

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
Escola de Engenharia  
Departamento de Metalurgia

VERIFICAÇÃO DO EFEITO DO TEOR DE ALUMÍNIO NA LINGOTABILIDADE, NA  
LIMPEZA INCLUSIONÁRIA E NO TAMANHO DE GRÃO DO AÇO DIN 38B3

**Suellen Massochin Medeiros**

Trabalho de Diplomação

Orientador: Professor Dr. Wagner Viana Bielefeldt

Porto Alegre  
2014

«Douter de tout ou tout croire,  
ce sont les deux solutions également commodes  
qui l'une et l'autre nous dispensent de réfléchir »  
Henri Poincaré

## AGRADECIMENTOS

A Deus por me dar a oportunidade de crescer profissionalmente.

A minha família pelo amor, atenção, dedicação e também pelo apoio constante aos meus estudos.

Aos meus amigos e colegas de faculdade pelo companheirismo e cooperação. Em especial, a futura engenheira Carla Volff Amavisca e a engenheira Jéssica Teixeira Grünhäuser pela grande amizade.

Ao Professor Dr. Wagner Viana Bielefeldt pela orientação e conselhos.

Ao futuro engenheiro Vinícius Cardoso da Rocha e Caroline Almeida pelo apoio e ajuda.

Ao engenheiro Marco Antônio Auad pelo apoio, dedicação e incentivo profissional.

Aos professores do curso de Engenharia Metalúrgica da UFRGS pela dedicação e pelos conhecimentos ensinados.

Aos colegas e amigos Gustavos Mendes, Gabriel Filipe Barrelas Marques Gamito Cardoso, Valter Garcia da Silva Junior e Nelson de Freitas Costa pela grande cooperação e apoio neste trabalho.

Aos colegas Jader Daniel de Brito, Jeferson da Silva Gomes, Sumara Borba Ayres Guterres pela ajuda prática prestada durante as análises de laboratório.

Ao engenheiro João Phellip de Mello Bones da Rocha pelo companheirismo, apoio e paciência durante o período de estudos na graduação.

## RESUMO

As inclusões não metálicas são inerentes ao processo de fabricação do aço. Os diferentes tipos e formas de inclusões no aço podem ser nocivos aos processos de fabricação e conformação, como também as características necessárias para a aplicação do produto final. Atualmente, a produção de aços com teores cada vez mais baixos de inclusões já é alcançada. Dentro do processo de fabricação, o nível de limpeza de um aço pode influenciar a lingotabilidade. A tendência do entupimento da válvula submersa (*clogging*) aumenta com o efeito acumulativo de depósitos de inclusões nas paredes da válvula que podem se desprender e reingressarem no aço, formando macroinclusões. As inclusões de alumina sólida são as principais responsáveis pelo *clogging*. O tratamento de inclusões com cálcio modifica as inclusões de alumina em aluminatos de cálcio líquidos, melhorando a lingotabilidade. O alumínio também atua como refinador de grão austenítico através, principalmente, da formação de nitretos no contorno de grão. Neste trabalho foi avaliada a influência do teor de alumínio residual sobre a lingotabilidade, limpeza do aço e tamanho de grão austenítico. Para desenvolvimento do estudo foram testadas duas corridas com teores residuais de 0,010% e 0,030% em massa de alumínio. As técnicas utilizadas para a avaliação foram: verificação da posição dos tampões, da velocidade de lingotamento e do nível de aço no molde; índice de sucata por linha de ultrassom automatizado; severidade em ultrassom por imersão; análise do conteúdo de oxigênio total e do *pick up* de nitrogênio e caracterização das inclusões quanto à sua morfologia, distribuição de tamanho e composição química. Verificou-se uma boa lingotabilidade nas duas corridas, contudo a corrida com alto teor de alumínio apresentou uma variação mais abrupta da posição do tampão. As duas corridas apresentaram inclusões do tipo aluminatos de cálcio e espinélios na faixa de tamanho de 2,5 a 15 $\mu$ m no produto final. O conteúdo de oxigênio total e *pick up* de nitrogênio mostraram-se maiores para a corrida de baixo teor de alumínio, evidenciando uma possível reoxidação no lingotamento. O índice de severidade foi maior para corrida com baixo teor de alumínio. Não houve alteração do tamanho de grão para as duas corridas. O menor teor de alumínio conferido ao aço diminuiu a variação dos tampões do distribuidor, o que garante para a corrida uma maior estabilidade no lingotamento. Com relação as macroinclusões, não percebeu-se uma grande influência com a variação do teor de alumínio, porém uma análise mais detalhada do perfil inclusionário mostrou uma maior formação de inclusões sólidas para a corrida C2, o que é coerente com o resultado de lingotabilidade.

