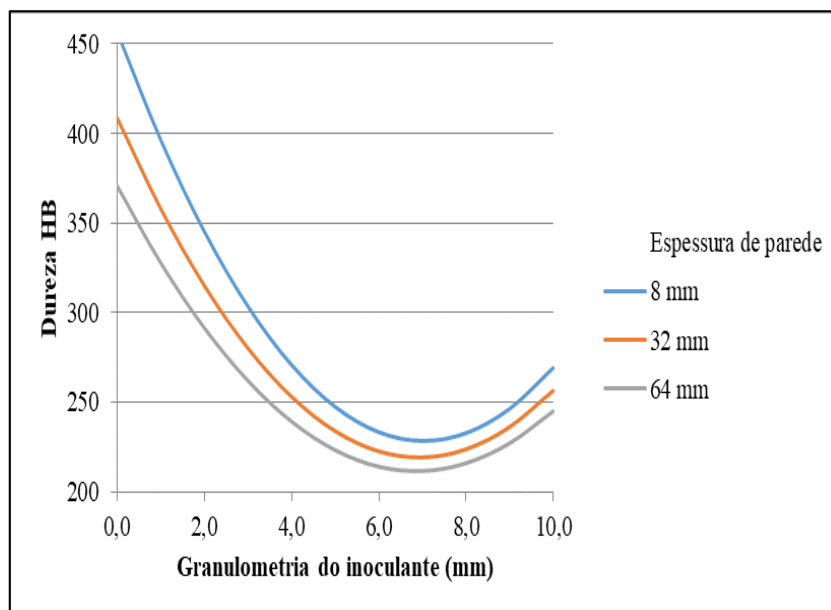


Figura 12 – Curva representando a influência da granulometria do inoculante na dureza do ferro fundido após inoculação em molde (Fonte: Adaptado de FESENKO e FESENKO, 2020).

Fesenko e Fesenko (2020) durante sua investigação sobre a influência da granulometria de um inoculante a base de FeSi75 em um processo de inoculação em molde de um ferro fundido cinzento hipoeutético, observou que a adição de inoculantes com granulometria superior a 7,5 mm se dissolveram parcialmente no fluxo do metal líquido, resultando na eliminação do coquilhamento em diferentes seções transversais da amostra. No entanto, na maioria das vezes, as partículas de inoculante relativamente grandes não possuem tempo de reagir com o ferro fundido e se dissolver nele. Por outro lado, o inoculante com granulometria inferior a 0,63 mm praticamente não reage com o metal líquido.

Lerner *et al.* (2005) desenvolveram um sistema de inoculação adotando o uso de filtros para componentes de ferro fundido cinzento de seções transversais finas (Figura 13) e obtiveram uma curva que representa a relação entre a velocidade de dissolução das pastilhas de inoculante e a velocidade do fluxo de metal e concluíram que a medida em que há o aumento da velocidade do fluxo, a velocidade de dissolução do inoculante é aumentada (Figura 14). Lerner *et al.* (2005) apuraram que o uso da pastilha de inoculante dentro do filtro além de impedir a formação de inclusões com origem na inoculação possui certos benefícios como, por exemplo, o aumento significativo do tempo de *fading* do inoculante e, ao mesmo tempo, uma filtração eficiente. Entretanto, neste sistema de inoculação no filtro resultou em várias amostras apresentando inclusões de carbeto de silício e escórias, sendo estas originárias do filtro utilizado.

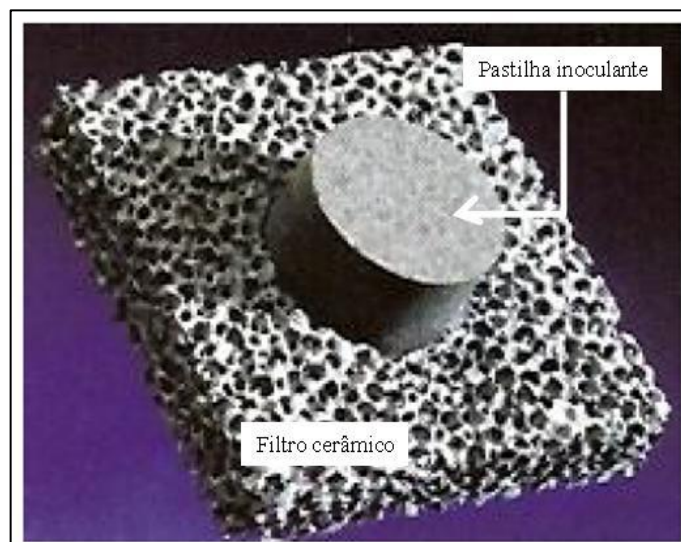


Figura 13 – Esquema de montagem do sistema de inoculação em filtro cerâmico (Fonte: LERNER et. al. 2005).

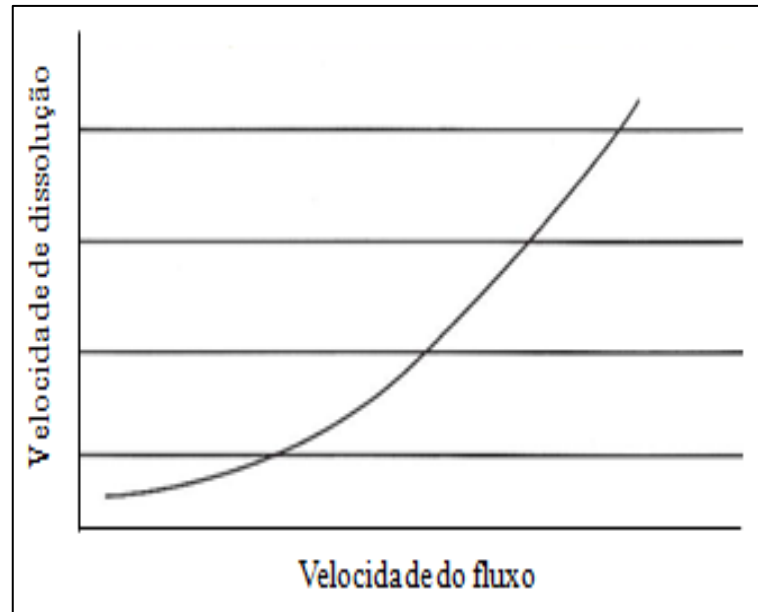


Figura 14 – Velocidade de dissolução das pastilhas de inoculante, em função da velocidade do fluxo de metal (Fonte: LERNER et. al., 2005).

2.4 – Uma abordagem de conceitos estatísticos

O campo da estatística lida com a coleta, a apresentação, a análise e o uso dos dados para tomar decisões, resolver problemas e planejar produtos e processos. Os métodos estatísticos são usados para compreender a variabilidade, e podem ser uma ajuda poderosa no planejamento de novos produtos e sistemas, melhorando os projetos existentes e planejando, desenvolvendo e melhorando os processos de produção (MONTGOMERY e RUNGER, 1999).

2.4.1 – Teste de Hipóteses e Valor P

Muitos problemas em engenharia requerem que decidamos entre aceitar ou rejeitar uma afirmação acerca de algum parâmetro. A afirmação é chamada de hipótese e o procedimento de tomada de decisão sobre a hipótese é chamado de teste de hipóteses. O teste de hipóteses é o estágio de análise dos dados de um experimento comparativo, como por exemplo, comparar a média de uma população para certo valor especificado (MONTGOMERY e RUNGER, 1999).

Um teste de qualquer hipótese, tal como a Equação (7), é chamado de teste bilateral, porque é importante detectar diferenças em relação ao valor da média μ_0 usado na hipótese, que esteja em ambos os lados de μ_0 . Em tal caso, a região crítica é dividida em duas partes

com (geralmente) igual probabilidade colocada em cada extremidade da distribuição da estatística de teste (MONTGOMERY e RUNGER, 1999).

$$\begin{aligned} H_0: \mu &= \mu_0 \\ H_1: \mu &\neq \mu_0 \end{aligned} \tag{7}$$

A afirmação $H_0: \mu = \mu_0$ é chamada de hipótese nula e a afirmação $H_1: \mu \neq \mu_0$ é chamada de hipótese alternativa. A hipótese nula é aquela que desejamos testar, e sua rejeição sempre leva à aceitação da hipótese alternativa. Testar a hipótese envolve considerar uma amostra aleatória, computar uma estatística de teste a partir de dados amostrais e, então, usar a estatística de teste para tomar uma decisão a respeito da hipótese nula (MONTGOMERY e RUNGER, 1999).

Testando qualquer hipótese estatística, quatro situações diferentes determinam se a decisão final está correta ou errada. Essas situações técnicas estão apresentadas no Quadro 1. Pelo fato de a decisão estar baseada em variáveis aleatórias, as probabilidades podem ser associadas com os erros tipo I e tipo II do Quadro 1. A probabilidade de cometer o erro tipo I é denotada pela letra grega α . Ou seja, a probabilidade de cometer o erro tipo I (ou o nível de significância de nosso teste) é igual à soma das áreas que foram sombreadas nas extremidades da distribuição normal da Figura 15 (MONTGOMERY e RUNGER, 1999).

Quadro 1 – Decisões no teste de hipóteses.

Decisão	H_0 É verdadeira	H_0 É falsa
Falhar em rejeitar H_0	Nenhum erro	Erro tipo II
Rejeitar H_0	Erro tipo I	Nenhum erro

Fonte: MONTGOMERY e RUNGER, 1999.

Na Figura 15 $z_{\alpha/2}$ significa o valor da variável aleatória Z que segue a distribuição normal para o qual $\alpha/2$ ($z \leq z_{\alpha/2}$) = p, ou seja, a área sob a curva normal padrão à esquerda de $z_{\alpha/2}$ é igual a $\alpha/2$ (MONTGOMERY e RUNGER, 1999).

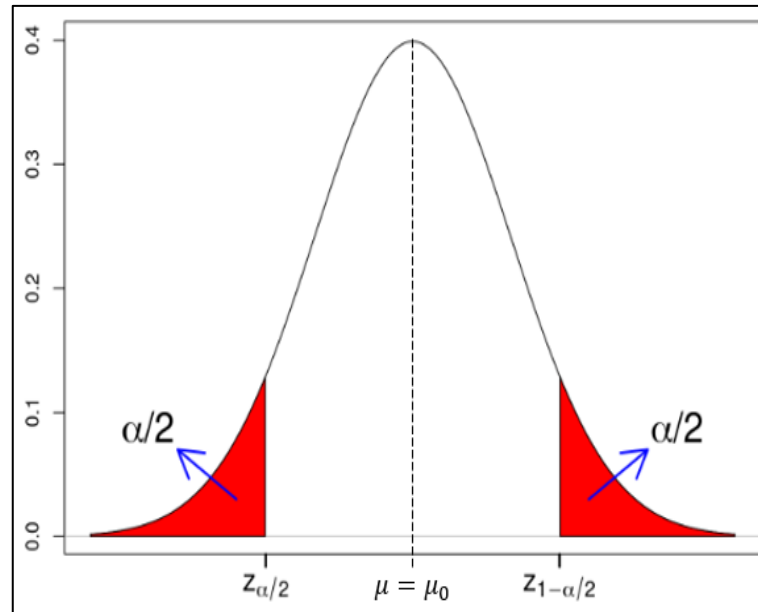


Figura 15 - Região crítica para $H_0: \mu = \mu_0$ versus $H_1: \mu \neq \mu_0$. (Fonte: Adaptado de MONTGOMERY e RUNGER, 1999).

Uma maneira de reportar os resultados de um teste de hipóteses é estabelecer que a hipótese nula foi ou não rejeitada a um valor especificado de α , ou nível de significância. Por exemplo, podemos dizer que $H_0: \mu = \mu_0$ foi rejeitada a um nível de significância de 0,05. Essa forma de conclusão é frequentemente inadequada, porque ela não dá ideia, ao tomador de decisão, se o valor calculado da estatística de teste estava apenas nas proximidades da região de rejeição ou se estava muito longe dessa região. Além disso, o estabelecimento dos resultados dessa maneira impõe o nível predefinido de significância aos outros usuários da informação. Essa abordagem pode ser insatisfatória, uma vez alguns tomadores de decisão podem ficar desconfortáveis com os riscos implicados $\alpha = 0,05$. Com o objetivo de evitar essas dificuldades, a abordagem do valor P tem sido largamente adotada na prática (MONTGOMERY e RUNGER, 1999).

O valor P é o menor nível de significância que conduz à rejeição da hipótese nula H_0 com os dados fornecidos. É costume considerar a estatística de teste (e os dados) significativa quando a hipótese nula H_0 for rejeitada. Uma vez que o valor P seja conhecido, o tomador de decisão pode determinar por si próprio o quão significativa os dados são, sem o analista de dados impor, formalmente, um nível pré-selecionado de significância (MONTGOMERY e RUNGER, 1999).

2.4.2 - Regressão Linear Simples

O caso de regressão linear simples considera um único regressor ou preditor x e uma variável dependente ou variável de resposta Y (MONTGOMERY e RUNGER, 1999). A relação verdadeira entre Y e x é definida por Montgomery e Runger (1999) como uma linha reta e que a observação Y em cada nível de x seja uma variável aleatória. Essa relação está expressa na Equação 8:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x + \epsilon \quad (8)$$

sendo a interseção β_0 e a inclinação β_1 coeficientes desconhecidos da regressão e ϵ é um erro aleatório com média zero e variância σ^2 (MONTGOMERY e RUNGER, 1999).

Para n pares de observações $(x_1, y_1), (x_2, y_2), \dots, (x_n, y_n)$, uma linha estimada de regressão pode ser definida como a melhor candidata. As estimativas de β_0 e β_1 devem resultar em uma linha que possui o “melhor ajuste” para os dados. O método dos mínimos quadrados é adotado para estimar os parâmetros β_0 e β_1 na Equação 8 de modo a minimizar os desvios entre os valores observados Y e a linha estimada de regressão, representados na Figura 16 (MONTGOMERY e RUNGER, 1999).

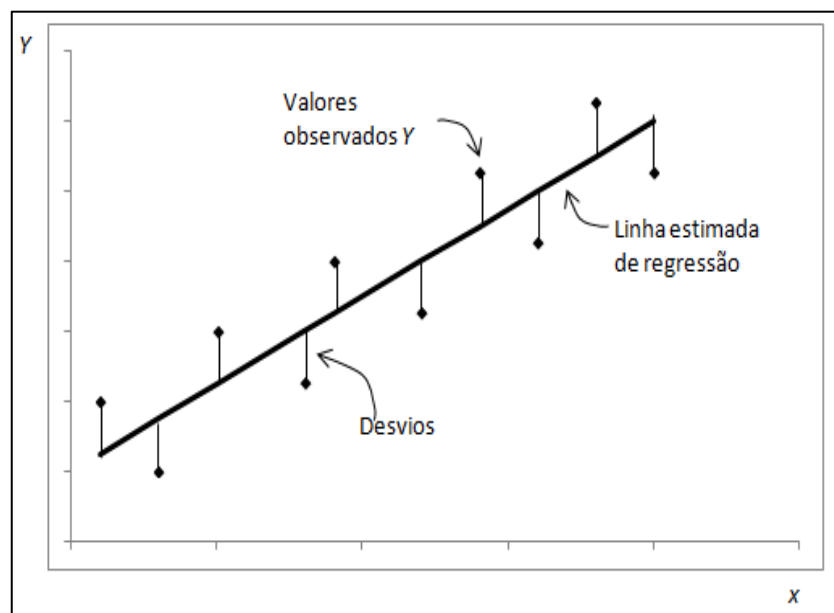


Figura 16 - Desvios dos dados em relação ao modelo estimado de regressão (Fonte: Adaptado de MONTGOMERY e RUNGER, 1999).

Deve-se tomar cuidado na seleção de variáveis que serão usadas para construir equações de regressão e determinar a forma do modelo (linear, polinomial, exponencial,

logarítmico etc.). É possível desenvolver relações estatísticas entre as variáveis que não estejam completamente relacionadas em um sentido prático. Uma forte associação observada entre as variáveis não implica necessariamente que exista uma relação causal entre aquelas variáveis. Planejamento de experimentos é a única maneira para determinar relações causais (MONTGOMERY e RUNGER, 1999).

2.4.3 – A Estatística do R^2

A grandeza R^2 é chamada de coeficiente de determinação, sendo frequentemente usada para julgar a adequação de um modelo de regressão. No caso em que X e Y forem variáveis aleatórias distribuídas conjuntamente, R^2 será o quadrado do coeficiente de correlação entre X e Y . Pode-se definir R^2 como a quantidade de variabilidade nos dados explicada ou considerada pelo modelo de regressão (MONTGOMERY e RUNGER, 1999).

A estatística R^2 deve ser usada com cuidado, porque é sempre possível fazer R^2 ser maior, adicionando, simplesmente, termos suficientes ao modelo. Por exemplo, é possível obter um ajuste “perfeito” para os n pontos com um polinômio de grau $n-1$. Em adição, R^2 sempre aumentará à medida que uma nova variável é inserida ao modelo, porém isso não, necessariamente, implica que o novo modelo seja superior ao antigo. A menos que a soma quadrática dos erros do novo modelo seja reduzida por uma quantidade igual à média quadrática dos erros do modelo original, o novo modelo terá uma média quadrática dos erros maior do que o modelo antigo, por causa da perda de grau de liberdade no erro. Assim, o novo modelo será realmente pior do que o original. Finalmente, muito embora R^2 seja grande, isso não implica, necessariamente, que o modelo de regressão forneça previsões exatas de futuras observações (MONTGOMERY e RUNGER, 1999).

2.4.4 – Teste do Qui-Quadrado

Todas as técnicas de regressão e correlação partem do princípio de que a variável que está sendo estudada mais detalhadamente (a variável de resposta) é quantitativa – ou seja, a variável mede ou conta alguma coisa. Em algumas situações os dados que estão sendo estudados não são quantitativos, mas categóricos – ou seja, os dados representam categorias, e não medidas ou contagens. Para estudar as relações entre dados categóricos, o uso do teste do

Qui-Quadrado para independência é adequado. Caso se descubra que as variáveis não se relacionam entre si, estas são declaradas independentes. Mas, se existir uma relação entre elas, estas são declaradas dependentes (RUMSEY, 2014).

