

CÁLCULO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE CARBONETOS E ANÁLISE MORFOLÓGICA EM UMA LIGA DE FERRO FUNDIDO BRANCO ALTO CROMO COM E SEM ADIÇÃO DE NIÓBIO USANDO IMAGE J

Filipe Augusto Valentins Araújo¹; William Douglas Rocha ²; Anderson Edson da Silva³; Ismael Nogueira Rabelo de Melo⁴

¹ *Graduando em Engenharia de Controle e Automação, Instituto Federal de Minas Gerais – Campus Ibitié*

² *Graduado em Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais.*

³ *Departamento de Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais.*

⁴ *Instituto Federal de Minas Gerais – Campus Ibitié.*

RESUMO

O ferro fundido alto cromo (FFAC) é muito utilizado em aplicações que requerem alta dureza e resistência ao desgaste abrasivo, como por exemplo, no setor de mineração. Para melhorar a característica de resistência ao desgaste abrasivo, vários parâmetros de uma liga podem ser alterados, como a composição química, condições de fusão e tratamento térmico. Tais condições podem provocar alteração na microestrutura como o refinamento da microestrutura, e alterações na fração volumétrica de carbonetos (FVC). Dessa forma, o presente trabalho tem como intuito propor uma metodologia para avaliação da FVC e morfologia dos carbonetos (área, perímetro e circularidade) com a utilização do software de imagem ImageJ. A partir dessa metodologia, os resultados obtidos foram utilizados para avaliar o refinamento de uma liga de FFAC após a adição de nióbio como elemento de liga. Os resultados mostram que a adição de nióbio como elemento de liga no FFAC contribuiu para uma liga com uma maior quantidade de carbonetos, com tamanho reduzido, o tamanho dos carbonetos foi mais homogêneo em relação a liga sem adição de nióbio e sua forma não foi alterada.

Palavras-chave: Ferro Fundido Alto Cromo; Caracterização; Nióbio; ImageJ

INTRODUÇÃO:

O ferro fundido alto cromo (FFAC) é comumente utilizado em aplicações industriais onde se faz necessária alta resistência à abrasão e corrosão e capacidade de suportar impactos moderados. Desde sua criação, há uma constante busca pela compreensão da relação entre a liga, o processamento e suas propriedades, levando a evolução de várias gerações do FFAC. A adição de nióbio no FFAC vem apresentando bons resultados quanto a resistência ao desgaste, e somada à crescente demanda por materiais que precisam dessa característica, há um interesse por novas pesquisas na área. Dentre os tipos de desgaste, o desgaste abrasivo se destaca em vários campos de atuação, como siderúrgica, mineração, petroquímica, etc (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017). Dessa forma, ele vem sendo campo de estudo de diversos trabalhos objetivando redução de custos, aumento de resistência e qualidade de processo. Somando-se esses fatores à grande aplicabilidade do FFAC, este vem sendo sistematicamente aperfeiçoado de acordo com a aplicação, ajustando-se propriedades como microdureza da matriz, quantidade e distribuição de carbonetos e adição de elementos formadores de carbonetos (PENAGOS et al., 2017).

Algumas características importantes desse material, como a dureza, criam obstáculos em seu processamento. Como exemplo, podemos citar a fragilidade e a usinabilidade problemática. Além disso, há uma ausência de dados na literatura sobre a usinabilidade dos FFAC, sobretudo na condição de endurecido, existindo uma necessidade de estabelecer parâmetros e condições de corte para usinagem da liga (SILVA et al., 2020).

Muitos materiais expostos ao desgaste abrasivo normalmente contêm fases duras em uma matriz, de menor dureza. Essas microestruturas podem ser desenvolvidas durante o processo de fabricação do material. Nos FFAC por exemplo, os carbonetos NbC e o M7C3 exercem papéis importantes como constituintes deste material (HUTCHINGS, 2016).