**Palavras-chave:** Lingotabilidade; alumínio; *clogging*; inclusões não-metálicas.

## ABSTRACT

The inclusions are always present in the steel. The different types of non-metallic inclusion can harm from the manufacturing and forming processes to the characteristics necessary for the implementation for the final products. Currently, the great advances in research in this field has allowed the production of steel with ever-lower levels of inclusions. Furthermore, a steel clean level can influence in the castability. The tendency of submerged entry nozzle clogging increases with the cumulative effect of inclusions deposits in the wall nozzle that can break off and re-enter the steel, forming macroinclusion. The solid alumina inclusions are responsible for nozzle clogging. The treatment of liquid steel with calcium convert alumina deoxidation products to liquid calcium aluminates, improving castability. The aluminium also acts inhibiting the grain growth by nitride formation in the grain boundary. In this study, it was evaluated the influence of residual aluminium content on the castability, steel cleaning and austenitic grain size. Two heats with a residual aluminium content of 0.010% and 0.030 wt% were tested. The techniques used for the evaluation were: checking the position of the stopper, the speed of casting and the steel level in the mold; scraping index by line of automated ultrasound; severity in ultrasound-dip method; analysis of the total content of oxygen and nitrogen pick-up and characterization of the inclusions as to its morphology, size distribution and chemical composition. The tests resulted in a good castability in both heats, however the heat with high aluminium content showed a more abrupt change in the stopper position. Both heats showed inclusions type calcium aluminates and spinels in the size range of 2.5 to 15 $\mu$ m in the final product. The total oxygen content and pick up nitrogen were higher for the low aluminum content heat, suggesting a possible re-oxidation in the casting. The severity index was higher for the low aluminium content heat. There was no change in the grain size for the two heats. The low aluminium content of the steel decreases the stopper variation in the tundish, ensuring greater stability in the casting. Regarding the macroinclusions, it was observed a big influence to the variation of aluminum content, but a more detailed analysis of inclusion profile showed increased formation of solid inclusions to the heat C2, which is coherent with the result of castability.

**Keywords:** castability; aluminium; clogging; non-metallic inclusions.

## SUMÁRIO

1.0	INTRODUÇÃO .....	1
2.0	REVISÃO DA LITERATURA.....	2
2.1	O processo de produção do aço .....	2
2.2	Produção de aço via aciaria elétrica.....	3
2.2.1	Forno elétrico a arco (FEA).....	3
2.2.2	Forno-panela (FP) .....	4
2.2.3	Desgaseificador à vácuo (VD) .....	4
2.2.4	Lingotamento contínuo (LC) e influência do distribuidor na limpeza dos aços ..	4
2.3	Inclusões não metálicas .....	7
2.3.1	Origem das inclusões : endógenas e exógenas.....	8
2.3.2	Inclusões sólidas e líquidas .....	10
2.3.3	Desoxidação .....	12
2.3.4	Tratamento de inclusões com cálcio .....	13
2.3.5	Evolução das inclusões endógenas.....	16
2.4	Caracterizações das inclusões não metálicas.....	17
2.5	Métodos de avaliação das inclusões não metálicas .....	18
2.5.1	Microscopia ótica .....	19
2.5.2	Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrômetro de dispersão de energia (EDS).....	19
2.5.3	Ultrassom .....	19
2.5.4	Oxigênio total.....	19
2.5.5	<i>Pick up</i> de nitrogênio.....	20
2.6	Lingotabilidade.....	20
2.7	Controle do tamanho de grão austenítico .....	23
3.0	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	25
3.1	Material utilizado.....	25
3.2	Planejamento experimental.....	26
3.2.1	Gráficos de lingotabilidade .....	27
3.2.2	Sucatamento causado por macroinclusões .....	29
3.2.3	Ensaio de ultrassom por imersão.....	29
3.2.4	Conteúdo de oxigênio total e <i>pick up</i> de nitrogênio.....	31
3.2.5	Análise das escórias .....	32
3.2.6	Caracterização de inclusões.....	32

3.2.7	Medida do tamanho de grão austenítico.....	35
4.0	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	38
4.1	Lingotabilidade.....	38
4.2	Sucamento causado por macroinclusões.....	42
4.3	Severidade em ensaio de ultrassom pelo método de imersão.....	42
4.4	Composição química do aço.....	46
4.5	Caracterização de inclusões.....	47
4.5.1	Composição química.....	48
4.5.2	Distribuição de tamanhos.....	51
4.5.3	Comportamento das inclusões nos sistemas ternários .....	54
4.6	Medida do tamanho de grão austenítico .....	58
5.0	CONCLUSÕES.....	59
6.0	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	61
7.0	REFERÊNCIAS .....	62
	APÊNDICE A - Imagem do tamanho de grão para corrida C1 e C2.....	64