O princípio básico do teste do Qui-quadrado (x^2) é comparar as frequências observadas (O) e as esperadas (E), avaliando se as diferenças entre elas podem ser decorrentes do acaso. O qui-quadrado de uma célula é calculado pela Equação 9 (CAMPBELL, 1997):

$$x^2 \text{ célula} = \frac{(O_i - E_i)^2}{E_i} \quad (9)$$

O x^2 de uma tabela com “k” células é calculado pela Equação 10:

$$x^2 \text{ tabela} = \sum_{i=1}^k x^2 \text{ célula} = \sum_{i=1}^k \frac{(O_i - E_i)^2}{E_i} \quad (10)$$

Outra equação pode ser usada:

$$x^2 \text{ tabela} = \sum_{i=1}^k \left(\frac{O_i^2}{E_i} \right) - N \quad (11)$$

Onde N é o total geral da tabela.

As frequências esperadas (teóricas) são calculadas a partir dos dados de uma tabela, em que a frequência esperada (E) em uma determinada célula é o resultado do produto do total de sua coluna (TC) pelo total de sua linha (TL) e divididas pelo total geral da tabela (N). Conforme Equação 12 (CAMPBELL, 1997).

$$E = \frac{TC \times TL}{N} \quad (12)$$

A Tabela 1 indica um exemplo para cálculo das frequências esperadas (CAMPBELL, 1997).

Tabela 1 - Qui-quadrado.

	Coluna 1	Coluna 2	Total
Linha 1	A	b	TL 1
Linha 2	C	d	TL 2
Total	TC 1	TC 2	N

Fonte: CAMPBELL, 1997.

A frequência esperada da célula “a” será: $E = (TL\ 1 \times TC\ 1) / N$;

A frequência esperada da célula “b” será: $E = (TL\ 1 \times TC\ 2) / N$;

A frequência esperada da célula “c” será: $E = (TL_2 \times TC_1) / N$;

A frequência esperada da célula “d” será: $E = (TL_2 \times TC_2) / N$.

Uma vez calculado o χ^2 da Tabela 1, procura-se o valor do χ^2 crítico considerando o nível de significância adotado. Se o χ^2 calculado for maior que o χ^2 crítico, H_0 deverá ser rejeitada, permitindo-nos concluir que há associação entre as variáveis (CAMPBELL, 1997).

2.4.5 – Planejamento de Experimentos

O Planejamento de Experimentos (*Design of Experiments - DOE*) é uma técnica relativamente antiga, desenvolvida a partir da década de 1920 por importantes pesquisadores na área de estatística como Fisher e posteriormente Box, Hunter e Taguchi, entre outros (MONTGOMERY, 1991).

Um experimento pode ser definido como um teste, ou uma série de testes, nos quais mudanças propositalmente são feitas nas variáveis de entrada de um processo ou sistema, de modo que possamos observar e identificar as razões pelas quais mudanças podem ser observadas nas respostas. Uma maneira sistemática de avaliar a magnitude de várias fontes de variação que influenciam um processo deve se iniciar com a identificação e seleção dos fatores que possam contribuir para a variação. Geralmente, sessões de geração de ideias, fluxogramas e diagramas de causa-efeito realizados por especialistas no processo, podem contribuir para a escolha apropriada destes fatores. Em seguida, deve-se selecionar um modelo que inclua os fatores escolhidos e planejar experimentos eficientes para estimar seus efeitos. A viabilidade do estudo deve ser levada em consideração. Experimentos exploratórios ou dados históricos devem ser utilizados para se avaliar o número de níveis adotados para cada fator. A Figura 17 apresenta um roteiro para organizar as atividades envolvidas no processo de experimentação (COLEMAN e MONTGOMERY, 1993; ANTONY *et al.*, 1998; MONTGOMERY, 2001).

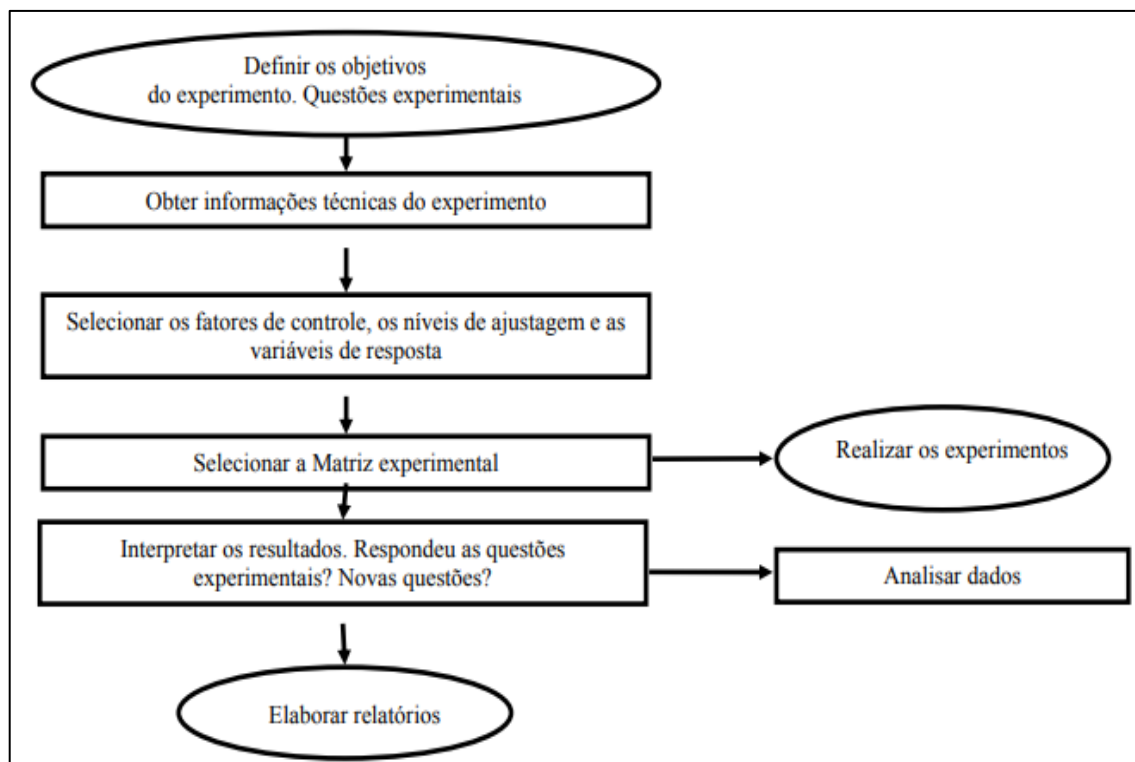


Figura 17 - Roteiro das etapas do processo de experimentação (Fonte: Adaptado de COLEMAN e MONTGOMERY, 1993; ANTONY *et al.*, 1998).

O Quadro 2 apresentado por Gomes (2010) resume as principais características relacionadas a cada uma das técnicas experimentais mais utilizadas.

Quadro 2 - Características Fundamentais das Principais Técnicas de DOE.

Projeto experimental	Vantagens	Desvantagens	Aplicações
Fatorial Completo	Permite a varredura completa da região de estudo, pois utiliza todos os fatores e respectivos níveis.	Não identifica variação intermediária, pois só trabalha em dois níveis.	Processos onde já se tem um prévio domínio e onde a realização das corridas não demanda maior tempo ou custo.
Fatorial Fracionado	Permite uma pré-análise do processo com um número reduzido de corridas.	Não promove a varredura completa da região experimental.	Processos onde se deseja um pré-conhecimento e onde a literatura é limitada. Corridas que demandam maior tempo ou custo.
Taguchi	Permite a análise de um processo com muitas variáveis de entrada com um número extremamente reduzido de experimentos.	Fornecer uma ideia do processo, porém pode apresentar modelos matemáticos não confiáveis.	Processos onde há pouco ou quase nenhum conhecimento prévio de comportamento. Processos com alta dispersão ou que as corridas demandam alto custo ou tempo.
Metodologia de Superfície de Resposta	Permite a verificação de variações intermediárias do processo.	Pode apresentar erros na extrapolação dos pontos estrema, já que são realizadas poucas corridas nestes níveis.	Otimização de processos, principalmente bem conhecidos e com baixa dispersão.

Fonte: GOMES, 2010.

Quando vários fatores são de interesse em um experimento, um planejamento fatorial de experimentos deve ser usado. Geralmente, em um planejamento fatorial de experimentos, tentativas experimentais são feitas em todas as combinações dos níveis dos fatores (MONTGOMERY, 2001).

Planejamento Fatorial Completo 2^k

Os Planejamentos Fatoriais são frequentemente usados nos experimentos envolvendo vários fatores em que é necessário estudar o efeito conjunto dos fatores sobre uma resposta. O Planejamento Fatorial 2^k é aquele de k fatores, cada um com somente dois níveis. Esses níveis podem ser quantitativos ou qualitativos (MONTGOMERY, 2001).

O arranjo experimental mais comum é o fatorial completo, para o qual o número de experimentos é igual ao número de níveis experimentais elevado ao número de fatores. Considera-se um Planejamento Fatorial Completo quando todas as combinações possíveis entre os fatores são experimentadas (COX e REID, 2000).

Os arranjos fatoriais completos podem ser gerados para qualquer quantidade de fatores e os níveis de cada fator se alternam nas colunas gerando uma mesma ordem tal que para a primeira coluna, os níveis se alteram a cada experimento (2^0); para a segunda coluna, os níveis se alteram a cada (2^1); para a terceira coluna, os níveis se alteram a cada (2^2) e assim por diante. O procedimento se repete para tantas colunas quantas forem os k fatores, até a k -ésima coluna. Essa técnica pode ser ilustrada considerando-se um experimento com três fatores x_1 , x_2 e x_3 , cada um desses com dois níveis (-1; +1). Assim a matriz experimental para o experimento fatorial 2^3 é representada pela Tabela 2. A resposta de cada ensaio é descrita pela coluna y_i (MONTGOMERY, 2001).

Esta forma de organizar o experimento é chamada de ordem padrão, e ainda, garante-se que com esse arranjo todas as colunas da matriz sejam ortogonais entre si. Com este tipo de planejamento, é possível determinar os efeitos principais e de interação que as variáveis independentes produzem nas respostas (DEVOR *et al.*, 1992).

Tabela 2 - Matriz de Planejamento 2³.

Número de Experimentos	Fatores			Ordem do Experimento	Resposta y_i
	x_1	x_2	x_3		
1	-1	-1	-1	6	y_1
2	+1	-1	-1	8	y_2
3	-1	+1	-1	1	y_3
4	+1	+1	-1	2	y_4
5	-1	-1	+1	5	y_5
6	+1	-1	+1	3	y_6
7	-1	+1	+1	4	y_7
8	+1	+1	+1	7	y_8

Fonte: Adaptado de MONTGOMERY, 2001.

O método generalizado que pode ser utilizado para estimar os efeitos principais e de interação dos fatores é apresentado a seguir, conforme descrito por Devor *et al.* (1992) e Montgomery (1991). Quando o nível de um determinado fator é alterado de (-1) para (+1) e os demais fatores são mantidos constantes, a mudança da resposta média observada corresponde aos efeitos principais. Isso é feito multiplicando os resultados da coluna y_i pelos valores +1 e -1 associados à coluna x_i da matriz experimental correspondente ao efeito principal que se deseja estimar. Em seguida, os valores obtidos devem ser somados e divididos pela metade do número de ensaios realizados, conforme demonstra a Equação 13 (DEVOR *et al.* 1992).

$$E_i = \frac{\sum(y_i \times x_i)}{N \div 2} \quad (13)$$

Sendo que:

E_i é o efeito estimado;

N é o número total de observações;

$\sum(y_i \times x_i)$ é a soma dos resultados y_i do experimento multiplicados pela coluna x_i .

Outros métodos para calcular os efeitos e interações podem ser utilizados, sendo a Análise de Variância (ANOVA) um dos mais utilizados (MONTGOMERY, 1991; DEVOR *et al.* 1992).

ANOVA – A Análise de Variância no DOE

ANOVA é o acrônimo para análise de variância (do inglês *analysis of variance*). A ANOVA é utilizada quando você quer comparar as médias de mais de duas populações (RUMSEY, 2014).

A análise de variância pode ser definida como um método suficientemente poderoso para identificar diferenças entre as médias populacionais devidas a várias causas, ou fatores, atuando simultaneamente sobre os elementos da população. Quando um determinado conjunto de condições é aplicado a um objeto de estudo experimental, determina-se uma resposta inicial do ensaio. Quando esse conjunto é alterado para outro nível das variáveis envolvidas, espera-se que a resposta inicial sofra uma alteração. Esse conjunto de mudanças no experimento costuma ser chamado de Tratamento (COSTA NETO, 1977).

Em um fatorial completo de dois fatores, tanto o tratamento em Coluna (fator A) quanto o tratamento em Linha (fator B) são importantes. Especificamente, existe um Tratamento A, em dois níveis, conjugado com um Tratamento B, também em dois níveis. Pode-se dizer que cada combinação linha *versus* coluna representa um diferente tratamento a que cada elemento foi submetido. Para se avaliar a significância do efeito dos níveis do Tratamento A, bem como do Tratamento B, faz-se necessário testar a hipótese da existência de igualdade entre os níveis dos dois fatores. É importante determinar também, se existe interação entre os dois tratamentos (COSTA NETO, 1977). Esse Teste de Hipótese é expresso matematicamente por Costa Neto (1977), como:

a) para os dois tratamentos:

- Hipótese Nula: $H_0: A_1 = A_2 = 0$ (os efeitos com os tratamentos de A para os níveis =1 e -1 são iguais);
- Hipótese Alternativa: $H_1: A_1 \neq A_2$ (os tratamentos provocaram efeitos diferentes);

b) para a interação:

- Hipótese Nula: $H_0: AB_{ij} = 0$ (a interação não é estatisticamente significativa);
- Hipótese Alternativa: $H_1: AB_{ij} \neq 0$ (A interação é estatisticamente significativa).

O objetivo de fato é saber se deve-se aceitar ou rejeitar a hipótese de que todos os tratamentos produzem, em média, o mesmo efeito (COSTA NETO, 1977).

2.4.6 – Metodologia da Superfície de Resposta e a Função Desirability

A Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) é uma coleção de ferramentas matemáticas e estatísticas utilizada para a modelagem e análise de problemas em que a resposta de interesse é influenciada por diversas variáveis e o objetivo é a otimização desta resposta (MONTGOMERY, 2005).

A Otimização de Respostas é um método utilizado para determinar as melhores condições de ajuste do processo, possibilitando a otimização simultânea de múltiplas respostas. Sendo assim, as melhores condições de respostas são obtidas simultaneamente minimizando, maximizando ou buscando valores nominais de especificações, dependendo da situação mais conveniente para o processo (WANG e WAN, 2009).

Os autores Derringer e Suich (1980) propuseram um algoritmo, com o nome *Desirability*, que otimiza simultaneamente várias respostas, as quais dependem de um número de fatores independentes ou de um conjunto de condições. Por meio deste algoritmo, cada uma das respostas resulta numa função desejabilidade individual denominada d_i onde este varia de 0 a 1. A técnica de mínimos quadrados ordinários é utilizada para se obter o modelo estatístico.

O índice de desejabilidade global (D) é obtido através da média geométrica dos valores individuais conforme a Equação 14.

$$D = \left[\prod_{i=1}^n d_i^{w_i} (\hat{Y}_i) \right]^{\frac{1}{W}} \quad (14)$$

Onde:

w_i : peso individual da resposta;

\hat{Y}_i e W: média geométrica;

O peso define a função desejabilidade para cada resposta. Para cada resposta é possível selecionar um peso de 0,1 a 10 para diminuir ou aumentar a ênfase em cada alvo (DERRINGER e SUICH, 1980). Derringer e Suich (1980) descreveram as etapas a serem seguidas para conduzir a função *Desirability*:

- a) realizar os experimentos ajustando os modelos de resposta para todas as respostas;
- b) definir quais limites desejados para cada resposta;
- c) fazer ajustes para maximizar, minimizar ou atingir o alvo da desejabilidade global d em função dos fatores controláveis.

A vantagem de se utilizar a média geométrica é que a solução global é alcançada de modo balanceado, o que permite que as variáveis de interesse (saída) alcancem os valores desejados dentro das especificações impostas no algoritmo. Ainda de acordo com o mesmo autor, o algoritmo do *Desirability* vai variar conforme o tipo de otimização que se deseja realizar em cada resposta, isto é, minimização, normalização ou maximização (PAIVA, 2006).

3 – MATERIAIS E MÉTODOS

O presente trabalho foi conduzido em uma fundição de ferro fundido cinzento em moldes de areia verde, situada no sul do estado de Minas Gerais, na cidade de Itajubá. Em relação aos anéis de ferro fundido cinzento, estes são produzidos na razão de mais de 200 mil unidades por dia, para o mercado nacional e de exportação. Cada corrida de fundição produz em média cerca de 15 mil unidades de anéis. A grandeza de peças produzidas em uma única corrida reduz a amplitude dos testes devido ao custo envolvido.

A ciência da estatística inferencial foi aplicada no resultado de duas corridas de fundição preparadas para atender à necessidade experimental a fim de avaliar a influência do inoculante na ocorrência de inclusões de silício em anéis de pistão de ferro fundido cinzento. Os resultados obtidos com a produção das amostras foram tratados e analisados através do *software* Minitab® versão 18.