Para avaliar a influência do refinamento da microestrutura na resistência ao desgaste abrasivo, HUTCHINGS e SHIPWAY (2017) destacam a importância de dois fatores: o tamanho relativo da zona de contato da partícula abrasiva com o material e o tamanho das regiões da fase dura. Dentro do campo da Engenharia de Materiais, determinar o tamanho de grãos e fração volumétrica de fases pode ser uma atividade importante e complexa, geralmente suscetíveis a erros de operação. Como consequência, o uso de programas computacionais para análise de imagens vem sendo cada vez mais empregados nessa tarefa, minimizando erros e diminuindo o tempo de execução da atividade. Em meio a diversos programas disponíveis atualmente, o ImageJ tem se destacado (MARCOMINI; SOUZA, 2011).

METODOLOGIA:

Para este trabalho foram utilizadas duas ligas de FFBC, uma com adição de nióbio e outra sem adição. Para a fusão foi utilizado um forno a indução e moldes confeccionados de areia sintética, os corpos de prova foram fundidos em corrida única, realizando uma retirada intermediária para o material sem adição nióbio. Ao restante foi adicionado o nióbio objetivando uma porcentagem de 0,5%. A matéria prima foi retirada a partir de uma liga de FFBC Classe III Tipo A. Na composição química original foi adicionado o Ferro-Nióbio comercial e os desoxidantes composto por: 0,1% de alumínio no banho e 0,3% de cálcio-silício no jarro no momento do vazamento. A Tabela 1 apresenta a liga de referência especificada pela norma ASTM A 532 (“ASTM A-532: standard specification for abrasion-resistant cast irons standard”, 2014), e as ligas fundidas, sendo a Liga A (sem adição de nióbio), identificada como 0%Nb, e a liga B (com adição de nióbio) identificada como 0,5%Nb.

Tabela 1 - Composição química das ligas fundidas em peso (%).

Liga	Classe	Tipo	C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	Cu	Nb
ASTM A532	III	A	2,0–3,3	2,0 máx	1,5 máx	2,5 máx	23,0–30,0	3,0 máx	1,2 máx	-
A	0%Nb		3,222	0,942	1,230	0,464	25,594	0,090	0,136	0,117
B	0,5%Nb		3,092	0,931	1,217	0,467	25,313	0,089	0,138	0,610

Após a solidificação e resfriamento, as amostras foram jateadas com granalha para limpeza e levadas ao forno para tratamento térmico. Foram realizados os tratamentos térmicos de recozimento, seguido de têmpera e revenimento. A temperatura de recozimento foi de 700°C por 6 horas. O resfriamento ocorreu dentro do próprio forno até que se atingisse temperatura próxima à temperatura ambiente. Para o tratamento térmico de têmpera, a temperatura foi elevada a 1050°C com manutenção de 2h e o resfriamento realizado por ventilação forçada, procedimento sugerido por Tabrett e Sare (1997)(TABRETT; SARE; GHOMASHCHI, 1996). Após o resfriamento, as amostras foram levadas novamente ao forno e passaram pelo tratamento térmico de revenimento, onde permaneceram na temperatura de 200°C por 2 horas e com resfriamento em ar.

Para o levantamento da microestrutura do material foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) marca JEOL, modelo JSM-6510 LV, equipado com Espectrômetro de Energia Dispersiva (EDS) modelo Thermo Fisher Scientific NSS 2.3.

Para este trabalho foram utilizadas 30 imagens, 15 de cada liga, geradas por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 500x utilizando amostras previamente polidas e atacadas com reativo Vilella. A quantificação dos carbonetos foi realizada com o auxílio do software ImageJ. Foi utilizada a ferramenta “Analyze particles” presente no software, foi avaliada a área, fração de área, descritores de forma e perímetro dos carbonetos presentes nas imagens. Posteriormente os dados obtidos foram submetidos a um tratamento estatístico utilizando o teste t bicaudal.

RESULTADOS E DISCUSSÕES:

A figura 01 mostra uma microscopia eletrônica de varredura antes da segmentação (a) e depois da segmentação (b) para então extração de atributos.