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Diagrama esquemático do processo de produção de aços via aciaria elétrica. Fonte: Adaptado de RIZZO, 2005.....	3
Figura 2.2 - Representação esquemática do LC. Fonte: BIELEFELDT, 2013. ....	5
Figura 2.3 - Representação esquemática dos fenômenos que ocorrem no distribuidor. Fonte: Adaptado de ZHANG, THOMAS, 2003.....	6
Figura 2.4 - Diminuição da ductilidade devido à presença de partículas não metálicas (sulfetos, óxidos e carbetos). FONTE: PICKERING (1972). ....	8
Figura 2.5 - Elementos desoxidantes em equilíbrio com o aço líquido a 1600°C Fonte: MILLMAN, 2004.....	13
Figura 2.6 - Diagrama binário Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -CaO. Fonte: SLAG ATLAS, 1995. ....	14
Figura 2.7 - Efeito do oxigênio total (10, 20 e 40 ppm) e do enxofre (100 e 250 ppm) .....	15
Figura 2.8 - Esquema dos mecanismos de evolução das inclusões no aço líquido. Fonte: Adaptado de SILVA JUNIOR et al., 2008.....	16
Figura 2.9 - Teor de oxigênio total do aço líquido como função do tempo em uma panela agitada por gás inerte. Fonte: ZHANG; THOMAS, 2003. ....	17
Figura 2.10 - Morfologias típicas de inclusões de alumina. (a) esférica; (b) facetada; (c) placa; (d) dendrítica; (e) cluster; (f) agregadas. Fonte adaptado de DEKKERS, 2002. ....	18
Figura 2.11 - Representação esquemática da válvula submersa e as regiões de ocorrência de nozzle clogging. Fonte: BANNENBERG,1995.....	21
Figura 2.12 - Exemplos de comportamento de lingotamento contínuo. Fonte: adaptado de BANNENBERG (1995).....	21
Figura 2.13 - Correlação entre o diagrama Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -CaO com a lingotabilidade. Fonte: BANNENBERG, 1995.....	23
Figura 3.1 - Fluxograma esquemático da retirada de amostras e ensaios realizados. ....	27
Figura 3.2 - Gráficos de lingotabilidade para os três veios de um distribuidor diferenciados pela cor: (a): corrida com excelente lingotabilidade; (b): corrida com má lingotabilidade. Fonte: GARCIA, 2009. ....	28
Figura 3.3 - Efeito do clogging no nível de aço do molde. (a) clogging na válvula submersa; (b) sem clogging. Fonte. THOMAS; BAI, 2001.....	29
Figura 3.4 – (a): Exemplos de indicações de defeitos em uma barra laminada. (b): Equipamento de ultrassom por imersão utilizados nos ensaios. Fonte: REFATTI, 2014.....	31
Figura 3.5 – (a): Representação da retirada de amostra para medição do teor de Oxigênio. (b): Medidor simultâneo de oxigênio e nitrogênio utilizado nas análises. Modelo LECO TC 436. Fonte: REFATTI, 2014. ....	32
Figura 3.6 - Amostrador do tipo Samp-O-Line do fabricante Hereaus Electro-Nite utilizado para a retirada de amostras durante o processo de fabricação. Fonte: adaptado de BIELEFELDT, 2005. ....	33
Figura 3.7 - Analisador de partículas automatizado utilizado nos ensaios. Fonte: REFATTI, 2014.....	34
Figura 3.8 - Exemplo de quadros para tamanho de grão 5 e 8, respectivamente. FONTE: norma ASTM E 112. ....	36

Figura 4.1 – (a): Gráfico de lingotabilidade da corrida C1 do sequencial onde foram conduzidos os testes: os veios são representados pelas linhas verde, vermelha e roxa. (b): Gráfico velocidade de lingotamento da corrida C1: as linhas em verde, vermelho e roxo representam a velocidade de cada veio. (c): representação do nível de aço no molde em percentagem para cada veio. ....	39
Figura 4.2 – (a): Gráfico de lingotabilidade da corrida C2 do sequencial onde foram conduzidos os testes: os veios são representados pelas linhas em verde, vermelha e roxa. (b): Gráfico velocidade de lingotamento da corrida C1: as linhas em verde, vermelho e roxo representam a velocidade de cada veio. (c): representação do nível de aço no molde em percentagem para cada veio. ....	40
Figura 4.3 - Variação dos tampões para corrida C1 e C2.....	41
Figura 4.4 – (a): Indicação de defeito interno em uma das barra da corrida C1 submetida ao ensaio de ultrassom pelo método de imersão. (b): Indicação de defeito interno em uma das barra da corrida C2.....	44
Figura 4.5 - Análise MEV-EDS para o defeito encontrado na amostra da corrida C1. ....	45
Figura 4.6 - Teor de cálcio residual na corrida C1 e C2. ....	47
Figura 4.7 - Composição química elementar média das inclusões ao longo do processo de fabricação do aço para corrida C1.....	48
Figura 4.8 - Composição química elementar média das inclusões ao longo do processo de fabricação do aço para corrida C2.....	49
Figura 4.9 - Distribuição de tamanho das inclusões ao longo do processo de fabricação do aço para corrida C1.....	51
Figura 4.10 - Distribuição de tamanho das inclusões ao longo do processo de fabricação do aço para corrida C2.....	52
Figura 4.11 - Fração em área ocupada pelas inclusões das corrida C1 e C2.....	53
Figura 4.12 - Evolução das inclusões ao longo do processo para a corrida C1. ....	56
Figura 4.13 - Evolução das inclusões ao longo do processo para a corrida C2. ....	57
Figura A.1 - Análise do tamanho de grão para a corrida C1.....	65
Figura A.2 - Análise do tamanho de grão para a corrida C2.....	65