Os métodos estatísticos Teste do Qui-quadrado, Análise de Regressão, e Planejamento de Experimentos foram aplicados como ferramentas na análise de causa, sendo que cada uma possui o seguinte objetivo:

- a) **Teste do Qui-quadrado:** primeiramente foi aplicado o teste do Qui-quadrado para determinar se duas variáveis categóricas (Peças com inclusão e Peças sem inclusão) estão associadas com a quantidade do inoculante. Neste caso ele possibilita avaliar se a ocorrência de inclusões está associada com a adição ou não do inoculante;
- b) **Análise de Regressão:** uma vez confirmada a associação entre a adição do inoculante com a ocorrência do defeito, foi aplicada uma Análise de Regressão para modelar a relação entre um preditor (variável de entrada) e uma resposta contínua usando um modelo de regressão linear, quadrático ou cúbico. Neste caso ela possibilita avaliar a taxa de ocorrência do defeito de acordo com a quantidade de inoculante adicionado em cada panela;
- c) **Planejamento de Experimentos:** confirmada a correlação entre a adição do inoculante e a taxa de ocorrência do defeito, um estudo foi aplicado para avaliar a influência de algumas variáveis do processo de inoculação na ocorrência do defeito, devido ao número de fatores ou variáveis envolvidas no processo de inoculação, e a complexidade das potenciais interações entre estas variáveis, o uso do Planejamento de Experimentos (*Design of Experiments* – DOE) é a metodologia natural a ser

adotada. O DOE possibilita avaliar a influência das principais variáveis da inoculação e seus níveis na ocorrência do defeito de inclusão metálica e suas interações;

Uma das saídas deste estudo, além de compreender as causas relacionadas à ocorrência do defeito, é reduzir a taxa de ocorrência do defeito, para isso, uma otimização do processo de inoculação foi indicada. Com o *Desirability* é possível indicar a melhor condição de inoculação que possibilite reduzir a ocorrência do defeito.

Um resumo dos experimentos está descrito no fluxograma da Figura 18.

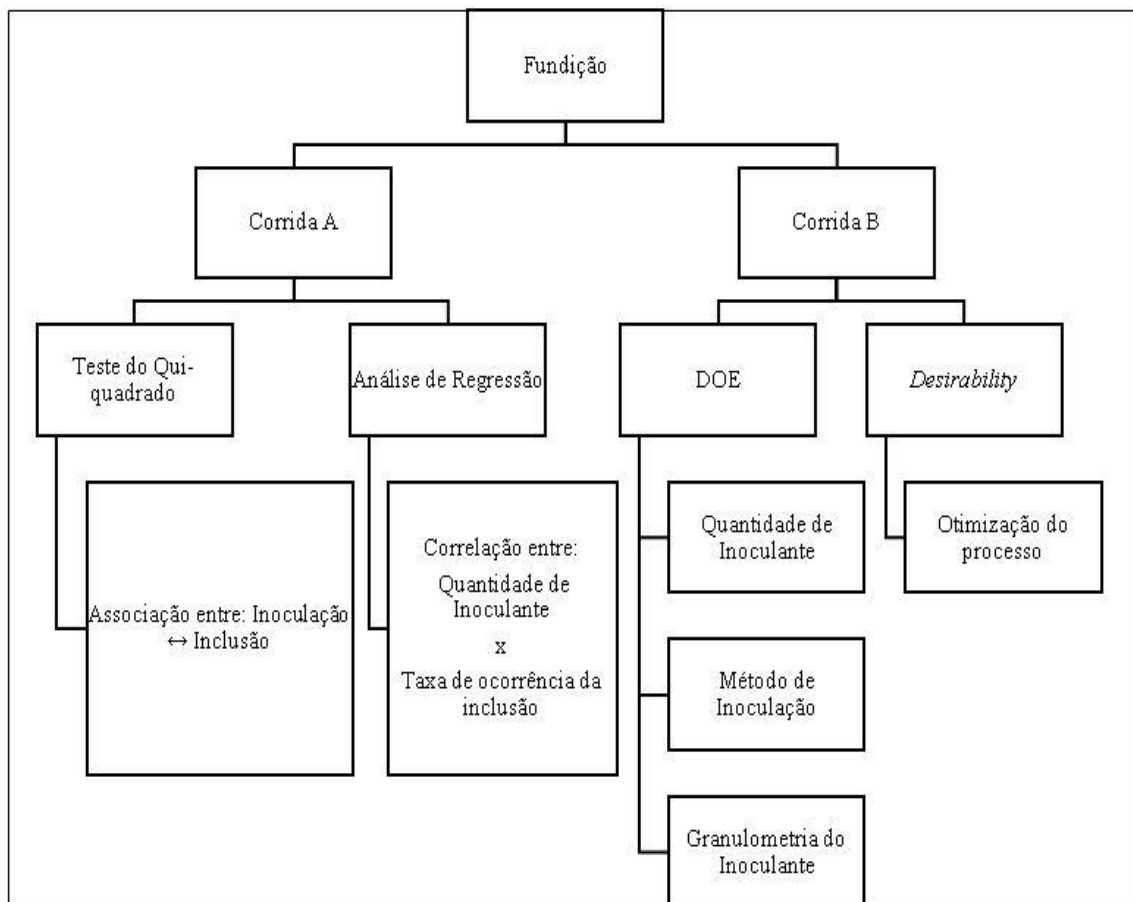


Figura 18 – Fluxograma: resumo do modelo experimental (Fonte: AUTOR, 2022).

3.1 – Determinação dos modelos experimentais

De acordo com a literatura revisada na seção 2.3 - Inoculação, algumas variáveis possuem influência no tratamento de inoculação, com o objetivo de avaliar e controlar estas variáveis, um método de controle foi estabelecido para cada uma delas.

Variáveis dos inoculantes que influenciam na inoculação e os seus controles:

- a) **composição química do inoculante e oxidação:** o mesmo lote de inoculante com composição química controlada e armazenamento adequado foi utilizado durante todo o tratamento de inoculação;
- b) **granulometria:**
 - granulometria para o teste do Qui-quadrado: de acordo com especificação da fábrica (Tabela 5 seção 3.2.1 - Definição dos Materiais);
 - granulometria para a Análise de Regressão: de acordo com especificação do fábrica (Tabela 5 seção 3.2.1 - Definição dos Materiais);
 - granulometria para o Planejamento de Experimentos: foi classificada em dois níveis para o DOE. Nível (-1): Menor ou igual a 4,00 mm; Nível (+1): Maior que 4,00 mm;
- c) **quantidade:**
 - teste do Qui-quadrado: a quantidade de inoculante adicionado por panela foi avaliada em três níveis categóricos: Sem inoculante – 0 g; com inoculante conforme padrões da fábrica – 350 g; Excesso de inoculante – 700 g;
 - Análise de Regressão: a quantidade de inoculante adicionado foi progressiva a cada 50 g, iniciando com 350 g e finalizando com 700 g;
 - Planejamento de experimentos: a quantidade do inoculante adicionado por panela foi avaliada em dois níveis no DOE, sendo: Nível (-1): 350 g (especificação da fábrica); Nível (+1): 700 g (banho com excesso de inoculação);

Variáveis do processo de fundição que influenciam na inoculação e seus controles:

- a) **composição química do banho:** para a execução dos experimentos em duas corridas foi adotada a mesma liga de ferro fundido cinzento; as variações de composição química entre corridas serão reduzidas com a padronização da carga no forno. **temperatura:** a temperatura foi controlada e mantida conforme especificações da fábrica;
- b) **tempo *fading*:** o tempo de *fading* implica na nucleação do banho, a influência deste fator foi controlada realizando a coleta de amostras de todas as panelas de vazamento para análise metalográfica. O vazamento do metal entre a panela de transferência e os moldes de areia verde ocorreu imediatamente após a inoculação;
- c) **velocidade de resfriamento:** a velocidade de resfriamento apesar de não ser controlada, foi estabilizada adotando o mesmo modelo para confecção dos moldes em

areia verde, desta forma todas as amostras irão possuir o mesmo módulo de solidificação; A temperatura da areia é controlada nos misturadores.

Além dos fatores citados pela literatura na seção 2.3 - Inoculação, o momento de adição do inoculante na panela para cada experimento foi controlado, uma vez que este pode possuir uma relação direta com o tempo de dissolução do material no banho. Conforme abaixo:

- a) **Teste do Qui-quadrado:** inoculante foi adicionado quando o metal na panela atingir cerca de 2/3 do peso total (especificação da fábrica);
- b) **Análise de Regressão:** inoculante foi adicionado quando o metal na panela atingir cerca de 2/3 do peso total (especificação da fábrica);
- c) **Planejamento de experimentos:** o método de adição do inoculante foi avaliado em dois níveis no DOE, sendo:
 - Nível (-1): 0 kg de metal na panela (adição de inoculante no fundo da panela);
 - Nível (+1): 100 kg de metal na panela (adição de inoculante com a panela completamente cheia).

3.1.1 - Teste do Qui-quadrado e Análise de Regressão

Quadro 3 - Dados do método de inoculação adotado durante o vazamento da corrida A.

# Panela	Ferramenta estatística	Granulometria	Quantidade de	Peso de metal	
1	Qui-Quadrado	-	Tabela 5	0	Padrão 70 kg
2	Qui-Quadrado	-	Tabela 5	0	Padrão 70 kg
3	Qui-Quadrado	-	Tabela 5	0	Padrão 70 kg
4	Qui-Quadrado	Análise de Regressão	Tabela 5	350	Padrão 70 kg
5	Qui-Quadrado	Análise de Regressão	Tabela 5	350	Padrão 70 kg
6	Qui-Quadrado	Análise de Regressão	Tabela 5	350	Padrão 70 kg
7	Qui-Quadrado	Análise de Regressão	Tabela 5	700	Padrão 70 kg
8	Qui-Quadrado	Análise de Regressão	Tabela 5	700	Padrão 70 kg
9	Qui-Quadrado	Análise de Regressão	Tabela 5	700	Padrão 70 kg
10	-	Análise de Regressão	Tabela 5	400	Padrão 70 kg
11	-	Análise de Regressão	Tabela 5	450	Padrão 70 kg
12	-	Análise de Regressão	Tabela 5	500	Padrão 70 kg
13	-	Análise de Regressão	Tabela 5	600	Padrão 70 kg
14	-	Análise de Regressão	Tabela 5	650	Padrão 70 kg
15	-	Análise de Regressão	Tabela 5	400	Padrão 70 kg
16	-	Análise de Regressão	Tabela 5	450	Padrão 70 kg
17	-	Análise de Regressão	Tabela 5	500	Padrão 70 kg
18	-	Análise de Regressão	Tabela 5	550	Padrão 70 kg
19	-	Análise de Regressão	Tabela 5	600	Padrão 70 kg
20	-	Análise de Regressão	Tabela 5	650	Padrão 70 kg

Fonte: AUTOR, 2022.

Um teste do Qui-quadrado e uma Análise de Regressão foram elaborados para identificar a associação entre a ocorrência do defeito com a quantidade do inoculante, e determinar a taxa de ocorrência do defeito com a quantidade de inoculante adicionado. A matriz de experimentos está definida no Quadro 3, e a corrida A foi definida para atender a demanda dos experimentos.

3.1.2 - Planejamento de Experimentos e Otimização de Resposta

Um Planejamento de Experimentos Fatorial Completo com 3 fatores em 2 níveis, 1 ponto central e 1 réplica foi elaborado para avaliar a interação entre as variáveis de entrada e sua influência na saída. Com os resultados do DOE foi aplicada a função *Desirability* para a otimização do processo de inoculação. A matriz de experimentos está definida no

Quadro 4 e a corrida B foi definida para atender a demanda dos experimentos.

Quadro 4 - Dados dos métodos de inoculação adotados durante o vazamento da corrida B.

# Painela	Granulometria	Quantidade de	Peso de metal	Ordem do	Resposta
1	+1	-1	-1	16	y_1
2	+1	+1	+1	7	y_2
3	-1	-1	+1	1	y_3
4	-1	+1	+1	8	y_4
5	-1	-1	-1	2	y_5
6	-1	0	0	18	y_6
7	+1	+1	+1	9	y_7
8	-1	+1	+1	14	y_8
9	-1	+1	-1	4	y_9
10	-1	-1	+1	11	y_{10}
11	+1	+1	-1	15	y_{11}
12	+1	-1	+1	12	y_{12}
13	-1	+1	-1	5	y_{13}
14	+1	+1	-1	6	y_{14}
15	+1	-1	+1	17	y_{15}
16	-1	-1	-1	3	y_{16}
17	+1	0	0	10	y_{17}
18	+1	-1	-1	13	y_{18}

Fonte: AUTOR, 2022.

3.2 – Realizações dos experimentos

3.2.1 - Definição dos Materiais

Para a definição do modelo de anel para a produção dos moldes em areia verde e do tipo de liga de ferro fundido a ser estudado, foi considerado aquele que nos indicadores de refugo da empresa indicasse o maior índice de ocorrência de inclusão metálica na face lateral. Este anel é produzido a partir do modelo ilustrado na Figura 19 e as especificações de microestrutura e da composição química da liga de ferro fundido estão apresentadas no Quadro 5.

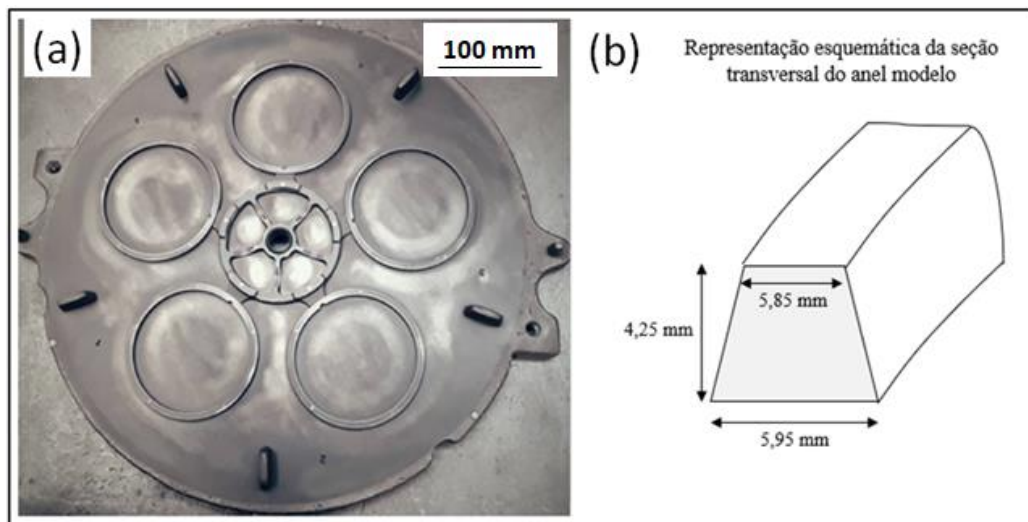


Figura 19 – Fotografia do modelo de fundição utilizado para a obtenção dos moldes do experimento (a) e as dimensões de sua seção transversal (b) (Fonte: AUTOR, 2022).

Quadro 5 - Especificações do ferro fundido cinzento subclasse MC12.

Elemento	Especificação (%)	Classificação de Microestrutura - ASTM A247	
C	3,60 - 3,90	Grafita:	Tipo A e B, grafitas D e E são permitidas em pequenas quantidades.
Si	2,20 - 2,90		
Mn	0,50 - 0,80		
P	0,30 - 0,50		
S	0,10 máx.	Matriz:	Perlita com presença de Esteadita distribuídas em rede não contínua nos contornos de grãos. Carbonetos e Ferrita não devem exceder 5% na microestrutura.
Ni	0,50 máx.		
Cr	0,05 - 0,40		
Mo	0,20 máx.		
Cu	1,50 máx.		
V	0,05 - 0,15		

Fonte: Adaptado de ISO 6621-3, 2009.

Utilizando o modelo de fundição da Figura 19, cada panela de metal é capaz de produzir 660 anéis, totalizando entre produto e canais de alimentação são 95 kg de metal por panela. Para atender à necessidade gerada pelos experimentos, serão necessárias duas corridas de fundição (A e B). Na etapa de carregamento do forno a adição das matérias-primas foi padronizada em cada corrida conforme Tabela 3.

Tabela 3 - Dados de carregamento do forno para as corridas A e B.

Material	Método de Adição	Controle	Quantidade (kg)
Sucata interna de ferro	Eletroímã	Balança	~ 1.500,00
Sucata de Aço	Eletroímã	Balança	~ 300,00
Ferro Gusa	Eletroímã	Balança	~ 350,00
Ferro-Silício 75%	Manual	Balança	3,00
Cobre	Manual	Balança	2,50
Ferro-Cromo 50%	Manual	Balança	1,00
Grafite granulado	Manual	Balança	13,00
Enxofre	Manual	Balança	0,40
Estanho	Manual	Balança	0,70
Ferro-Fósforo 20%	Manual	Balança	10,00
Ferro-Mangânês 75%	Manual	Balança	2,00

Fonte: AUTOR, 2022.

Neste estudo de caso foi utilizado o inoculante para ferro fundido a base de ferro-silício com adições de cálcio e estrôncio conforme especificações na Tabela 4 e Tabela 5.

Tabela 4 - Especificações de composição química do inoculante.

Elemento Químico	Especificação
Silício	$\geq 70,00\%$
Cálcio	0,00 - 0,10%
Estrôncio	0,80 - 1,20%
Alumínio	0,00 - 0,50%

Fonte: AUTOR, 2022.

Tabela 5 - Especificações de granulometria do inoculante.

Abertura da Peneira	Especificação
6,35 mm	$\leq 5,00\%$
4,00 mm	35,00 - 60,00%
2,00 mm	30,00 - 50,00%
1,00 mm	0,00 - 15,00%
0,60 mm	0,00 - 5,00%

Fonte: AUTOR, 2022.

Para a classificação de granulometria do inoculante, Figura 20, uma peneira com abertura de 4,00 mm foi utilizada.



Figura 20 - Fotografia do inoculante utilizado nos experimentos (Fonte: AUTOR, 2022).

3.2.2 – Processo de Manufatura dos Anéis de Pistão

As etapas de manufatura de anéis de pistão produzidos a partir do ferro fundido cinzento estão representadas na Figura 21.

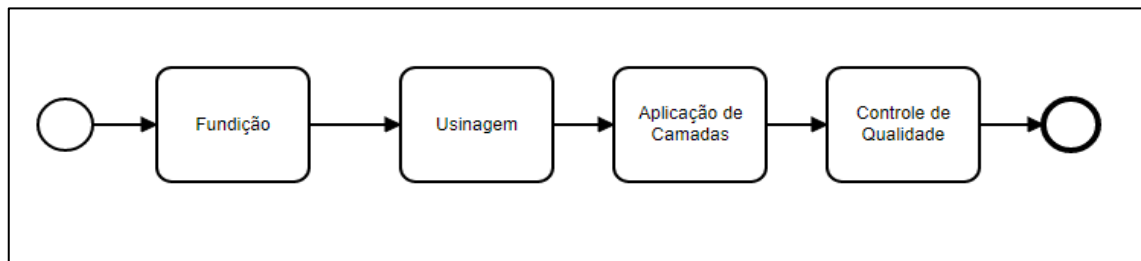


Figura 21 - Fluxo resumido de um processo de manufatura de Anéis de Pistão em Ferro Fundido Cinzento (Fonte: AUTOR, 2022).