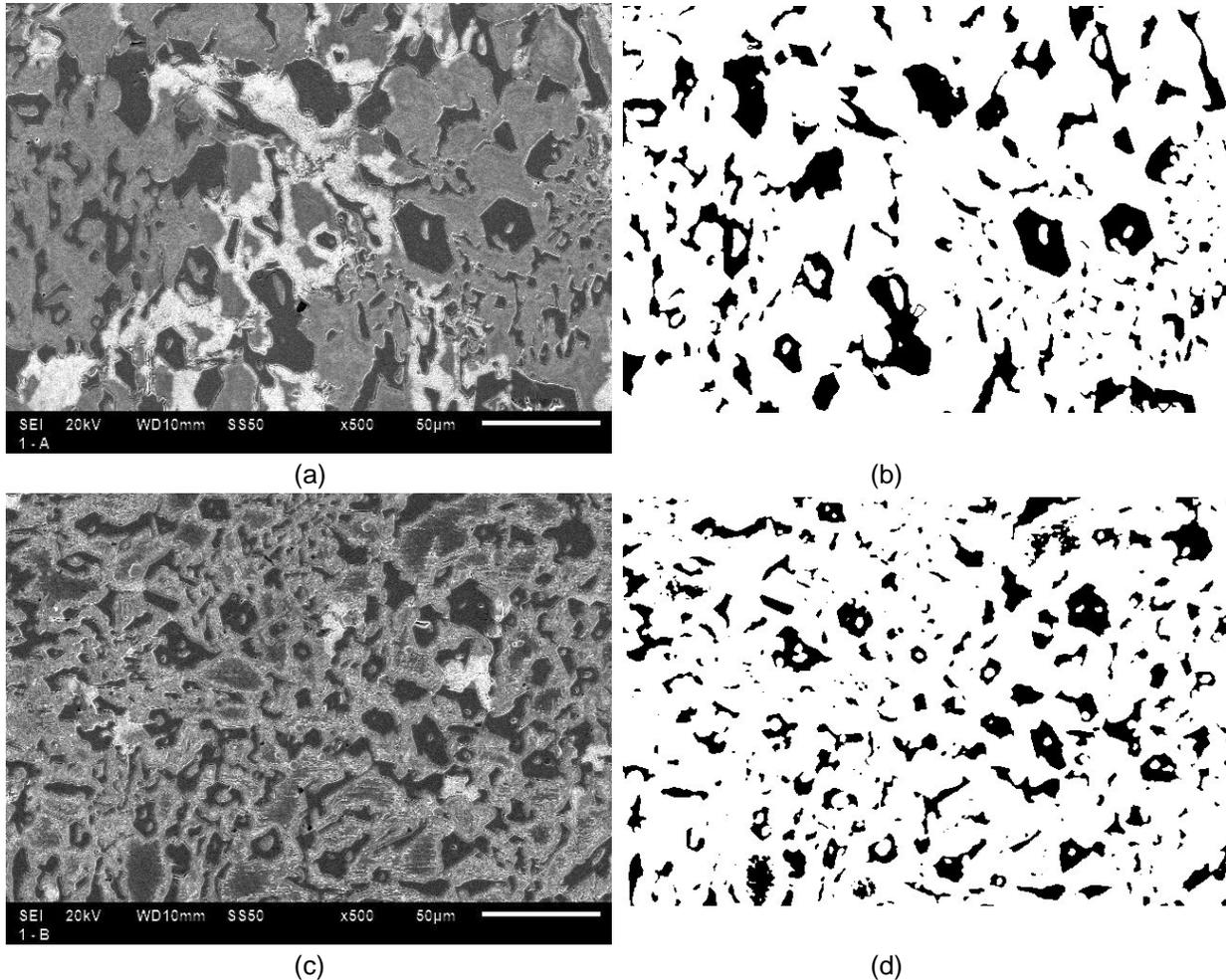


Figura 1 – Microscopias eletrônicas de varredura de ligas FFAC (a) FFAC sem nióbio antes da segmentação (b) FFAC sem nióbio segmentada (c) FFAC com nióbio antes da segmentação (d) FFAC com nióbio segmentada

A fração volumétrica de carbonetos (FVC) é média das 15 imagens de cada liga. A Figura 2 mostra o resultado obtido.