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Possíveis fontes de inclusões. Fonte: Adaptado de GHOSH, 2001. ....	9
Tabela 2.2 - Inclusões sólidas em contato com o aço líquido e seus ângulos de contatos. FONTE: adaptado de MILLMAN, 2004. ....	11
Tabela 2.3 - Inclusões líquidas em contato com o aço líquido. FONTE: adaptado de MILLMAN, 2004. ....	12
Tabela 3.1 - Composição química nominal em % em massa do aço DIN 38B3. Fonte: Adaptado da norma DIN EN 10263-4 2001. ....	25
Tabela 3.2 - Diâmetro das barras laminadas de cada corrida. ....	27
Tabela 3.3 Critérios de filtragem em diferentes classes para as inclusões detectadas. Fonte: REFATTI, 2014. ....	37
Tabela 4.1 - Sucatamento por macroinclusão nas linhas automatizadas de ultrassom. ....	42
Tabela 4.2 - Resultados do ensaio de ultrassom por imersão. ....	43
Tabela 4.3 - Composição química em % massa da amostra P3 para a corrida C1 e C2. ....	46
Tabela 4.4 - Conteúdo de oxigênio total e pick up de nitrogênio para cada corrida. ....	46
Tabela 4.5 - Composição química das escórias de refino secundário E1 e E2. Valores expressos em % em massa. ....	50
Tabela 4.5 – Fração de fases a 1600°C calculada via programa termodinâmico computacional (FactSage 6.4) para a escória da corrida C1 e C2. ....	51

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

AO.B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fórmula genérica para óxidos duplos.
ASTM	American Society for Testing and Materials
BL1	Amostra de barra laminada 1
BL2	Amostra de barra laminada 2
BL3	Amostra de barra laminada 3
C1	Primeira corrida analisada
C12A7	Óxido duplo 12CaO.7Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
C2	Segunda corrida analisada
CA	Óxido duplo CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
CA2	Óxido duplo CaO.2Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
CA6	Óxido duplo CaO.6Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
DIN	Deutsches Institut für Normung
EDS	Energy dispersive spectrometry
FEA	Forno elétrico a arco
FP	Forno panela
ISO	International Organization for Standardization
LC	Lingotamento contínuo
M	Metal
<u>M</u>	Indica que o metal está em solução no aço líquido
MA	Óxido duplo do tipo espinélio MgO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
MEV	Microscópico eletrônico de varredura
O <sub>tot</sub>	Oxigênio total
O <sub>a</sub>	Oxigênio ativo
P1	Amostra de aço do FP
P2	Amostra de aço do VD
P3	Amostra de aço no LC
P4	Amostra de aço da barra laminada
ppm	Partes por milhão (10 <sup>-4</sup> %)
SAE	Society of Automotive Engineers
TG	Tamanho de grão
VD	Vaccum degassing

## 1.0 INTRODUÇÃO

As exigências, cada vez maiores, de aços de alta qualidade e desempenho fizeram as siderúrgicas desenvolverem o conceito de aço limpo. A limpeza dos aços está relacionada com o conteúdo de inclusões não metálicas presente no mesmo. Os diferentes tipos de inclusões podem interferir nos processos de fabricação e nas propriedades mecânicas necessárias para a aplicação do produto final.

As inclusões não metálicas são inerentes ao processo de fabricação do aço. Essas inclusões se formam durante ao processo de fabricação, e estão relacionadas, principalmente, às práticas de refino secundário e de lingotamento contínuo. Durante o refino secundário, a desoxidação gera grandes quantidades de inclusões, que devem ser capturadas pela escória. A remoção das inclusões é uma etapa de extrema importância, pois de nada adiantaria a desoxidação se não fosse possível retirar o oxigênio remanescente sob a forma de inclusões. O alumínio tem um forte poder desoxidante e vem sendo usado em conjunto com outros elementos químicos para promover a desoxidação. No lingotamento contínuo, existe uma série de fenômenos químicos e físicos que podem ser decisivos na qualidade do produto final. A lingotabilidade de um aço está diretamente relacionada com a fluidez do metal e com a tendência de ocorrência de entupimento da válvula submersa (*nozzle clogging*). O *clogging* depende da presença de inclusões não metálicas e, além de interferir na produtividade, prejudica qualidade interna pela formação de macroinclusões.