Fundição

As corridas foram preparadas em um forno de indução INDUCTOTHERM® com um cadinho revestido de refratário de sílica com capacidade de 2.200 kg de metal fundido. Os fornos de fusão foram carregados com uma carga sólida composta por sucata metálica, materiais retornáveis do processo de fundição, ferro gusa e ferro-ligas (Tabela 3). O forno foi aquecido a 1580°C e após completa fusão da carga o banho foi preparado para atender as especificações definidas.

A escória gerada pelo processo de fusão foi removida do topo do banho e a temperatura foi ajustada para a faixa compreendida entre 1480 e 1550°C para a preparação do vazamento.

Após a remoção da escória e ajuste da temperatura do banho, uma amostra de metal líquido foi coletada para as análises simultâneas da composição química e análise térmica, conforme a seguir:

- a) Composição Química: a amostra de metal líquido foi inserida em uma coquilha metálica resfriada a água, um disco de ferro fundido foi obtido após a solidificação da amostra e este foi encaminhado para a análise de composição química utilizando o método de espectrometria óptica no equipamento da marca THERMO SCIENTIFIC® modelo 3460 FAA, após a espectrometria óptica uma parte do disco foi triturada para a determinação dos teores de carbono e enxofre através do equipamento da marca LECO® modelo CS-200 que detecta o carbono e o enxofre na forma de CO₂ e SO₂, estes gases gerados pela combustão da amostra;
- b) Análise Térmica: a amostra de metal líquido foi inserida em uma cápsula de análise térmica sem telúrio com o seu termopar conectado ao aparelho analógico FERROLAB II® o qual informa a Temperatura de Liquidus (T_L), Temperatura do Eutético Metaestável (T_{EM}) e o Carbono equivalente (Ceq) durante a solidificação da amostra.

Após a confirmação das análises de composição química e análise térmica, o metal líquido foi transferido do forno para as panelas de transferências, e neste momento foi realizada a inoculação do metal ilustrada na Figura 22. Após a panela atingir o peso de 95 kg de metal líquido, o vazamento para os moldes foi iniciado imediatamente.

Após a completa solidificação dos anéis, estes foram removidos manualmente na etapa de desmoldagem, Figura 23, e posteriormente foram dispostos para o processo de limpeza e rebarbação.

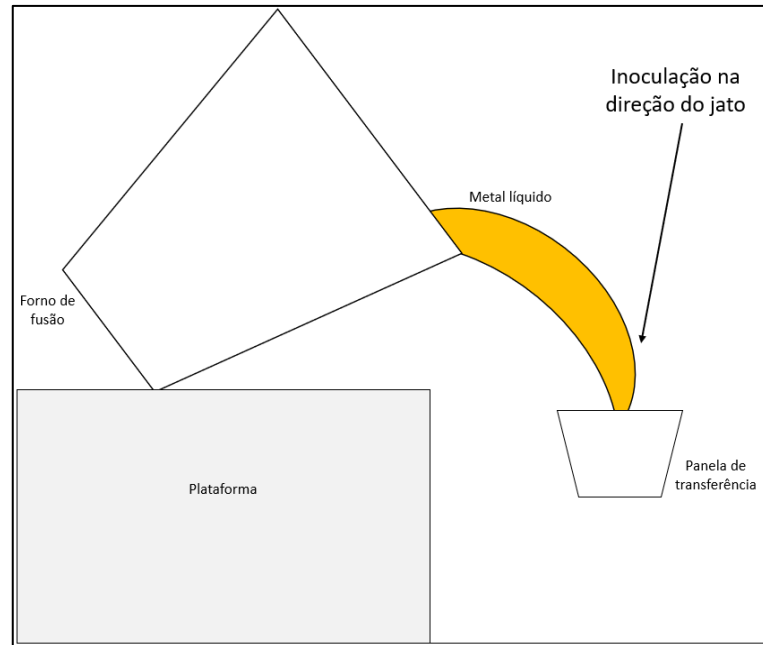


Figura 22 – Desenho esquemático do vazamento (Fonte: AUTOR, 2022).



Figura 23 – Fotografia dos anéis após desmoldagem (Fonte: AUTOR, 2022).

Durante a limpeza e rebarbação dos anéis a areia presente nas superfícies foi removida através de um jato de granalha e as rebarbas originadas pela penetração do metal no molde foram removidas pelos rebolos das máquinas de rebarbação. Ao término do processo os anéis isentos de areia e rebarbas estavam adequados para prosseguirem para a usinagem, Figura 24.



Figura 24 - Fotografia de anéis fundidos após etapas de Limpeza e Rebarbação (Fonte: AUTOR, 2022).

Processos de Usinagem, Aplicação de Camadas e Inspeção Visual

A etapa do processo de usinagem dos anéis consistiu basicamente na retificação das faces superior e inferior dos anéis através de rebolos de nitretos cúbico de boro, Figura 25, e no torneamento dos diâmetros internos e externos, todo o aspecto bruto de fundição foi removido pelos tornos de usinagem.



Figura 25 - Fotografia de anéis de pistão com as faces laterais retificadas (Fonte: AUTOR, 2022).

Após usinagem, as amostras foram levadas ao processo de fosfatização, que consiste na aplicação de uma camada de cristais de fosfato de manganês através de um banho químico, precedida de uma etapa de decapagem alcalina para remoção de resíduos nas superfícies dos anéis. O aspecto visual do anel antes da camada de fosfato impossibilita a detecção da inclusão metálica através de inspeção visual. Na Figura 26 está representado o aspecto visual do anel antes e depois da camada de fosfato.



Figura 26 – Fotografia comparativa do aspecto visual entre anéis sem camada e com camada de fosfato (Fonte: AUTOR, 2022).

Após a aplicação da camada de fosfato, as amostras foram inspecionadas uma a uma para a detecção e segregação dos anéis que apresentarem inclusão nas faces, conforme a Figura 27.



Figura 27 - Fotografia dos anéis de pistão com camada de fosfato sendo inspecionados (Fonte: AUTOR, 2022).

3.3 - Caracterização

A caracterização das inclusões metálicas e do inoculante utilizado pelo processo de fundição foi realizada nos laboratórios da Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI através de análise metalográfica e *Energy Dispersion Spectroscopy* (EDS) utilizando o MEV e pelo laboratório metalográfico da empresa onde as amostras foram obtidas utilizando Microscopia óptica (MO) e ensaios de dureza Rockwell C e Vickers.

Para os ensaios de dureza Rockwell C foi utilizado um penetrador de diamante na forma de cone 120° com uma carga de 150 kgf no durômetro EMCO TEST M4R075. Foram coletadas aleatoriamente um total de 75 amostras das placas com 700 g de inoculação (excesso de inoculação), 350 g de inoculação (especificação da fábrica) e 0 g de inoculação (sem inoculação), sendo 25 de cada, a fim de avaliar se há diferença na média de dureza de cada tipo de amostra. O resultado da dureza de cada amostra foi obtido pela média de dureza de três identificações em um mesmo anel localizadas a 90°, 180° e 270° a partir da marcação de meia-lua do anel conforme Figura 28.

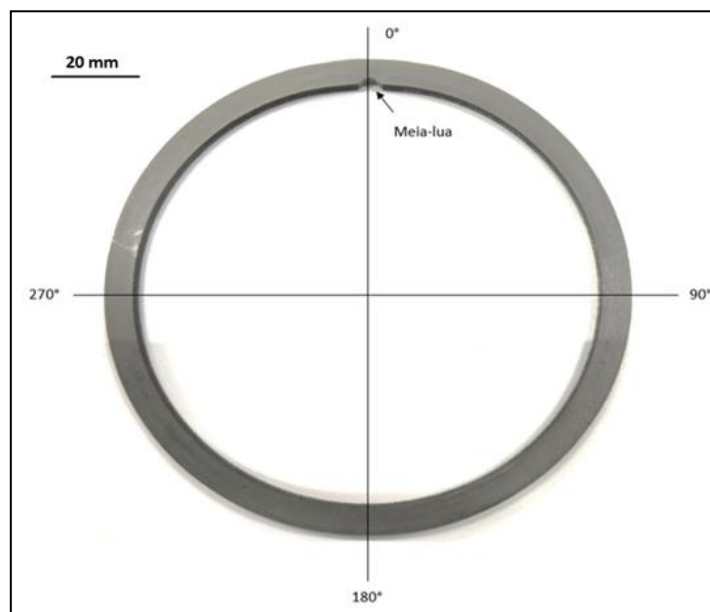


Figura 28 – Imagem esquemática do posicionamento das identificações dos ensaios de dureza Rockwell C (Fonte: AUTOR, 2022).

Para os ensaios de dureza Vickers, estes foram realizados na região da inclusão metálica utilizando um penetrador no microdurômetro da SHIMADZU HMV-G e carga de 0,025 kgf. Foram coletadas aleatoriamente 25 peças com inclusão metálica para análise comparativa da dureza da inclusão metálica e da matriz do anel (Figura 29).

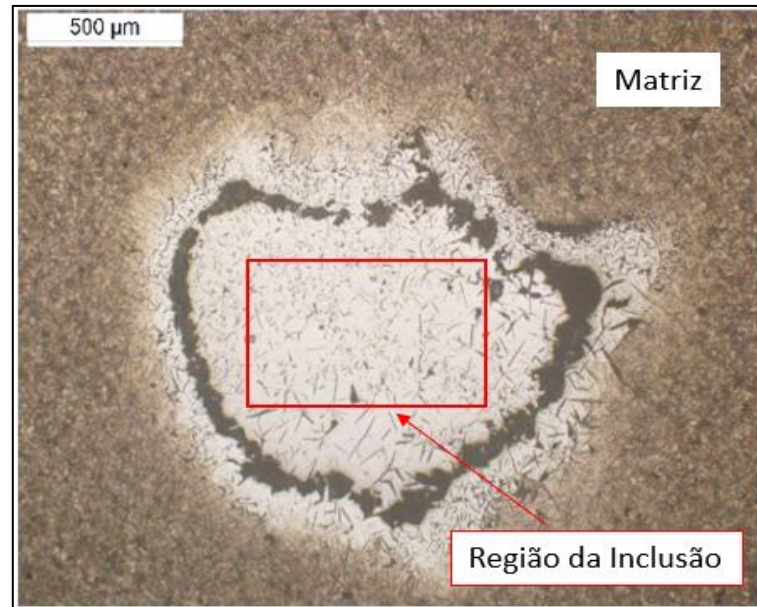


Figura 29 – Micrografia (MO) de um anel com inclusão. Definição das regiões da matriz e da inclusão (Fonte: AUTOR, 2022).

As amostras utilizadas para a análise metalográfica foram cortadas em seu sentido transversal e os corpos de prova embutidos em baquelite com a face da inclusão voltada para a região de análise, conforme esquema da Figura 30.

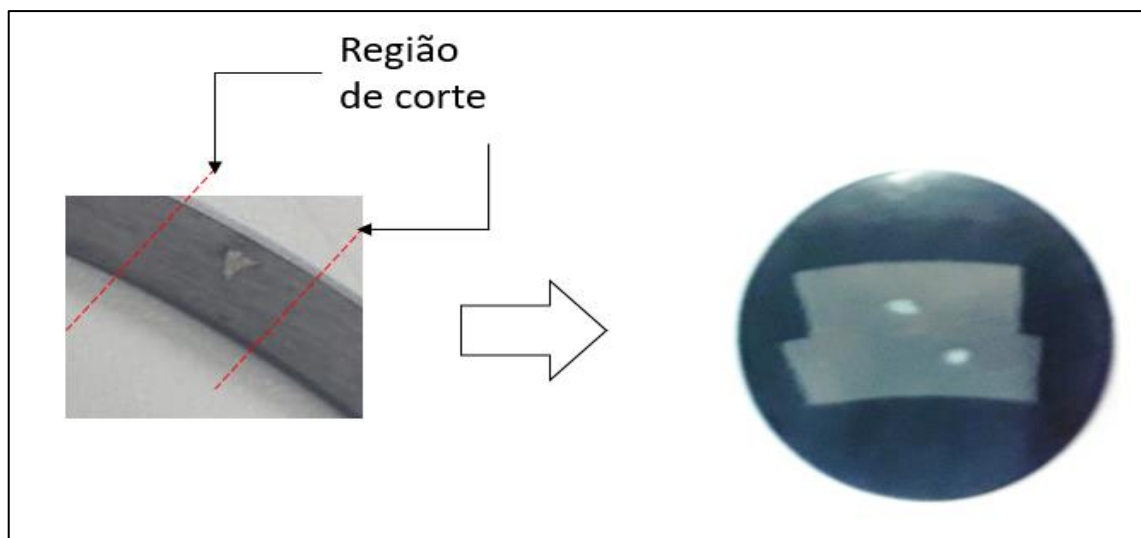


Figura 30 - Esquema de corte e embutimento do corpo de prova (Fonte: AUTOR, 2022).

O processo de preparação para análise metalográfica seguiu os procedimentos normais de metalografia. Estas amostras foram lixadas com lixas d'água, com granas de 100, 360, 1200 e polidas com pasta de diamantes de 3 µm, e finalizando o polimento com solução de alumina, de 0,05 µm em poltrizes de preparação metalográfica. A grafitização das amostras

foi analisada sem ataque químico, enquanto a microestrutura da matriz foi analisada após ataque químico utilizando o reagente Nital 3 %.

A primeira etapa da análise metalográfica foi realizada utilizando um microscópio ótico marca OLYMPIUS, modelo GX51. Nestas análises, utilizando o software analisador de imagens Leica®, foi avaliado se a microestrutura do metal base estava de acordo com as especificações definidas no Quadro 5 deste trabalho. Posteriormente as amostras foram submetidas ao processo de polimento para remoção do ataque químico e análise metalográfica via microscopia eletrônica de varredura no modo elétrons retroespalhados realizado no equipamento Carls Zeiss EVOMA15®, com detector de espectroscopia por dispersão de energia da marca Bruker®, modelo XFlash 6|10.

4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 – Análise Microestrutural

4.1.1 - Composição Química

Os resultados de composição química das corridas A e B estão representados na Tabela 6.

Tabela 6 - Resultados de composição química das corridas A e B.

Elemento Químico	Especificação MC12	Corrida A	Corrida B
C	3,60 - 3,90	3,76	3,62
Si	2,20 - 2,90	2,58	2,59
Mn	0,50 - 0,80	0,64	0,65
P	0,30 - 0,50	0,44	0,44
S	0,10 máx.	0,04	0,04
Cu	1,50 máx.	0,37	0,36
Cr	0,05 - 0,40	0,15	0,15
Ni	0,50 máx.	0,04	0,04
Mo	0,20 máx.	0,04	0,03
V	0,05 - 0,15	0,05	0,06

Fonte: AUTOR, 2022.

Comparando os resultados da composição química (Tabela 6) com a especificação da liga MC12 (Quadro 5) é possível confirmar que tanto a corrida A quanto a corrida B estão aprovadas qualitativamente. O uso de uma carga padrão para as duas corridas, sendo esta composta com cerca de 70 % de sucata de retorno interno da fundição da mesma liga fundida, justifica a pequena diferença entre os resultados obtidos para as corridas A e B, reduzindo também a possibilidade de a variável “Composição química do banho” interferir no estudo.

4.1.2 – Análise microestrutural dos anéis

Nesta empresa, em uma situação normal de produção do material MC12, a quantidade de inoculante padrão especificada pela engenharia pode variar entre 300 a 400 g de acordo com a nucleação do banho no momento do vazamento, logo as amostras obtidas com a adição de 350 g em ambas as corridas representam uma condição típica de produção possibilitando que os resultados sejam comparados com as especificações de microestrutura do material MC12.

A Figura 31 apresenta a microestrutura (MO) de uma amostra obtida da corrida A, das panelas onde foram adicionadas 350 g de inoculante. A Figura 31a apresenta a micrografia sem ataque, possibilitando a análise da grafita, nela é possível observar grafitas do tipo A e B e pequenas quantidades de grafitas D e E. A Figura 31b apresenta a micrografia com ataque (Nital 3 %) apresentando matriz constituída de perlita e rede não contínua de esteadita nos contornos de grãos, a presença de ferrita não excede 2 %. A microestrutura encontrada na micrografia está de acordo com as especificações do material MC12.