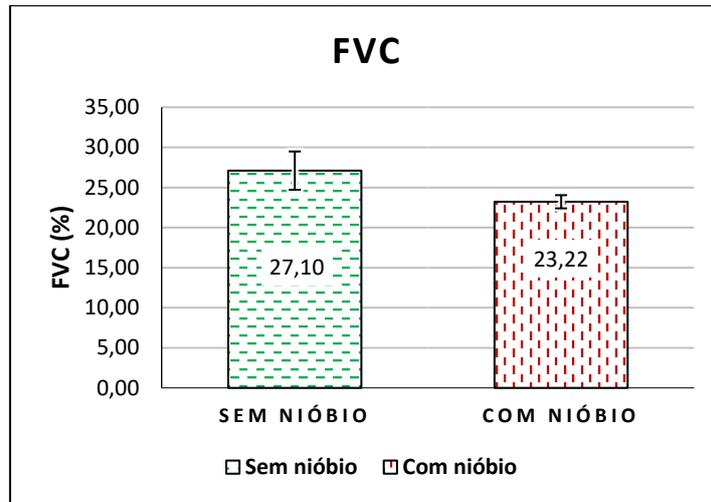


Figura 2 - FVC da liga com adição de nióbio e sem adição de nióbio

Com a adição de nióbio como elemento de liga, observa-se uma redução de aproximadamente 14% na FVC se comparada a liga sem a adição de nióbio. Para avaliação da diferença estatística dos resultados, foi realizado o teste t – Bicaudal nas FVC das amostras utilizando um grau de significância de 5%. O teste apontou que as amostras possuem dados estatisticamente diferentes. O resultado do teste t da FVC é apresentado na Tabela 2.

Análise	p-valor	α	Resultado
FVC	0,00001	0,05	Diferentes

A Figura 3 mostra o resultado da quantificação de carbonetos.

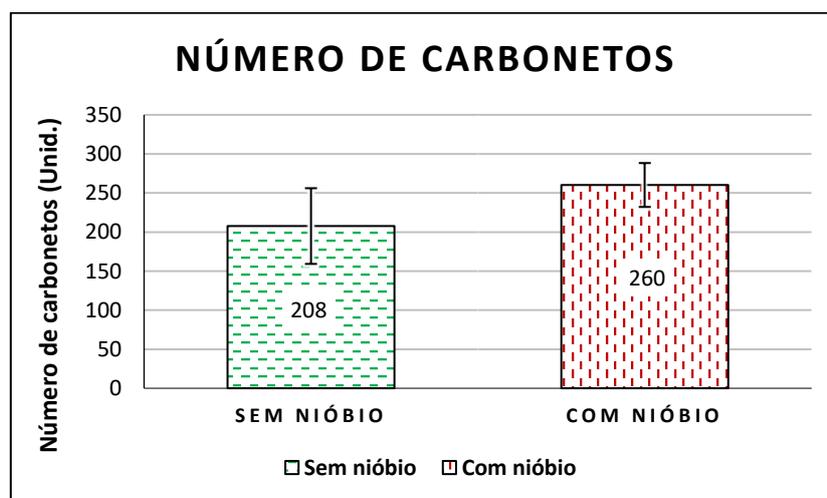


Figura 3 - Média de carbonetos em cada liga

Com a adição de nióbio como elemento de liga, observa-se um aumento de aproximadamente 25% no número médio de carbonetos se comparada a liga sem a adição de nióbio.

Para avaliação da diferença estatística dos resultados, foi realizado o teste t – Bicaudal no número de carbonetos em cada uma das amostras utilizando um grau de significância de 5%. O teste concluiu que os dados são estatisticamente diferentes. A Tabela 3 apresenta o resultado do teste:

Análise	p-valor	α	Resultado
FVC	0,006	0,05	Diferentes

Para a análise morfológica realizada neste trabalho, os carbonetos foram avaliados por três parâmetros:

- Área;
- Perímetro;
- Circularidade;

Esses três parâmetros foram calculados para cada carboneto encontrado em cada uma das 15 imagens da liga A e posteriormente da mesma forma para a liga B.

A área de cada carboneto contabilizado foi calculada, totalizando 3115 áreas distintas para a liga A e 3903 áreas para a liga B. Após a análise individualizada, foi realizado cálculo da média dessas áreas, o resultado pode ser observado na Figura 3.