O aço DIN 38B3 possui um histórico de ocorrência de *clogging* e sucata por macroinclusão no processo de produção. A composição química desse aço não possui peculiaridades para justificar sua maior propensão à formação de macroinclusões. O alumínio residual está em torno de 0,025% - 0,035% em massa. O objetivo desse trabalho é avaliar o efeito do teor de alumínio para a lingotabilidade, perfil inclusionário e tamanho de grão desse aço. Para tal, foram avaliados alguns parâmetros do lingotamento contínuo que influenciam diretamente o *clogging*. Ensaio de ultrassom por imersão foram realizados em amostras de barras laminadas para detectar a presença de macroinclusões e análises do conteúdo de oxigênio total e pick up de nitrogênio foram feitas como medida indireta da limpeza inclusionária das corridas. Além disso, as inclusões não metálicas foram caracterizadas como a morfologia, distribuição de tamanho e composição química, tamanho ao longo do processo de fabricação ao aço.

## 2.0 REVISÃO DA LITERATURA

Na revisão da literatura serão abordados o processo de produção do aço, no qual se geram e se modificam a maior parte das inclusões presentes nos aços, a lingotabilidade e a descrição dos principais métodos para se avaliar a limpeza inclusionária.

### 2.1 O processo de produção do aço

As etapas de produção do aço podem ser divididas em:

- Redução;
- Refino;
- Conformação Mecânica;

Na redução, o ferro é obtido do seu óxido e quando combina-se a um elevado teor de carbono (3,5% - 5,0% em massa), recebe a denominação de ferro-gusa. Nesta etapa a energia é fornecida pelo carvão mineral, normalmente convertido em coque, ou pelo carvão vegetal. O objetivo é a redução do minério de ferro e a eliminação de outros elementos, em geral, encontrados no minério tais como: silício, manganês e fósforo.

Na etapa de refino o ferro-gusa é levado para a aciaria a oxigênio em estado líquido para ser transformado em aço. Essa transformação acontece através da redução do teor de carbono e de outros elementos considerados impurezas. Uma alternativa ao uso do ferro-gusa líquido é a utilização de ferro-gusa sólido e/ou refusão de sucata de aço nas aciarias elétricas. Nessa etapa são realizadas adições de elementos químicos para conceder as propriedades desejadas nos aços. Após isso, o aço é então solidificado em formas pré-determinadas de produtos semiacabados. O processo de solidificação mais difundido atualmente é o lingotamento contínuo, embora ainda existam outros processos de solidificação.

A terceira e última etapa é a conformação mecânica, que transforma os produtos semiacabados obtidos pelo lingotamento contínuo (placas, blocos e tarugos) em produtos siderúrgicos acabados, como barras, perfis, chapas finas e grossas, bobinas, vergalhões etc (RIZZO, 2005; MOURÃO, 2007).

## 2.2 Produção de aço via aciaria elétrica

As aciarias elétricas produzem o aço utilizando a eletricidade como principal fonte de energia e a sucata metálica como matéria-prima principal, contribuindo para a reciclagem dessa sucata e reduzindo a exploração de minério de ferro, carvão mineral ou vegetal. Na maioria das vezes não há necessidade da etapa de redução do minério de ferro, apenas as etapas de refino e laminação são realizadas. As usinas que operam segundo esse processo são também denominadas de *mini-mills*, designação que ressalta o caráter mais compacto da produção.

Os principais equipamentos utilizados nas aciarias elétricas que produzem aços especiais são mostrados na figura 2.1 sendo eles: o forno elétrico a arco (FEA), o forno-panela (FP), o desgaseificador a vácuo (VD) e o lingotamento contínuo (LC).

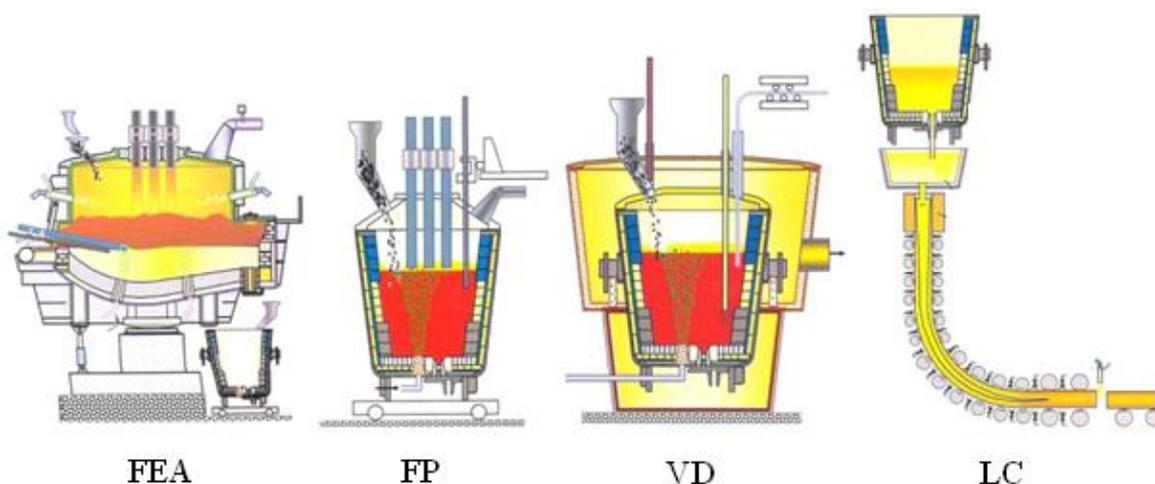


Figura 2.1 - Diagrama esquemático do processo de produção de aços via aciaria elétrica.  
Fonte: Adaptado de RIZZO, 2005.