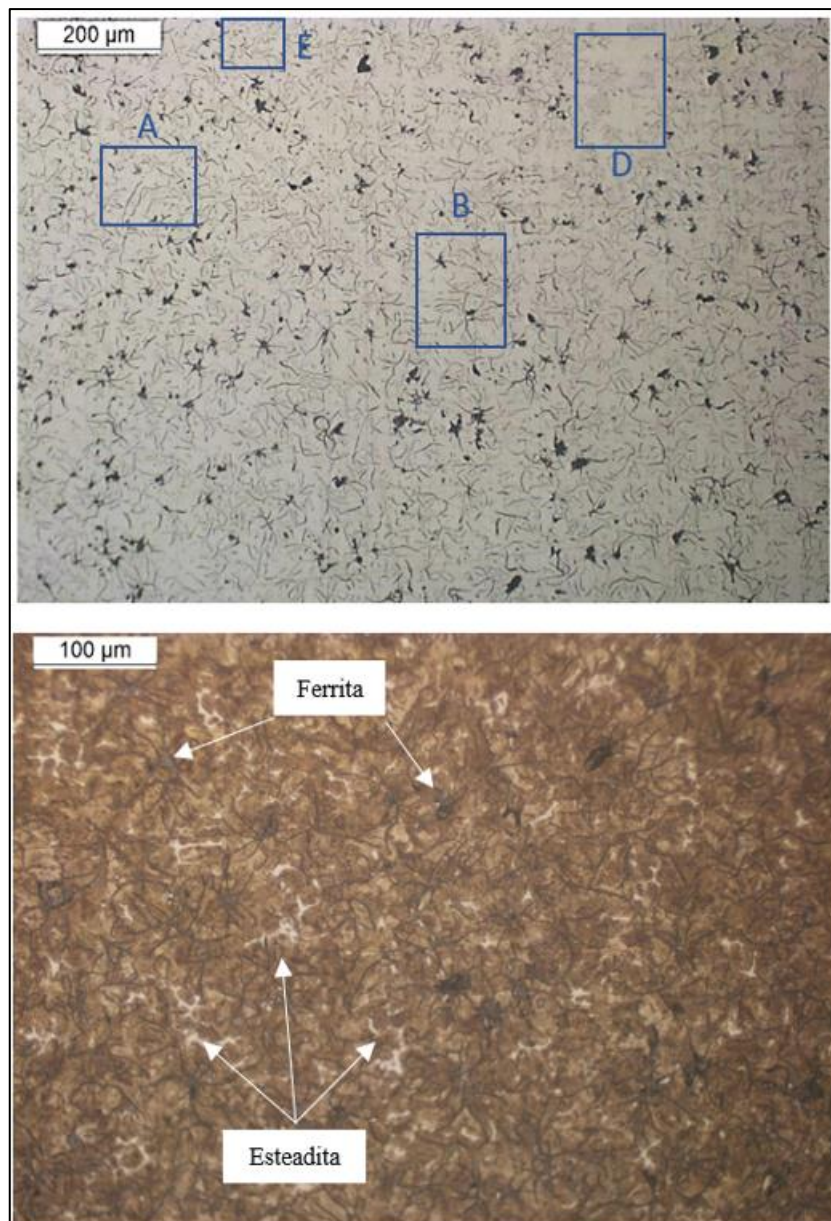


Figura 31 - Micrografia (MO) de amostra obtida da corrida A: (a) Sem ataque, (b) Ataque Nital 3 % (Fonte: AUTOR, 2022).

A Figura 32 apresenta a microestrutura (MO) de uma amostra obtida na corrida B, das panelas onde foram adicionados 350 g de inoculante. A Figura 32a apresenta a micrografia sem ataque, possibilitando a análise da grafita. A microestrutura desta amostra é semelhante a da amostra obtida na corrida A. É possível observar grafitas do tipo A e B e pequenas quantidades de grafitas D e E. A Figura 32b apresenta a micrografia com ataque (Nital 3 %) apresentando matriz constituída de perlita e rede não contínua de esteadita nos contornos de grãos, a presença de ferrita não excede 4 %. Portanto, este tipo de grafitação encontrada na micrografia também está de acordo com as especificações do material MC12.

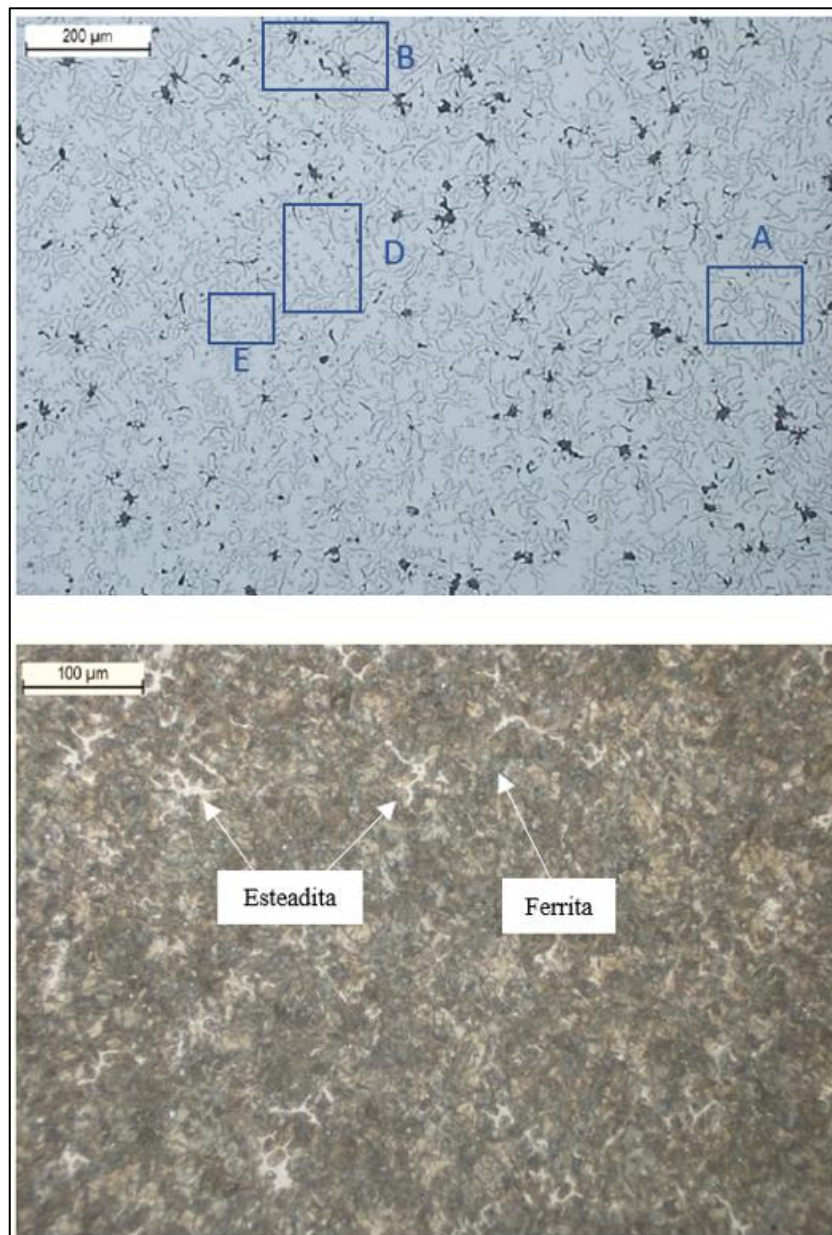


Figura 32 - Micrografia (MO) de amostra obtida da corrida B: (a) Sem ataque, (b) Ataque Nital 3 % (Fonte: AUTOR, 2022).

De acordo com a classificação do material o anel deve apresentar microestrutura de matriz perlítica com presença de esteadita distribuída em rede não contínua nos contornos de grãos, limite máximo de 5% para ferrita e carbonetos livres. Esta microestrutura desejada é obtida durante a solidificação dos anéis nos moldes. Em ambas as corridas a microestrutura final obtida está de acordo com as especificações para a liga de ferro fundido cinzento MC12, isto indica que os resultados entre a composição química, inoculação, e o módulo de resfriamento atenderam ao planejamento.

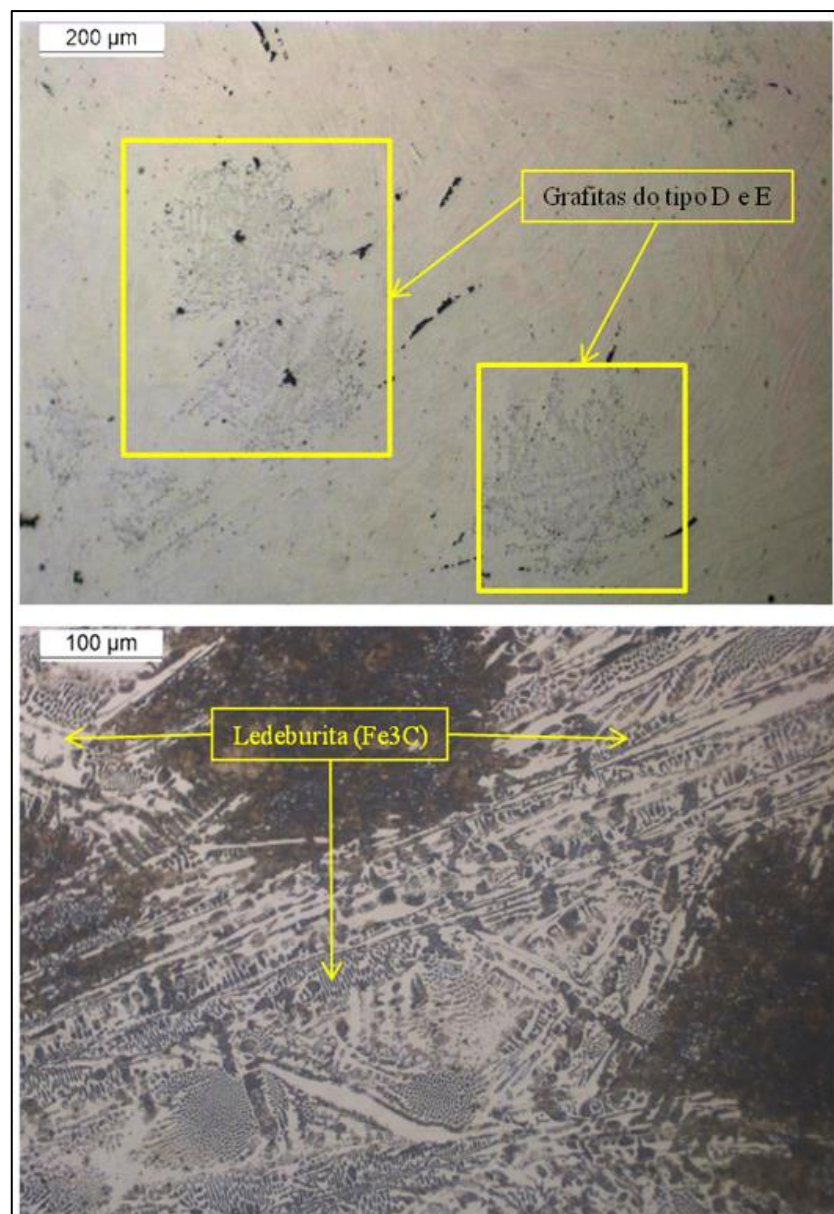


Figura 33 – Micrografia (MO) do ferro fundido cinzento obtido com os resultados das panelas sem adição de inoculante (a) sem ataque, (b) Ataque Nital 3 % - Região escura provocada por ataque excessivo. (Fonte: AUTOR, 2022).

A Figura 33 apresenta a micrografia de amostras obtidas sem adição de inoculante (Corrida A). Foi identificada uma predominância de uma microestrutura coquilhada nas amostras obtidas com as panelas que não tiveram adição de inoculante durante o vazamento conforme a literatura. A Figura 33a apresentou baixa grafitização em uma matriz de ferro branco. Na Figura 33b temos em detalhe a presença de cementita (Fe_3C) na microestrutura, após ataque químico com o reagente nital 3%. A ocorrência de uma microestrutura coquilhada era esperada uma vez que o objetivo principal da inoculação é produzir microestruturas livres de carbonetos. Hornung e Sauer (1987), Popovski (2004) e Araújo (2020) também avaliaram em seus estudos que o ferro líquido mal inoculado resfria em condições que favorecem o eutético metaestável.

As Figuras 34 e 35 apresentam um comparativo entre as microestruturas das panelas as quais foram adicionados 700 g (Figura 34a e Figura 35a) e 350 g (Figura 34b e Figura 35b) em ambas as corridas A e B respectivamente. É possível observar que tanto na corrida A, quanto na corrida B, as amostras com 700 g de inoculante apresentaram uma microestrutura mais refinada (grafitas menores) que as amostras com 350 g de inoculante.

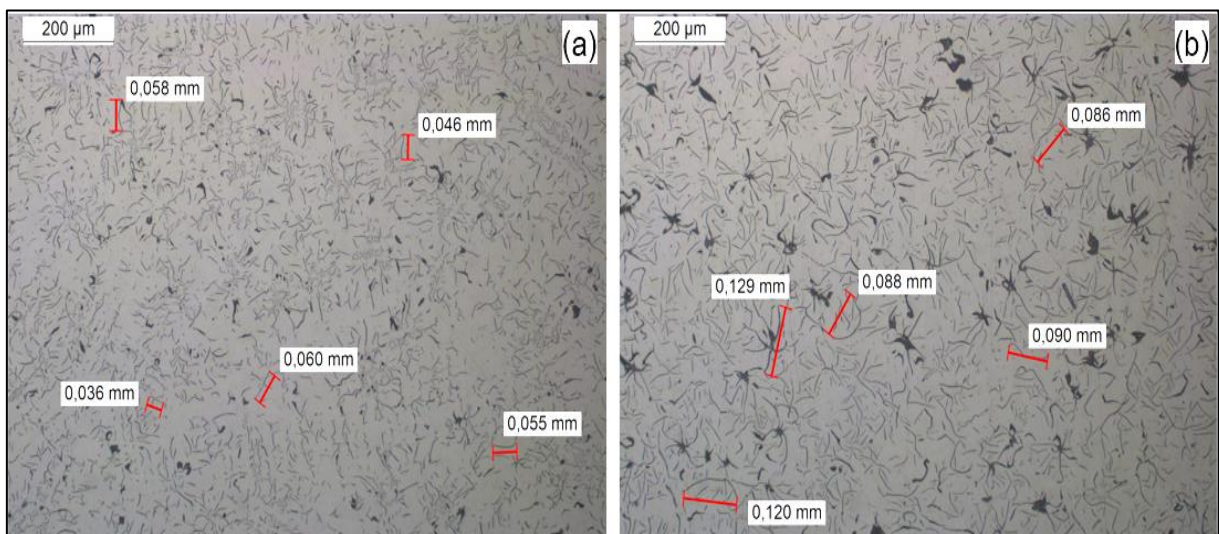


Figura 34 – Comparativo de micrografias (MO) de amostras da corrida A das panelas que receberam adição de 700g (a) e 350g (b) de inoculante (Fonte: AUTOR, 2022).

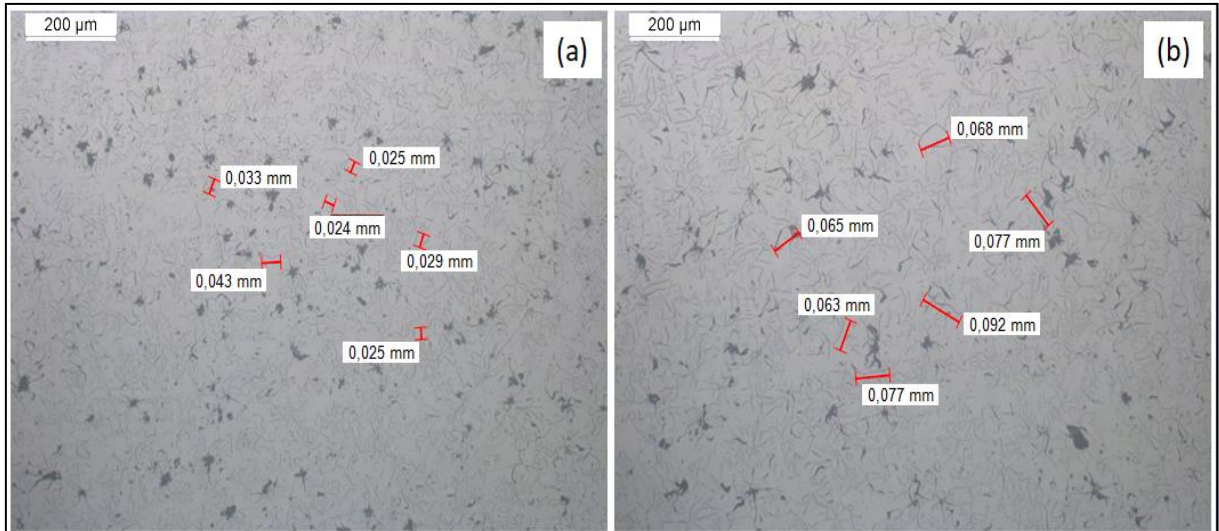


Figura 35 - Comparativo de micrografias (MO) de amostras da corrida B das panelas que receberam adição de 350g e 700g de inoculante (Fonte: AUTOR, 2022).

As amostras obtidas nas panelas superinoculadas com 700 g apresentaram, em todas elas, mais do que uma inclusão em uma mesma peça, conforme representado na Figura 36.

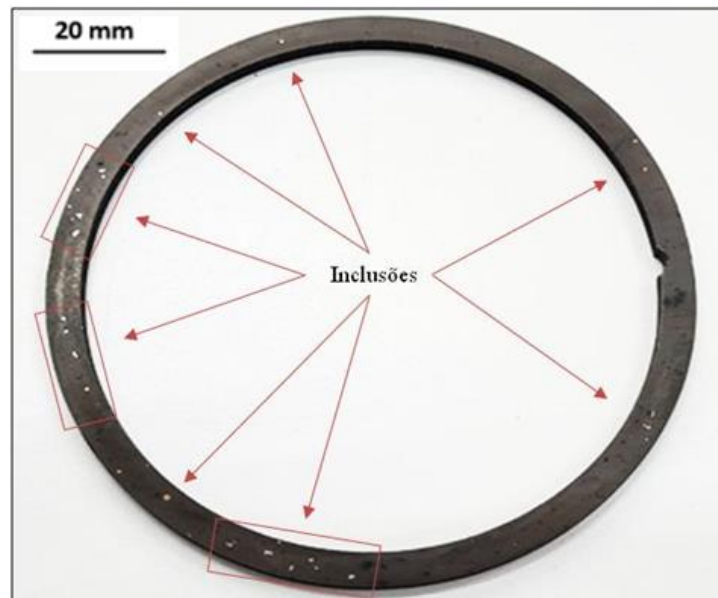


Figura 36 - Imagem de um anel semiacabado com camada de fosfato e inclusões de silício distribuídas ao longo da superfície (Fonte: AUTOR, 2022).

4.1.3 - Ensaio de Dureza HRC dos anéis

A Tabela 7 apresenta a média dos resultados dos ensaios de dureza HRC para 25 amostras obtidas com as panelas que não tiveram adição de inoculante, 25 amostras das panelas com a adição de 350 g de inoculante e 25 amostras das panelas com a adição de 700 g

de inoculante, todas da corrida A. Foi observado que as médias das panelas com 350 g e 700 g de inoculante apresentam valores muito próximos com uma diferença entre as médias de 1 HRC, esta diferença não é significativa sob o ponto de vista técnico. Por outro lado, a média de dureza das amostras sem inoculação (0 g de inoculante) é substancialmente maior que as demais, logicamente provocada pela presença de carbonetos na microestrutura conforme indicado na análise microestrutural (Figura 33), em concordância com o resultado de Araújo (2020).