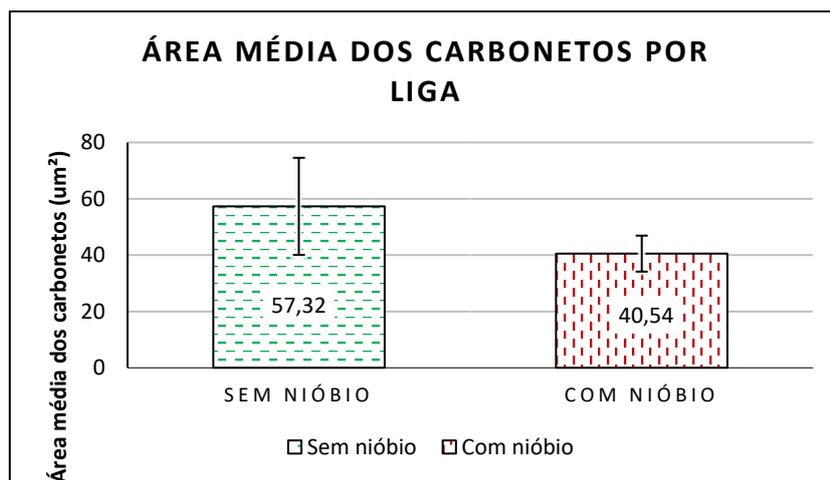


Figura 3 - Área média dos carbonetos por liga

Com a análise da Figura 3, pode-se observar que a adição de nióbio na liga acarretou uma redução de aproximadamente 29% na área média dos carbonetos.

Para aplicação do teste t, é necessário que os conjuntos de dados a serem comparados possuam o mesmo tamanho. Dessa forma, para a realização do teste t, foram calculadas as áreas médias de cada amostra e a avaliação da diferença estatística dos resultados, foi aplicado na área média dos carbonetos das ligas. A aplicação do teste t – Bicaudal realizado nas áreas médias dos carbonetos das ligas se deu com um grau de significância de 5%, apontando que os dados são estatisticamente diferentes. O resultado do teste foi registrado na Tabela 4.

Tabela 4 - Teste t para a área média de carbonetos por amostra

Análise	p-valor	A	Resultado
Área	0,001	0,05	Diferentes

O mesmo método utilizado para a análise das áreas foi aplicado aos perímetros. No total foram 3115 perímetros distintos para a liga A e 3903 perímetros para a liga B. Após a análise individualizada, foi realizado o cálculo da média desses perímetros e o resultado pode ser observado na Figura 4.

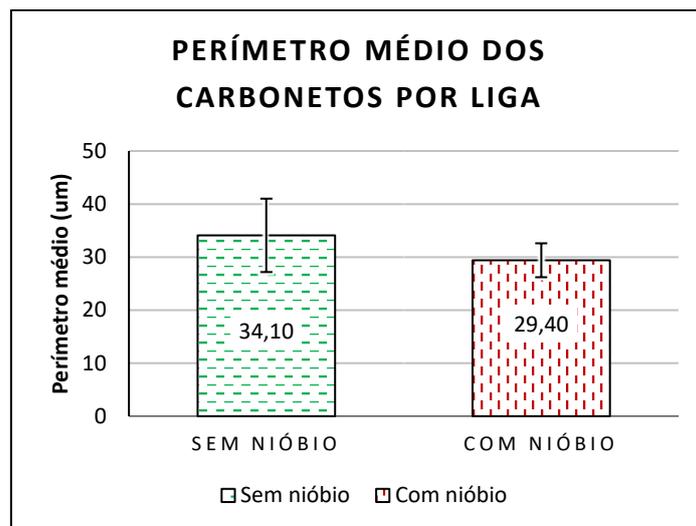


Figura 4 - Perímetro médio dos carbonetos por liga

Com a análise da Figura 25, pode-se observar que a adição de nióbio na liga acarretou uma redução de aproximadamente 15% no perímetro médio dos carbonetos. Para avaliação da diferença estatística dos resultados, foi aplicado o teste t – Bicaudal no perímetro médio dos carbonetos das ligas. Por fim, o resultado do teste t – Bicaudal utilizando um grau de significância de 5%, apontou os dados como estatisticamente diferentes. O resultado é registrado na Tabela 5.