### 2.2.1 Forno elétrico a arco (FEA)

O forno elétrico a arco compreende a primeira etapa de refino, também chamada de refino primário ou refino oxidante. O FEA consiste em um equipamento composto, basicamente, por uma carcaça metálica revestida por material refratário e painéis refrigerados. Essa carcaça é coberta pela abóbada, através da qual descem os eletrodos de grafita responsáveis pela formação do arco elétrico.

Os principais objetivos do FEA são: a fusão da carga metálica, a descarburagem, a elevação da temperatura do banho metálico e a desfosforagem. O processo inicia-se pelo

carregamento das matérias-primas sólidas – sucata metálica, carburantes e fundentes – em seguida, começa a etapa de fusão através da energia elétrica fornecida pelo arco elétrico e energia química originada das reações químicas entre os participantes. Após essa etapa, o banho se encontra no estado líquido e inicia-se o refino oxidante com a injeção de oxigênio para a formação de condições oxidantes que possibilitam as reações de descarburização e desfosforação. Ao final do processo, ocorre a remoção da escória e o aço é vazado do forno para a panela siderúrgica revestida de refratários (RIZZO, 2005; LIBÓRIO, 2009; MOURÃO, 2007).

### 2.2.2 Forno-panela (FP)

O forno-panela é responsável pela etapa de refino secundário do aço. A própria panela serve de base para o FP, que é constituído de uma abóbada refrigerada e três eletrodos de grafita. Na panela é promovida a agitação do banho ou por injeção de gás inerte ou então por sistema eletromagnético. Nessa etapa ocorre o ajuste da composição química do aço e temperatura, desoxidação, dessulfuração e desgaseificação. O controle de inclusões também é uma parte importante dessa etapa e será visto com maiores detalhes nas seções seguintes. Após o processamento no FP, a panela com aço é levada a um tanque desgaseificador a vácuo (RIZZO, 2005; LIBÓRIO, 2009).

### 2.2.3 Desgaseificador à vácuo (VD)

O processo VD consiste na introdução da panela siderúrgica contendo o aço dentro de um tanque que é, em seguida, hermeticamente fechado, dando início ao processo pela diminuição da pressão. O VD possui a função principal de reduzir os teores de gases dissolvidos no aço (principalmente hidrogênio e nitrogênio) que são prejudiciais às propriedades mecânicas do produto final. Através da diferença de pressão, os gases dissolvidos no metal líquido são transportados até a superfície da panela e removidos do banho. Durante a desgaseificação ocorre a injeção de gás inerte pelo fundo da panela para promover agitação do banho e tornar a remoção homogênea e eficiente. Além da remoção de gases, a agitação do aço líquido auxilia na remoção de inclusões não metálicas ao passo que aumenta a interação dessas partículas com a escória. A adição de ligas metálicas na forma de fios e arames para um ajuste refinado da composição química ocorre nessa etapa (SILVA, 2006).

### 2.2.4 Lingotamento contínuo (LC) e influência do distribuidor na limpeza dos aços

Com a etapa de refino completada, a panela contendo o aço é conduzida até o lingotamento contínuo, o qual é formado pelo distribuidor e molde, como mostra a figura 2.2.

O aço é transferido para o distribuidor através da válvula gaveta situada na parte inferior da panela. Essa válvula se conecta com o tubo longo, protegendo o fluxo de aço do contato com o ar atmosférico. No distribuidor, o aço é direcionado de forma homogênea para os veios localizados na parte inferior, evitando a interrupção do lingotamento. Esses veios alimentam os moldes os quais são produzidos de cobre e refrigerados a água para auxiliar na extração de calor do aço.