Tabela 7 - Resultados de dureza HRC das amostras de panelas com 0 g, 350 g e 700 g de inoculante.

Amostra	0 g de inoculante	350 g de inoculante	700 g de inoculante
1	53	25	25
2	55	26	25
3	50	26	25
4	53	26	25
5	58	26	25
6	50	26	25
7	55	25	25
8	54	26	25
9	55	26	25
10	55	26	25
11	56	25	25
12	56	26	25
13	54	25	26
14	51	25	25
15	49	25	25
16	51	25	25
17	53	25	25
18	50	26	25
19	50	26	24
20	51	26	25
21	47	25	24
22	52	26	25
23	54	26	24
24	51	26	24
25	50	25	26
Média	52	26	25

Fonte: AUTOR, 2022.

4.1.4 – Análise microestrutural das Inclusões

A Figura 37a apresenta a micrografia (MO) representativa de uma inclusão metálica após ataque com Nital 3 %. Na Figura 37b é possível observar detalhes da inclusão com maiores ampliações, como destaque uma microestrutura perlítica no metal base (conforme já

observado nas Figuras 31 e 32) enquanto na região de inclusão foi encontrada uma matriz ferrítica. Além disso, foi observada a presença de uma descontinuidade ao redor da inclusão o que corrobora os problemas mecânicos decorrente deste defeito.

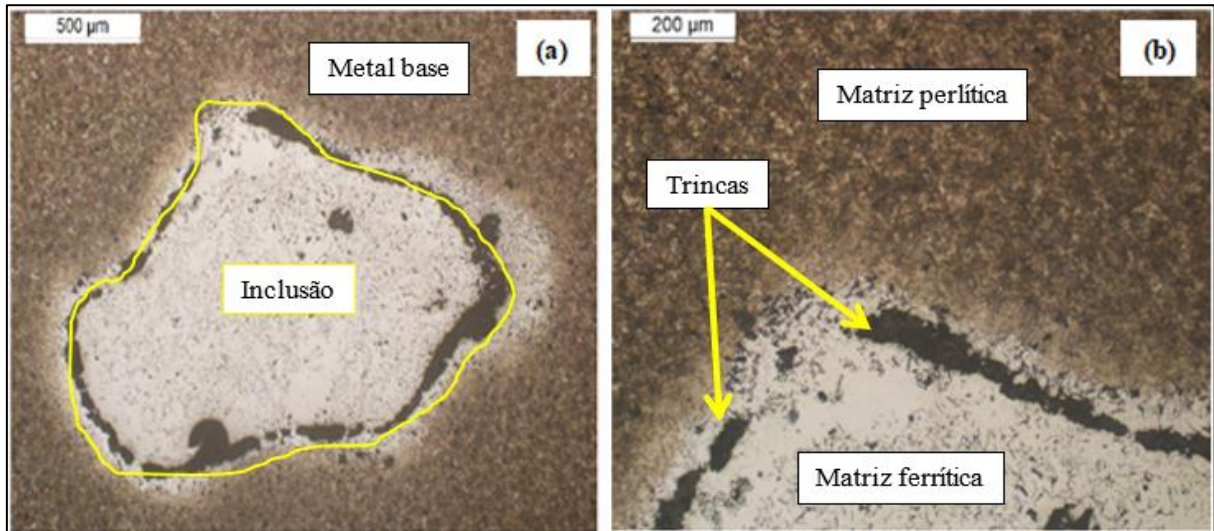


Figura 37 – (a) Micrografia (MO) da inclusão metálica contida em anel selecionado da corrida B; (b) Detalhes da inclusão (Fonte: AUTOR, 2022).

A Figura 38 apresenta a micrografia (MEV/ERE) de regiões contendo inclusão de duas amostras obtidas da corrida B, onde ocorreu variação no método de inoculação, nas seguintes condições: granulometria maior que 4 mm, 700 g inoculação, porém a imagem (a) é referente ao experimento com 100 kg metal na panela e a imagem (b) referente ao experimento com 0 kg de metal na panela. A fim de auxiliar a interpretação da microestrutura uma análise EDS foi realizada em diversas regiões de ambas as amostras.

Apesar das dimensões das inclusões serem semelhantes (vide barra de escala), as microestruturas destas regiões são significativamente diferentes nas duas amostras. As Figuras 38a.1 e 38b.1 apresentam detalhes destas inclusões nas amostras com 100 kg e 0 kg respectivamente. Uma vez que o inoculante nestas amostras foram adicionados com tamanho inicial maior ou igual a 4 mm é possível afirmar que houve uma dissolução, ao menos parcial deste, visto que o tamanho do defeito nas micrografias são de aproximadamente 1,5 mm.

Na análise da região de inclusão da amostra em que o inoculante foi adicionado com 100 kg de metal na panela (Figura 38a.1), as regiões escuras foram analisadas em 4 posições e possuem alto teor de silício (> 67,7 %p.) enquanto as mais claras foram medidas em 6 posições e possuem alto teor de ferro (>79,5 %p.). Os teores de silício das regiões escuras estão compatíveis com a composição do inoculante (~70 %p., ver Tabela 4 para maiores

detalhes). Por outro lado, a região de inclusões na amostra com 0 kg (Figura 38b.1), apresenta nas regiões escuras de composição compatível com a grafita. A região cinza intermediário é uma região com altos teores de Sr além do Si, indicando que parte do inoculante permaneceu não dissolvida, enquanto a matriz é rica em Fe. A análise comparativa destas duas condições comprova que a condição de adição do inoculante com 0 kg de metal na panela foi efetiva indicando que, há condições que favorecem a dissolução do inoculante e grafitização, apesar de ainda haver uma diferença na matriz.

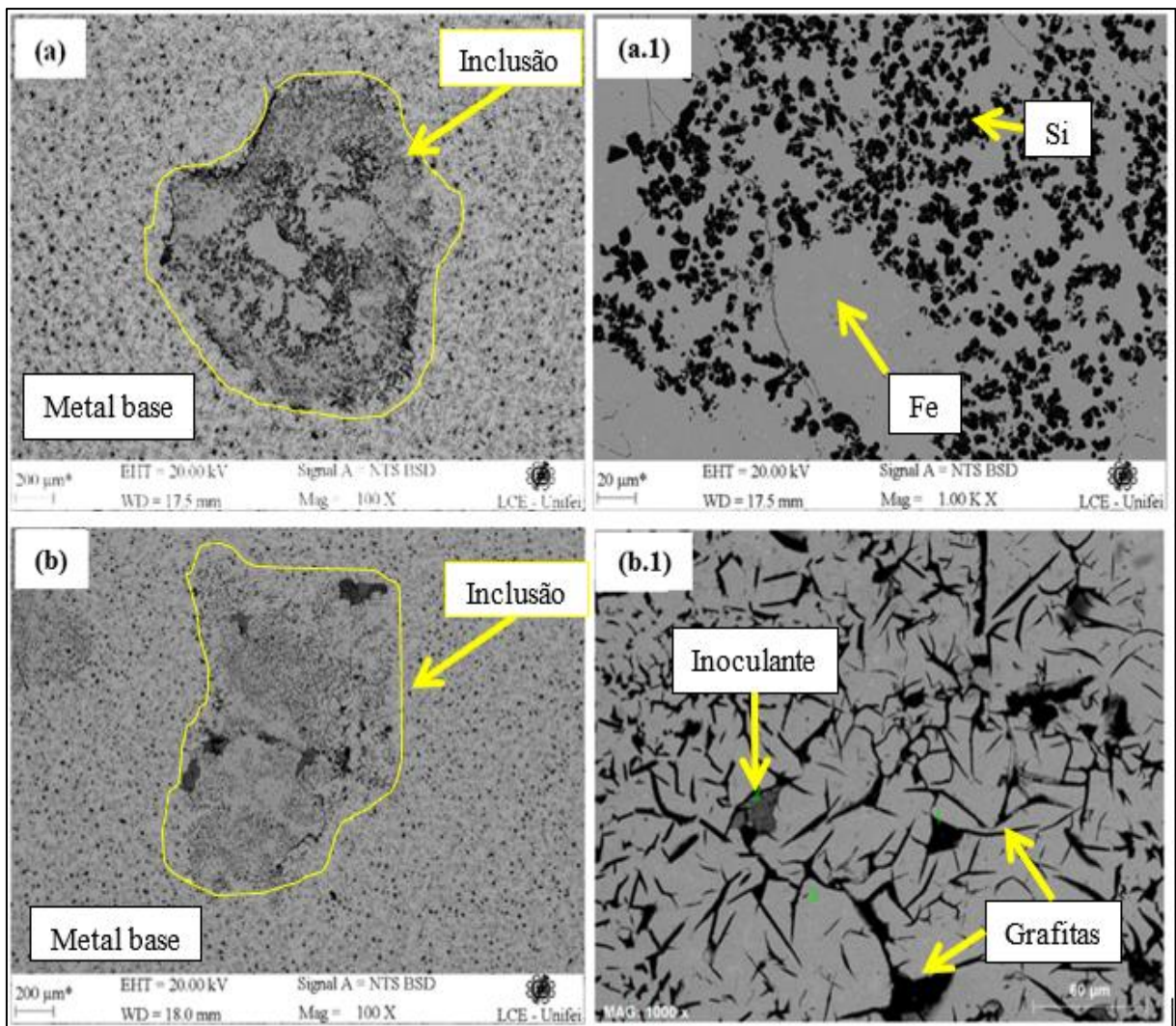


Figura 38 – (a) e (b) micrografias (MO) da inclusão metálica contida em anéis selecionados da corrida B; (a.1) e (b.1) detalhes da inclusão (Fonte: AUTOR, 2022).

Para uma melhor compreensão da natureza da inclusão representada na Figura 38b.1, ensaios de microdureza foram realizados na matriz da inclusão metálica e seus resultados comparados com a matriz do material base, uma ilustração destes ensaios está representada na Figura 39.

A média de dureza encontrada na matriz do metal base foi de 429 (+/- 14) HV enquanto a média de dureza encontrada na matriz da inclusão foi de 602 (+/- 43) HV indicando que o material da inclusão possui uma dureza elevada em relação ao material base ferro fundido cinzento MC12. Este resultado não era o esperado, de acordo com os resultados do EDS (Tabela 8) a hipótese mais provável é uma possível formação de um siliceto de ferro provocando o aumento de dureza.

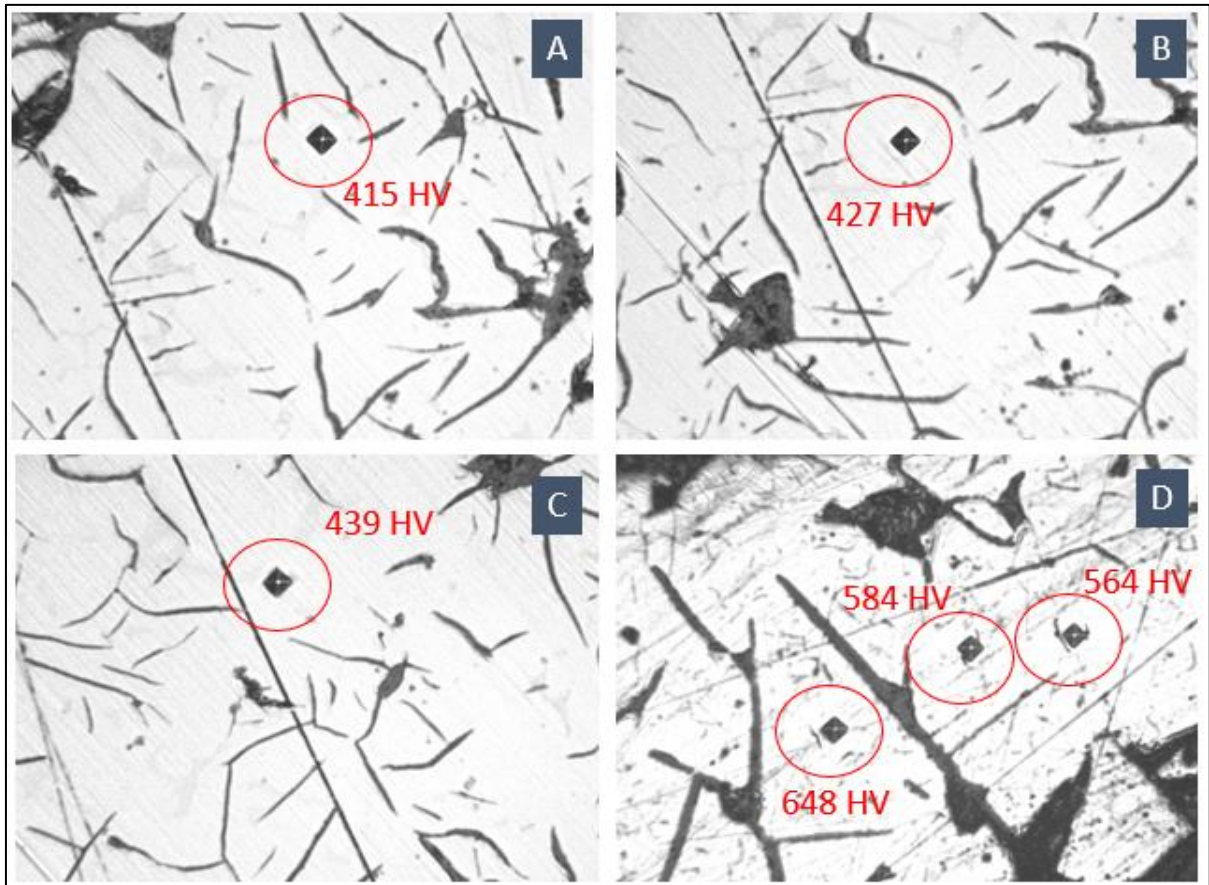


Figura 39 - Micrografia contendo exemplo das indentações dos ensaios de micro dureza realizados em uma amostra.

Tabela 8 - Resultado EDS realizado na matriz da inclusão metálica da Figura 55 (b.1).

El	AN	Series	unn. C [%p.]	norm. C [%p.]	Atom. C [%at.]	Erro	(1 Sigma) [%p.]
C	6	K-series	5,01	5,33	19,58		0,79
Al	13	K-series	0,19	0,2	0,33		0,04
Si	14	K-series	6,34	6,74	10,6		0,3
P	15	K-series	0,25	0,27	0,38		0,04
Cr	24	K-series	0,19	0,2	0,17		0,03
Fe	26	K-series	81,96	87,26	68,94		2,2
Total:			93,93	100	100		

Fonte: AUTOR, 2022.

4.2 – Interpretações dos resultados dos experimentos

4.2.1 - Inspeção Visual dos anéis

As Tabelas 9 e 10 indicam os resultados das corridas A e B com a quantidade de amostras que apresentaram inclusão metálica após a avaliação visual.

Tabela 9 - Resultados da inspeção visual de cada panela da corrida A.

# Panela	Ferramenta estatística	Qt. Peças com inclusão	Qt. Peças sem inclusão
1	Qui-Quadrado	-	1237
2	Qui-Quadrado	-	1247
3	Qui-Quadrado	-	1257
4	Qui-Quadrado	Análise de Regressão	1250
5	Qui-Quadrado	Análise de Regressão	1273
6	Qui-Quadrado	Análise de Regressão	1255
7	Qui-Quadrado	Análise de Regressão	1224
8	Qui-Quadrado	Análise de Regressão	1251
9	Qui-Quadrado	Análise de Regressão	1222
10	-	Análise de Regressão	1261
11	-	Análise de Regressão	1227
12	-	Análise de Regressão	1246
13	-	Análise de Regressão	1218
14	-	Análise de Regressão	1234
15	-	Análise de Regressão	1243
16	-	Análise de Regressão	1237
17	-	Análise de Regressão	1240
18	-	Análise de Regressão	1253
19	-	Análise de Regressão	1249
20	-	Análise de Regressão	1207

Fonte: AUTOR, 2022.

Tabela 10 - Resultados da inspeção visual de cada panela da corrida B.

# Panela	Ferramenta estatística	Qnt. Peças com inclusão
1	DOE	5
2	DOE	14
3	DOE	2
4	DOE	3
5	DOE	0
6	DOE	0
7	DOE	11
8	DOE	2
9	DOE	1
10	DOE	1
11	DOE	9
12	DOE	6
13	DOE	1
14	DOE	11
15	DOE	4
16	DOE	1
17	DOE	8
18	DOE	8

Fonte: AUTOR, 2022.

4.2.2 - Qui-quadrado

O resultado do teste do Qui-Quadrado está representado nas Tabelas 11 e 12. Os resultados obtidos pelas panelas 1 a 9 da Corrida A apresentaram valor-p menor que 0,05 (Tabela 12), isto indica que a ocorrência da inclusão metálica na face lateral dos anéis está associada com a quantidade de inoculante. Observando os resultados para a variável categórica “Quantidade de peças com inclusão” na Tabela 11, esperava-se (Contagem esperada) a ocorrência de 29 peças com inclusão para as panelas que não tiveram nenhuma adição de inoculante (Sem inoculante), entretanto nenhuma peça apresentou tal defeito. Para as panelas em que houve a adição de 700g de inoculante a contribuição do fator para o Qui-Quadrado foi maior que as demais nas duas variáveis categóricas “Quantidade de peças sem inclusão” e “Quantidade de peças com inclusão”.

Tabela 11 – Resultados do teste do Qui-quadrado para associação.

Condição	350 g de Inoculante	700 g de Inoculante	Sem Inoculante	Todos
Ont Pecas sem Inclusão				
<i>Contagem</i>	3778	3697	3741	11216
<i>Contagem esperada</i>	3758,2	3746,3	3711,5	
<i>Contribuição para Qui-Quadrado</i>	0,105	0,648	0,234	
Ont Pecas com Inclusão				
<i>Contagem</i>	10	79	0	89
<i>Contagem esperada</i>	29	29	29	
<i>Contribuição para Qui-Quadrado</i>	13,175	81,671	29,451	
Todos	3788	3776	3741	11305

Fonte: AUTOR, 2022.