Tabela 5 - Teste t para o perímetro médio por amostra

Análise	p-valor	α	Resultado
Perímetro	0,015	0,05	Diferentes

O último parâmetro avaliado em cada carboneto contabilizado foi a circularidade. Totalizando 3115 circularidades distintas para a liga A e 3903 para a liga B. A circularidade é uma estimativa de 0 a 1, onde 1 seria a configuração mais próxima de um círculo e 0 uma forma mais alongada. Após a análise individualizada, foi realizado cálculo da média. O resultado pode ser observado na Figura 5.

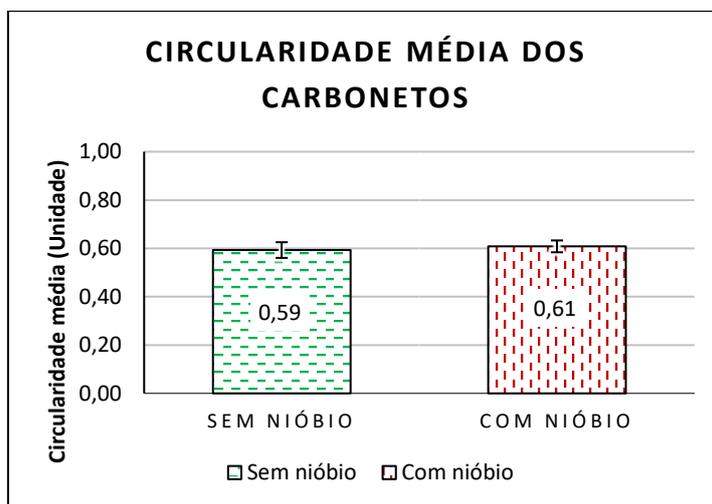


Figura 5 - Circularidade média dos carbonetos por liga

De acordo com a Figura 5, pode-se observar que a adição de nióbio na liga não acarretou variações na circularidade média dos carbonetos. Para avaliação da diferença estatística dos resultados, foi aplicado o teste t – Bicaudal na circularidade média dos carbonetos em cada amostra das ligas, conforme aplicado para as outras propriedades. Ratificando o que pode ser observado na Figura 5, o teste t – Bicaudal apontou que para os dados analisados não houve diferenças estatísticas significativas. O resultado do teste é mostrado na Tabela 6.

Tabela 6 - Teste t para a circularidade média por amostra

Análise	p-valor	α	Resultado
Perímetro	0,176	0,05	Iguais

CONCLUSÕES:

A adição de nióbio como elemento de liga no FFBC contribuiu para uma liga com um maior número de carbonetos, maior homogeneidade no tamanho dos carbonetos, e conseqüentemente na microestrutura. A microestrutura foi diretamente impactada, observou-se uma maior tendência a uniformidade alinhada a uma redução de suas áreas e perímetros. A circularidade não apresentou variações importantes. Os resultados mostram também que a adição de nióbio aumentou a quantidade de carbonetos ao passo que reduziu o tamanho médio deles.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

ASTM A-532: standard specification for abrasion-resistant cast irons standard. . West Conshohocken, PA: AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2014.

HUTCHINGS, I.; SHIPWAY, P. **Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials.** 2ª edição ed. Cambridge, MA: Butterworth-Heinemann, 2017.

MARCOMINI, R. F.; SOUZA, D. M. P. F. DE. Caracterização microestrutural de materiais cerâmicos utilizando o programa de processamento digital de imagens Image J. **Cerâmica**, v. 57, n. 341, p. 100–105, mar. 2011.

PENAGOS, J. J. et al. Synergetic effect of niobium and molybdenum on abrasion resistance of high chromium cast irons. **Wear**, v. 376–377, p. 983–992, abr. 2017.

SILVA, A. E. DA et al. Characterisation and machinability of high chromium hardened white cast iron with and without the addition of niobium. **Wear**, v. 460–461, p. 203463, 15 nov. 2020.

TABRETT, C. P.; SARE, I. R.; GHOMASHCHI, M. R. Microstructure-property relationships in high chromium white iron alloys. **International Materials Reviews**, v. 41, n. 2, p. 59–82, jan. 1996.

UNDERWOOD, E. E. Quantitative Stereology for Microstructural Analysis. Em: MCCALL, J. L.; MUELLER, W. M. (Eds.). . **Microstructural Analysis: Tools and Techniques.** Boston, MA: Springer US, 1973. p. 35–66.