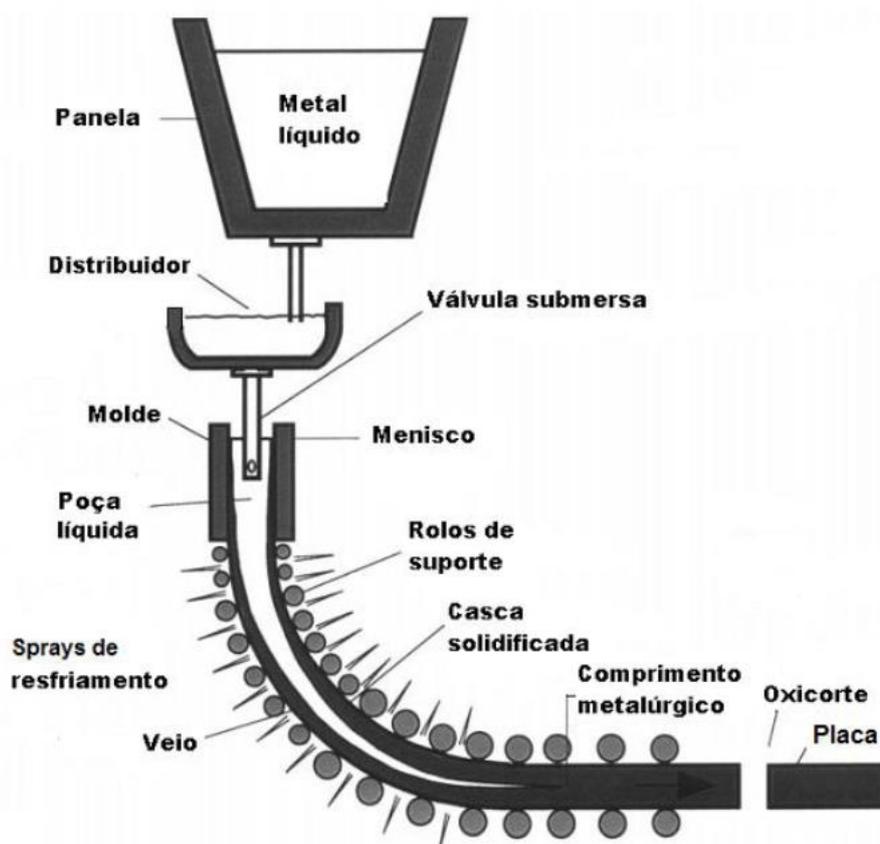


Figura 2.2 - Representação esquemática do LC. Fonte: BIELEFELDT, 2013.

O aço é, geralmente, transferido do distribuidor para o molde através de uma válvula submersa. Essa válvula é usada para eliminar o contato entre o aço e o ar atmosférico. Dessa maneira, no molde inicia-se o processo de solidificação com a formação de uma casca fina de aço com espessura suficiente para resistir à pressão do metal líquido. Após deixar o molde, o aço entra na zona de resfriamento secundário, onde jatos d'água continuam o resfriamento. Por

fim, o aço passa por uma zona de resfriamento ao ar livre - resfriamento terciário - e é realizado o corte do veio com guilhotina ou através do processo de oxicorte (RIZZO, 2005; BANNENBERG, 1995).

O distribuidor, além de direcionar o aço para o molde, atua evitando a contaminação do mesmo e facilitando a separação de inclusões não metálicas, que serão abordadas na seção 2.3. A figura 2.3 mostra, esquematicamente, os fenômenos que podem ocorrer no distribuidor.

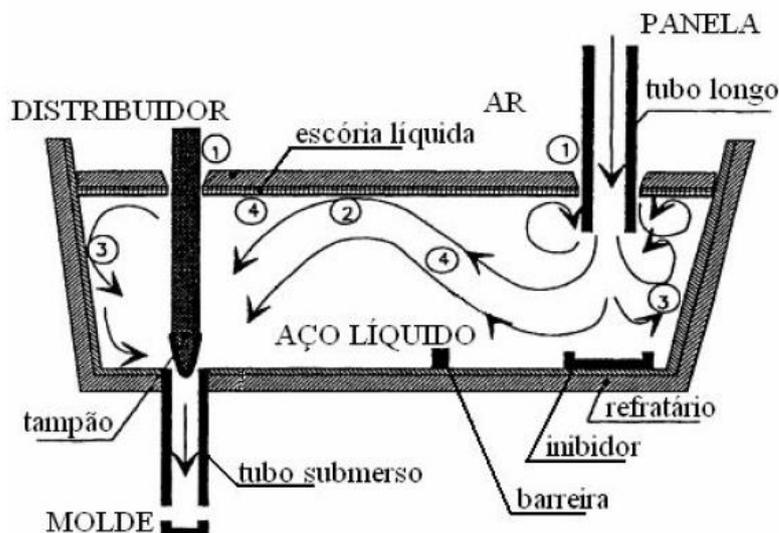


Figura 2.3 - Representação esquemática dos fenômenos que ocorrem no distribuidor. Fonte: Adaptado de ZHANG, THOMAS, 2003.

- (1) Oxidação do banho pelo ar no vazamento da panela e absorção de nitrogênio;
- (2) Oxidação de Al pelo FeO, MnO e SiO<sub>2</sub> da escória; incorporação de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pelo aço; e absorção das inclusões pela escória devido a flotação;
- (3) Erosão dos refratários;
- (4) Reações de desoxidação e remoção de inclusões.