Tabela 12 – Resultados do Qui-quadrado.

	Qui-Quadrado	GL	Valor-p
Pearson	125,283	2	0,000
Razão de verossimilhança	133,563	2	0,000

Fonte: AUTOR, 2022.

4.2.3 - Análise de Regressão

A Tabela 13 e a Figura 40 trazem os resultados da análise de regressão linear realizada com os resultados obtidos das painéis 4 a 20 da corrida A, entre as variáveis “Quantidade de peças com inclusão” e “Quantidade de Inoculante”. Analisando os resultados da regressão linear mesmo apresentando um R-quadrado (R^2) de 84,7% (Figura 40), a reta traçada não possui um bom ajuste em relação aos pontos. Para otimizar o modelo um novo termo deve ser incluso na regressão.

Tabela 13 - Análise de variância da regressão linear.

Fonte	GL	SQ	QM	F	P
Regressão	1	1207,19	1207,19	83,16	0,000
Erro	15	217,75	14,52		
Total	16	1424,94			

Fonte: AUTOR, 2022.

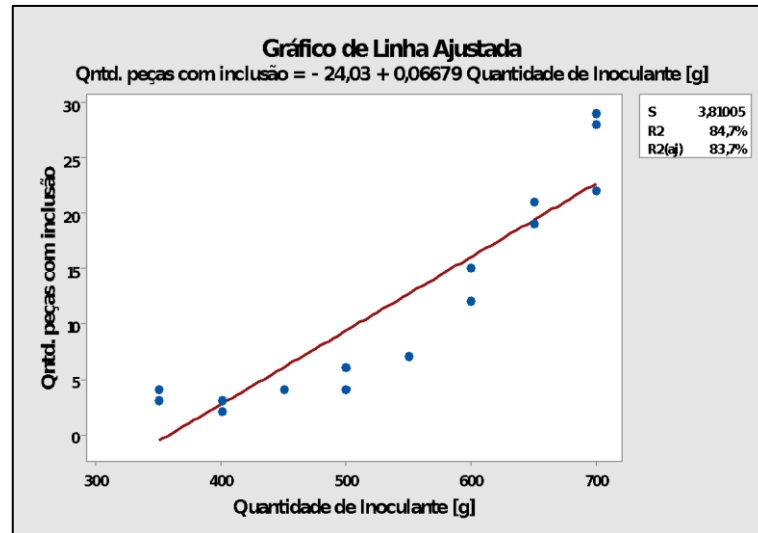


Figura 40 - Resultados da Regressão Linear (Fonte: AUTOR, 2022).

A Tabela 14 e a Figura 41 trazem os resultados da análise de regressão polinomial quadrática realizada com os resultados obtidos das painéis 4 a 20 da corrida A, entre as variáveis “Quantidade de peças com inclusão” e “Quantidade de Inoculante”.

Tabela 14 - Análise de variância da regressão polinomial quadrática.

Fonte	GL	SQ	QM	F	P
Regressão	2	1381,43	690,717	222,26	0,000
Erro	14	43,51	3,108		
Total	16	1424,94			

Fonte: AUTOR, 2022.

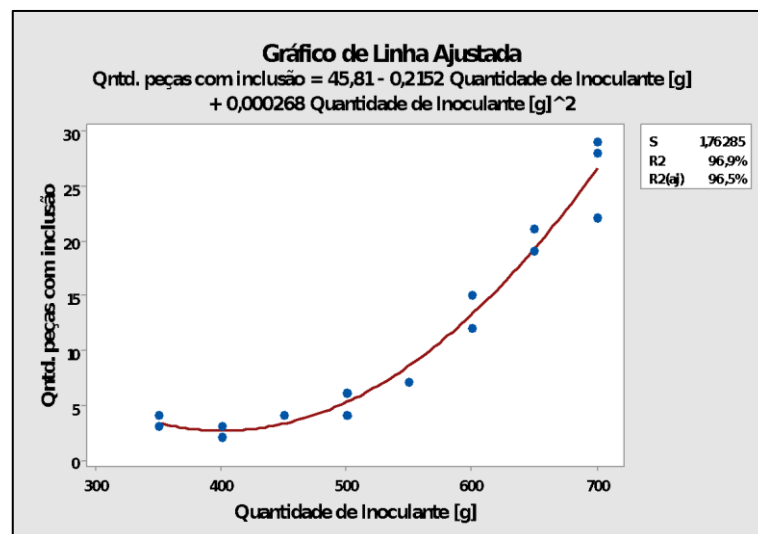


Figura 41 - Resultados da Regressão Polinomial Quadrática (Fonte: AUTOR, 2022).

Em ambas as análises de regressão foram possíveis observar que a Quantidade de peças com inclusão aumenta ao mesmo tempo em que a Quantidade de inoculante adicionado no banho também aumenta. O R-quadrado (R²) obtido pelo modelo linear no valor de 84,7% já caracteriza uma boa correlação entre as duas variáveis, por outro lado o modelo polinomial se mostrou melhor apresentando um R² igual a 96,9%. Conforme a literatura revisada (seção 2.4.3 – A Estatística do R²), sempre é possível melhorar um modelo adicionando termos no mesmo, porém isto implica em maior complexidade e em um custo maior de implementação e controle. A escolha entre os dois modelos é realizada comparando os valores da média quadrática (QM) do Erro entre os modelos, neste caso como a média quadrática do erro do modelo polinomial (3,108) é menor que do modelo linear (14,52), este modelo polinomial quadrático é a melhor opção de regressão.

4.2.4 - DOE

O DOE estabelecido ajuda no aprofundamento da análise, buscando o entendimento dos efeitos das variáveis existentes no método de inoculação adotado pela empresa. Os resultados da matriz de experimentos estão representados Tabela 15.

Tabela 15 - Matriz de experimentos fatorial completo 2³ para a corrida B.

# Painela	Granulometria [mm]	Quantidade de Inoculante [g]	Peso de metal na painela [kg]	Ordem do experimento	Qnt. Peças com inclusão
1	Maior que 4 mm	350 g	0 kg	16	5
2	Maior que 4 mm	700 g	100 kg	7	14
3	Menor ou igual a 4 mm	350 g	100 kg	1	2
4	Menor ou igual a 4 mm	700 g	100 kg	8	3
5	Menor ou igual a 4 mm	350 g	0 kg	2	0
6	Menor ou igual a 4 mm	525 g	50kg	18	0
7	Maior que 4 mm	700 g	100 kg	9	11
8	Menor ou igual a 4 mm	700 g	100 kg	14	2
9	Menor ou igual a 4 mm	700 g	0 kg	4	1
10	Menor ou igual a 4 mm	350 g	100 kg	11	1
11	Maior que 4 mm	700 g	0 kg	15	9
12	Maior que 4 mm	350 g	100 kg	12	6
13	Menor ou igual a 4 mm	700 g	0 kg	5	1
14	Maior que 4 mm	700 g	0 kg	6	11
15	Maior que 4 mm	350 g	100 kg	17	4
16	Menor ou igual a 4 mm	350 g	0 kg	3	1
17	Maior que 4 mm	525 g	50kg	10	8
18	Maior que 4 mm	350 g	0 kg	13	8

Fonte: AUTOR, 2022.

As Tabelas 16 e 17 apresentam os resultados do DOE sem interação entre os fatores.

Tabela 16 - Análise de variância do DOE sem interação entre os fatores.

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	3	276,847	92,282	27,11	0,000
Linear	3	276,847	92,282	27,11	0,000
Granulometria [mm]	1	234,722	234,722	68,96	0,000
Quantidade de Inoculante [g]	1	39,063	39,063	11,48	0,004
Peso de metal na panela [kg]	1	3,062	3,062	0,90	0,359
Erro	14	47,653	3,404		
Curvatura	1	1,562	1,562	0,44	0,518
Falta de ajuste	5	31,590	6,318	3,49	0,057
Erro Puro	8	14,500	1,813		
Total	17	324,500			

Fonte: AUTOR, 2022.

Tabela 17 - Sumário do modelo sem interação entre os fatores.

S	R2	R2(aj)	R2(pred)
1,8449 3	85,32%	82,17%	75,07%

Fonte: AUTOR, 2022.

Os fatores “Granulometria” e “Quantidade de Inoculante” apresentam valor-p menor que 0,05 (Tabela 16) indicando que estes são estatisticamente significativos e contribuem mais para a ocorrência de inclusões em anéis de ferro fundido cinzento, ao ponto que o “Peso de metal na panela” não é estatisticamente significativo. O modelo apresentou um bom resultado com R-quadrado de 85,32% (Tabela 17). A Figura 42 representa os resultados de forma gráfica.

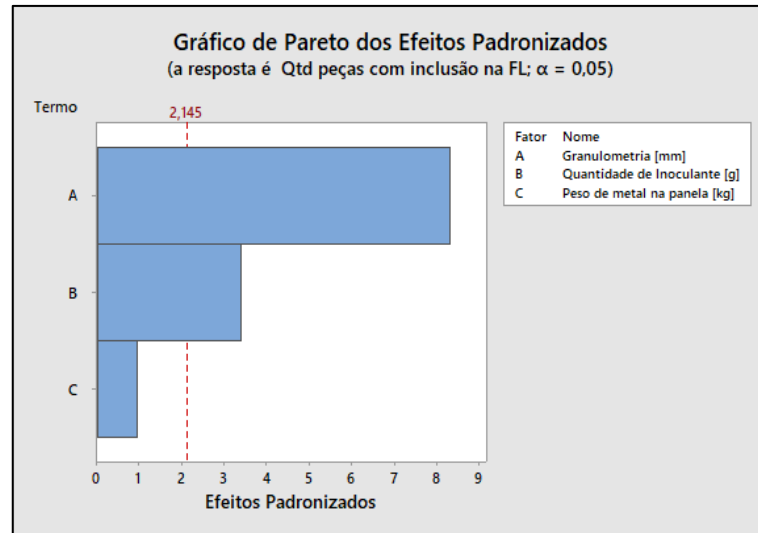


Figura 42 - Representação gráfica dos resultados do experimento fatorial sem interação entre os fatores (Fonte: AUTOR, 2022).

O resultado obtido com a análise do experimento fatorial sem interação entre os fatores já indica que o método de inoculação adotado pela empresa é fortemente afetado pela quantidade de inoculante adicionado e sua granulometria. Assim como no caso da regressão, o modelo pode ser melhorado adotando a interação de segunda ordem entre os fatores. O resultado da interação entre os fatores está representado nas Tabelas 18 e 19. Conforme esperado a interação entre os fatores melhora a correlação reduzindo o erro do modelo e aumentando o R². Com um modelo ajustado é possível obter uma melhor predição para as próximas observações, neste caso o R²(pred) apresentou um valor de 85,50% (Tabela 19).

Tabela 18 - Análise de variância do DOE com interação entre os fatores.

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)
Modelo	5	304,472	60,894
Linear	3	276,847	92,282
Granulometria [mm]	1	234,722	234,722
Quantidade de Inoculante [g]	1	39,063	39,063
Peso de metal na panela [kg]	1	3,062	3,062
Interações de 2 fatores	2	27,625	13,813
Granulometria [mm]*Quantidade de Inoculante [g]	1	22,563	22,563
Quantidade de Inoculante [g]*Peso de metal na panela [kg]	1	5,062	5,062
Erro	12	20,028	1,669
Curvatura	1	1,562	1,562
Falta de ajuste	3	3,965	1,322
Erro Puro	8	14,500	1,812
Total	17	324,500	

Fonte: AUTOR, 2022.

Tabela 19 - Sumário do modelo com interação entre os fatores.

S	R2	R2(aj)	R2(pred)
1,2918 9	93,83%	91,26%	85,50%

Fonte: AUTOR, 2022.

Como observado, quando os fatores “Granulometria” e “Quantidade de Inoculante” estão combinados o valor-p apresentado é menor que 0,05 (Tabela 18) indicando que a influência destes dois fatores na ocorrência de anéis com inclusão é estatisticamente significativa. Por outro lado, isto não pode ser observado quanto duas variáveis contínuas, “Quantidade de Inoculante” e “Peso de metal na panela” estão combinadas, esta combinação de fatores apresentou valor-p maior que 0,05 (Tabela 18).

No gráfico de pareto representado pela Figura 43, observa-se que a granulometria por si só ainda possui maior influência na ocorrência de peças com inclusão, mesmo quando combinada com outro fator, o mesmo foi observado por Fesenko Fesenko (2020).

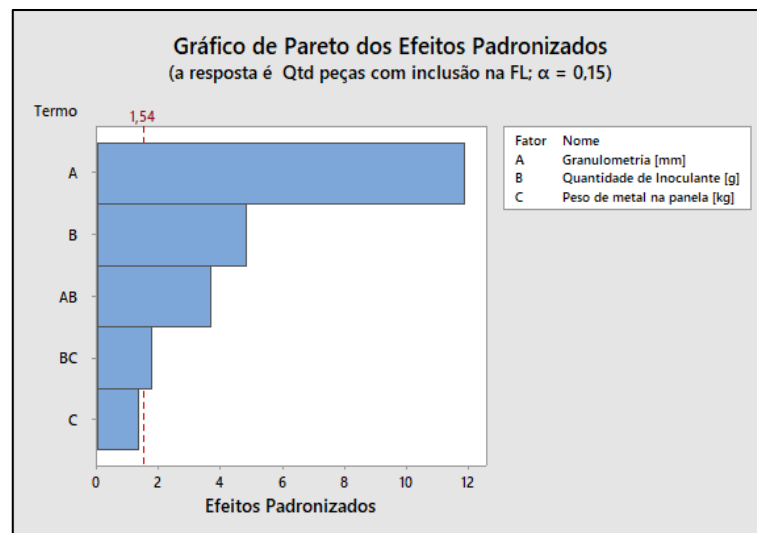


Figura 43 - Representação gráfica do resultado do experimento fatorial com interação entre os fatores (Fonte: AUTOR, 2022).

Entre os fatores utilizados pelo DOE, há somente duas variáveis contínuas sendo elas: Quantidade de Inoculante e Peso de Metal na Panela. As Figuras 44 e 45 representam de forma gráfica a probabilidade de ocorrência de peças com inclusão quando estas variáveis

estão combinadas com a granulometria menor ou igual a 4 mm (Figura 44) e com a granulometria maior que 4 mm (Figura 45).

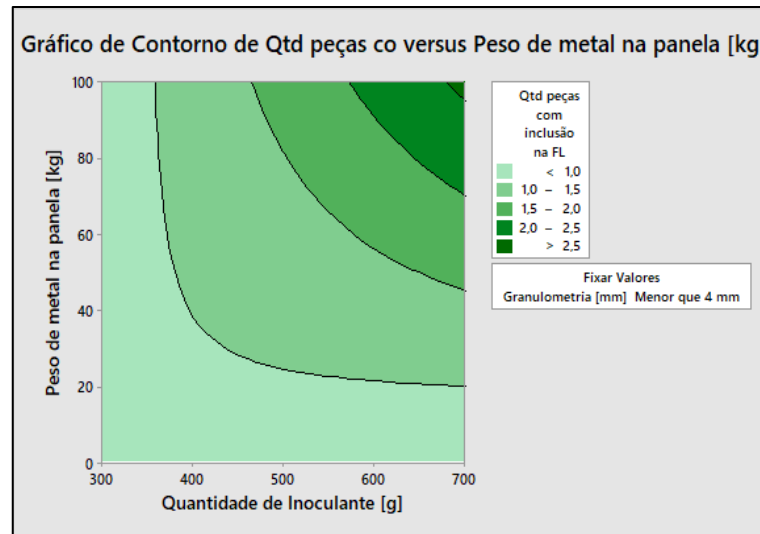


Figura 44 - Ocorrência de peças com inclusão na face lateral em função da “Quantidade de Inoculante” e “Peso de metal na panela” para uma granulometria menor ou igual a 4 mm (Fonte: AUTOR, 2022).

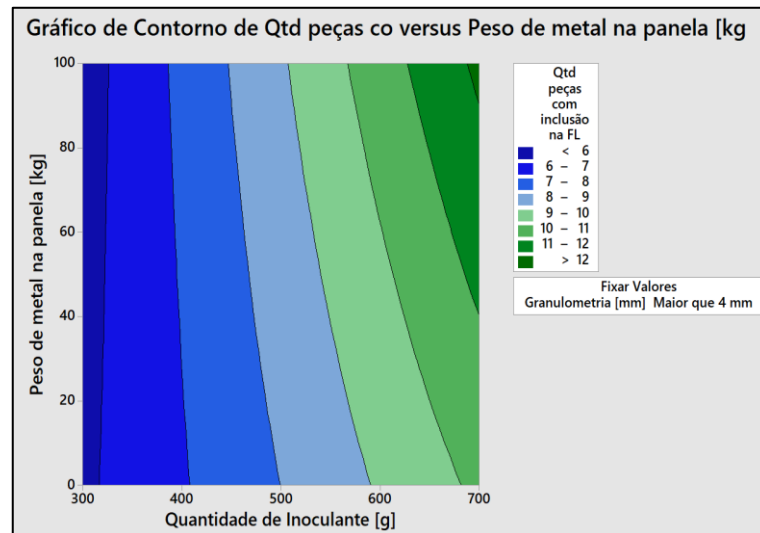


Figura 45 - Ocorrência de peças com inclusão na face lateral em função da “Quantidade de Inoculante” e “Peso de metal na panela” para uma granulometria maior que 4 mm (Fonte: AUTOR, 2022).

4.3 – Otimização de respostas

A otimização de respostas foi utilizada para determinar as configurações ideais para os preditores, dado os parâmetros especificados no experimento. O alvo definido para a quantidade de peças com inclusão é zero, sendo que a meta é minimizar a ocorrência do

defeito. As variáveis “Granulometria”, “Quantidade de inoculante” e “Peso de metal na panela” variam entre as condições mínimas e máximas recomendadas pelo processo de manufatura de anéis de pistão de ferro fundido cinzento (Tabela 20). A otimização de resposta baseada no experimento fatorial realizado está representada na Tabela 21.

Tabela 20 - Amplitudes de variáveis na otimização de resposta.

Variável	Valores
Granulometria [mm]	Menor que 4 mm; Maior que 4 mm
Quantidade de Inoculante [g]	(350; 450)
Peso de metal na panela [kg]	(0; 100)

Fonte: AUTOR, 2022.

Tabela 21 - Solução indicada pela Otimização de Respostas.

Solução	Granulometria [mm]	Quantidade de Inoculante [g]	Peso de metal na panela [kg]	Qtd peças com inclusão na FL Ajuste	Desirability Composta
1	Menor ou igual a 4 mm	450	0	0,83	0,940600

Fonte: AUTOR, 2022.

A solução obtida com a otimização de resposta indica que para as condições de granulometria menor ou igual a quatro milímetros, quantidade de inoculante de 450g sendo adicionada com a panela vazia (peso de metal na panela igual a zero), a quantidade média de peças com inclusão obtida em cada panela será de 0,83 peças, neste caso deve-se arredondar o valor para o número inteiro mais próximo, sendo igual a 1,00. Esta quantidade média de peças com inclusão pode oscilar entre 0 e 2 peças com 95% de confiança (Tabela 22).

Tabela 22 - Predição de múltiplas respostas.

Resposta	Ajuste	EP do Ajustado	IC de 95%	IP de 95%
Qtd peças com inclusão na FL	0,83	0,556	(-0,380; 2,043)	(-2,233; 3,896)

Fonte: AUTOR, 2022.

As Figuras 46 e 47 apresentam os gráficos de otimização de respostas, estes gráficos mostram como as variáveis afetam as respostas previstas.

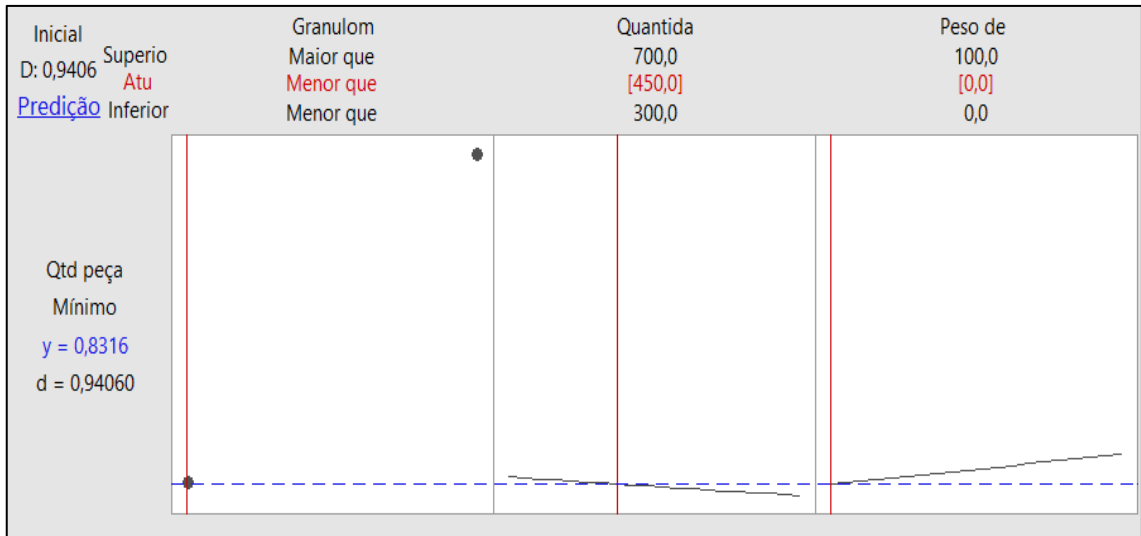


Figura 46 - Gráfico de otimização apresentando a solução com melhor desejabilidade para o experimento fatorial usando a granulometria menor ou igual a 4 mm. (Fonte: AUTOR, 2022).

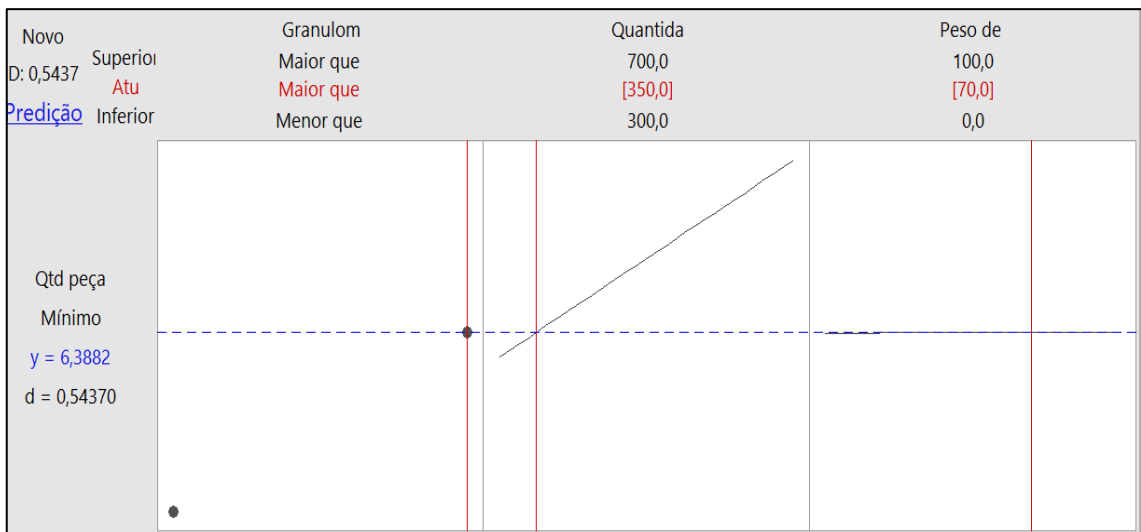


Figura 47 - Gráfico de otimização apresentando a solução com melhor desejabilidade para o experimento fatorial usando a granulometria maior que 4 mm. (Fonte: AUTOR, 2022).

A quantidade de inoculante e a granulometria, além de possuírem simultaneamente influência na ocorrência de inclusões, também possuem influência nas propriedades mecânicas, especificamente dureza dos ferros fundidos (ARAÚJO, 2020; FESENKO FESENKO, 2020).

5 - CONCLUSÃO

Com os resultados apresentados pelos métodos estatísticos Qui-Quadrado, Análise de Regressão e DOE é possível confirmar que a ocorrência de inclusões de silício em anéis de pistão de ferro fundido cinzento está associada com a adição de inoculantes durante o processo de fundição.

Durante o estudo da influência das variáveis do processo de inoculação, os fatores Granulometria e Quantidade de Inoculante apresentaram maior influência na ocorrência do defeito, os estudos apresentaram que o defeito tende a ocorrer com maior frequência em anéis de ferro fundido cinzento que tiveram adicionados durante o vazamento inoculantes de tamanho maior que 4,00 mm e que quanto mais inoculante se adiciona no vazamento maior é a taxa da ocorrência do defeito por peças produzidas.

De acordo com o modelo de Otimização de Respostas a melhor condição para o tratamento de inoculação de anéis de pistão de ferro fundido cinzento para a empresa se dá na adição de inoculantes no fundo da panela com tamanho menor que 4,00 mm e quantidade de 450 g. Este método proposto está associado com o tempo mínimo para total dissolução do inoculante no metal líquido, quanto maior sua granulometria e quantidade, maior o tempo necessário para completa dissolução e conseqüentemente a probabilidade de obter uma peça com inclusão de silício aumenta.

A microestrutura das amostras obtidas não apresentou desvios em relação às especificações do material quando houve a adição do inoculante. As amostras que obtiveram um excesso de nucleação apresentaram em sua maioria uma microestrutura refinada e as amostras com baixa nucleação, no caso nula, apresentaram uma microestrutura coquilhada isenta de grafita com carbonetos maciços. Na região da inclusão metálica foi possível observar a presença de trincas nos contornos do defeito e uma matriz mais dura no substrato da inclusão metálica. As micrografias obtidas através do MEV indicaram que o tempo de dissolução, representado pelo momento de adição do inoculante na panela, altera as características físicas da inclusão, foi possível observar que quando o inoculante é adicionado antes do vazamento do metal para a panela (0 kg de metal na panela) inicia-se a precipitação de grafitas em uma matriz rica em ferro e silício, e em uma situação oposta, ou seja, quando o inoculante é adicionado sob o metal na panela (100 kg de metal na panela) as características físicas e químicas da inclusão se assemelham com as características do inoculante.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ISO 6621-1. **Motores de Combustão Interna: Anéis de Pistão – Parte 1: Vocabulário** – Rio de Janeiro: ABNT NBR ISO 6621-1:2009 - 1ª Ed., 29p. 2009.
- ISO 6621-3. **Motores de Combustão Interna: Anéis de Pistão – Parte 3: Especificações de Material** – Rio de Janeiro: ABNT NBR ISO 6621-3:2009 - 1ª Ed., 2009.
- ANFAVEA. Séries mensais, a partir de janeiro/1957, de autoveículos por segmento (automóveis, comerciais leves, caminhões, ônibus, total) de produção; licenciamento de nacionais, importados e total; exportações em unidades. Séries históricas, 2020. Disponível em: <https://anfavea.com.br/site/edicoes-em-excel/>. Acesso em: 10 jul. de 2020.
- ANTONY, J.; KATE, M. & FRANGOU, A. – A strategic methodology to the use of advanced statistical quality improvement techniques. **The TQM Magazine**, ISSN 0954-478x, v.10, n.3, p.169-176., 1998.
- ARAÚJO, M.B., **Determinação da Influência da Granulometria e da Composição Química do Inoculante Utilizado da Produção de Ferro Fundido Cinzento**. 2020. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciências Mecânicas) – Universidade Federal de Santa Catarina, Joinville, 2020.
- ASM HANDBOOK. Volume 15 **Casting**. 9 ed., J.H. Perepezko, ASM International, 1988, p.212-217.
- ASM HANDBOOK, Volume 1A, **Cast Iron Science and Technology**, D.M. Stefanescu, ASM International 2017. p. 31-45.
- ASTM A247-16a. **Standard Test Method for Evaluating the Microstructure of Graphite in Iron Castings**, ASTM International, West Conshohocken. 13p. 2016.
- CAMPBELL, M.J. **Statistics at Square One**, 9th edition. Londres: BMJ Books, 1997. 106p.
- CHANG, Y.A.; OATES, W.A., **Materials Thermodynamics**, 1ªed., Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 2010. 320 p.
- CHAVES FILHO, L.M.; PIESKE, A.; CASTRO, C.P.; **Avaliação do comportamento de alguns inoculantes para ferros fundidos cinzentos**. Joinville: Sociedade Educacional Tupy, 1975.
- CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos**. 7ª edição. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, 2008. 600 p.
- COLEMAN, D.E.; MONTGOMERY D.C.; A Systematic Approach to Planning for a Designed Industrial Experiment.” **Technometrics**, vol. 35, no. 1, Taylor & Francis, Ltd., American Statistical Association, American Society for Quality, p. 1–12, 1993.
- COLPAERT, H. **Metalurgia dos Produtos Siderúrgicos Comuns**, 4ª edição, Capítulo 17. São Paulo: Editora Blucher, p.549-614. 2008.
- COSTA NETO, P.L.O., **Estatística**, São Paulo: Edgard Blucher Ltda., 1977.

COX, D.R.; REID, N. – **The Theory of the Design of Experiments**, 1 ed., Nova Iorque: Chapman e Hall, 2000. 314 p.

DERRINGER G.; SUICH R. Simultaneous Optimization of Several Response Variables, **Journal of Quality Technology**, Londres. vol. 12:4, p.214-219, 1980.

DEVOR, R. E.; CHANG, T.; SUTHERLAND, J.W., **Statistical Quality Design and Control: Contemporary Concepts and Methods**, Cap. 15-20, New Jersey: Prentice Hall, Inc., 1992. p. 503-744.

ELLIOT, R., **Cast iron technology**. 1ª edição, Londres: Butterworths, 1988. – 244p.

ELORZ, J.A.P.S.; GONZALEZ, D.F.; VERDEJA, L.F., **Physical Metallurgy of Cast Irons**. 1 ed., Cham: Springer, 2018. p. 343.

FESENKO, M.A.; FESENKO, A.M., In-Mould Graphitizing, Spheroidizing, and Carbide stabilizing Inoculation of Cast Iron Melt, **Progress in Physics of Metals**, ISSN: 1608-1021, v.21, p.83–101. 2020.

GOMES, J.H.F., **Análise e Otimização da Soldagem de Revestimento de Chapas de Aço Carbono Utilizando Arame Tubular Inoxidável Austenítico**. 2010. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção) – Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2010.

GUESSER, W. L. **Propriedades mecânicas dos ferros fundidos**, 1ª edição. São Paulo: Blucher, 2009.

HANSEN, T.; JONSSON, P., Some Ideas of Determining the Macro Inclusion characteristics during steelmaking. *In: ELECTRIC FURNACE CONFERENCE PROCEEDINGS*, 2001, Warrendale, PA, Iron Steel Society. 2001. p.71-81.

HORNUNG, M.J.; SAUER, E.C., **Gray Cast Iron Inoculant**, U.S. Patent No.: 4,666,516 Depósito: 21 jan. 1986. Concessão: 19 mai. 1987.

HUERTA, E.; POPOVSKI, V. - Study of Hold Time, Fade effects and Microstructure in Ductile Iron. *In: PROCEEDINGS OF THE AFS CAST IRON INOCULATION CONFERENCE*, Schaumburg, Illinois, American Foundry Society, Setembro 2005, p.29-30. 2005.

LERNER Y.S.; CRAIG, D.; AUBREY, L.; MARGARIA, T.; SICLARI, R.; Desenvolvimento de um Processo de Inoculação no Filtro, para Peças de Ferro Fundido Cinzento – **Giesserei Praxis**, Setembro 2005. Berlim. p.333 – 344. 2005.

LESLIE, W.C. - Inclusions and Mechanical Properties - **Transactions of the Iron Steel Society**, Pensilvânia. v.2, p. 1-24, 1983.

LOPER, C.R.Jr., PARK J. – On the Mechanism of the Formation of Widmanstatten Graphite in Flake Graphite Cast Irons – **Metals and Materials International**, ISSN: 1598-9623 v.9, p. 327-336, 2003.

MAHLE. **Manual Técnico: Curso MAHLE Metal Leve de Motores de Combustão Interna**, 2012. p.102–105.

MONTGOMERY, D.C., **Design and Analysis of Experiments**, 5th ed., New York: John Wiley & Sons, Inc., 2001. 684 p.

- MONTGOMERY, D.C., **Design and Analysis of Experiments**, 6th ed., Arizona: John Wiley & Sons, Inc., 2005. 757p.
- MONTGOMERY, D.C., **Design and Analysis of Experiments**, 3th ed., New York: John Wiley & Sons, Inc., 1991. 629 p.
- MONTGOMERY, D.C; RUNGER, G.C., **Applied Statistics and Probability for Engineers**, 2nd ed., New York: John Wiley & Sons, Inc., 1999. 587p.
- MORROGH, H –The solidification of cast iron and interpretation of results obtained from chilled test pieces. **The British Foundryman**, West Bromwich, v.53, n.5, p.221-242, 1960.
- NASCIMENTO, D.; SANTANA, P.I., **Ferros Fundidos Cinzento e Branco** – 1^a edição – Joinville – Escola Técnica Tupy, 2016.
- ONSOIEN, M.I.; GRONG, O.; SKALAND, T.; JORGENSEN, K.; Mechanisms of Graphite Formation in Ductile Cast Iron Containing Rare Earth Metals, **Materials Science and Technology**, Março 1999, Londres. vol.15, p. 253-259,1999.
- OTOBONI, J. A conta não fecha: Recalls crescem mais do que o número de carros. **Veja**, São Paulo, 16 jan. 2013. Economia. Disponível em: <https://veja.abril.com.br/economia/a-conta-nao-fecha-recalls-crescem-mais-do-que-numero-de-carros/>. Acesso em: 28 nov. de 2021.
- PAIVA, A. P. DE., **Metodologia de Superfície de Resposta e Análise de Componentes Principais em Otimização de Processos de Manufatura com Múltiplas Respostas Correlacionadas**, 2006. 257f. Tese (Doutorado em Engenharia de Produção) – Instituto de Engenharia de Produção e Gestão, Universidade Federal de Itajubá. Itajubá. 2006.
- POPOVSKI, P.E.; Determining the Optimum Level of Inoculant Addition by Thermal Analysis – A case Study. **Elkem Technical Information Sheets**, Elkem Foundry Products, Kristiansand, Norway, 2004.
- RIVERA, G.L.; BOERI, R.E.; SIKORA, J.A.; - **Solidification of gray cast iron**, Vol.50, Issue 3, ISSN: 1359-6462. Scripta Materialia, V.50. p.331-335. 2004.
- RUMSEY, D., **Estatística II para leigos**. Rio de Janeiro: Alta Books, 2014. p.408.
- SANTOS, A.B.S.; BRANCO, C.H.C., **Metalurgia dos Ferros Fundidos Cinzentos e Nodulares**. 3 ed., São Paulo: Instituto de Pesquisas Tecnológicas, 1989. 205 p.
- STRAFFELINI, G. – Ductility of materials with ferritic matrix. **Materials Science Engineering**, ISSN: 0921-5093. A 342, p. 251-257, 2003.
- WALTON, C. F.; OPAR, T. J., **Iron Casting HANDBOOK**. Local: Iron Casting Society, Inc., 1981. p.212.
- WANG, J.; WAN, W. Application of desirability function based on neural network for optimizing biohydrogen production process, **International Journal of Hydrogen Energy**, ISSN: 0360-3199, v. 34, p. 1253-1259. 2009.
- YANXIANG, L.; QIANG, W. - Intelligent Evaluation of Melt Iron Quality by Pattern Recognition of Thermal Analysis Cooling Curves - **Journal of Materials Processing Technology** ISSN: 0924-0136, v.161 p.430 - 434, 2005.

ZHANG L., THOMAS B.G., Inclusions in Continuous Casting of Steel, *In: XXIV NATIONAL STEELMAKING SYMPOSIUM*, Conference Proceedings, Morelia, Mich, Mexico, 26-28, Nov.2003, p. 138-183. 2003