O arraste de escória e reoxidação do aço líquido, frequentemente, acontecem durante o início e no final do lingotamento e troca de panelas. Para proteger o fluxo de aço tanto da panela para o distribuidor quanto do distribuidor para o molde, utiliza-se o tubo longo e válvula submersa, evitando o contato com o ar atmosférico. A inertização do distribuidor também é uma medida que previne a reoxidação.

Os inibidores de turbulência e barreiras (diques e barragens) são instalados nos distribuidores para eliminar os respingos do início de sequências, reduzir a turbulência durante

o lingotamento e promover a flotação de inclusões não metálicas. Segundo Zhang (2003), o uso de inibidores aumenta o tempo de residência do aço líquido dentro do distribuidor, promovendo uma maior remoção de inclusões.

O revestimento interno do distribuidor que está em contato com o aço líquido deve ser quimicamente e fisicamente estável nas temperaturas de produção do aço. Sua composição química não devem conter componentes de fácil redução e que resultem na reoxidação do banho líquido e nem elementos químicos, os quais podem se dissolver no aço líquido e levar a formação de inclusões não metálicas (MILLMAN, 2004).

### 2.3 Inclusões não metálicas

As inclusões podem ser definidas como espécies químicas de caráter não-metálico constituídas pela associação metal/não-metal. Os elementos metálicos tipicamente encontrados e sua composição química são: ferro, alumínio, silício, manganês, cálcio, magnésio, nióbio e titânio. Esses metais combinam-se, principalmente, com oxigênio, enxofre, nitrogênio e carbono formando óxidos, sulfetos, nitretos e carbonetos.

As inclusões não metálicas se originam a partir do processo de refino (etapa de desoxidação), solidificação ou ainda de fontes externas. Elas se diferem dos precipitados, pois estas estão presentes no aço líquido enquanto que os precipitados são formados durante a solidificação do aço (DEKKERS, 2002).

O efeito das inclusões nas propriedades mecânicas do aço e no seu desempenho durante as operações de fabricação e no produto final é quase sempre deletério. Em geral, inclusões de óxidos e sulfetos deterioram as propriedades mecânicas do aço, tais como ductilidade, tenacidade, resistência à fadiga (HOPALLA; HELLE, 1995). A figura 2.4 mostra a diminuição da ductilidade do aço devido ao aumento de inclusões.

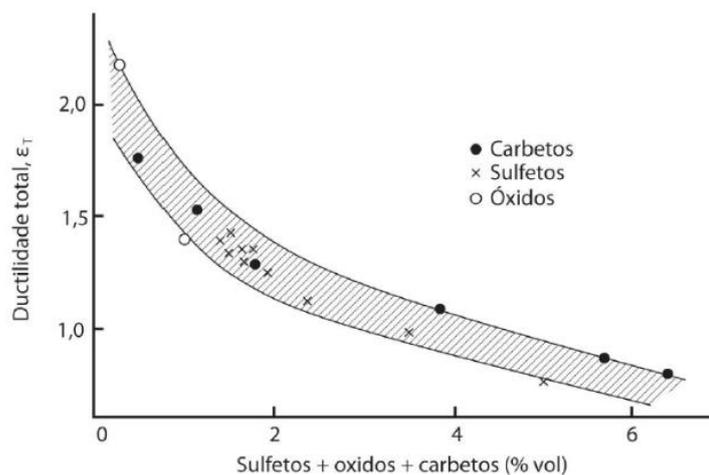


Figura 2.4 - Diminuição da ductilidade devido à presença de partículas não metálicas (sulfetos, óxidos e carbetos). FONTE: PICKERING (1972).

São encontrados valores na ordem de  $10^7$  a  $10^9$  inclusões por kg de aço baixo carbono acalmado ao alumínio (ZHANG; THOMAS, 2003). Grandes inclusões - denominadas macroinclusões - são mais nocivas para as propriedades mecânicas do aço do que pequenas inclusões. Macroinclusões, que situam na faixa de  $50\mu\text{m}$  -  $100\mu\text{m}$ , muitas vezes podendo ser maiores, podem ser evitadas por adequadas práticas de produção e eliminação das possíveis fontes de reoxidação do banho metálico. Inclusões pequenas podem não ser tão nocivas e, às vezes, elas podem melhorar certas propriedades dos aços, como, por exemplo, agindo com sítio de precipitação de outras fases ou no controle do crescimento de grão (HOPPALA; HELLE, 1995).

### 2.3.1 Origem das inclusões : endógenas e exógenas

As inclusões não metálicas nos aços são classificadas como inclusões exógenas e inclusões endógenas de acordo com suas origens. As inclusões exógenas surgem, principalmente, da reoxidação e das interações mecânicas do aço líquido com suas redondezas. Enquanto que as inclusões endógenas são produtos da desoxidação ou precipitação durante o resfriamento e a solidificação do aço (ZHANG; THOMAS, 2003).

As inclusões endógenas são inerentes ao processo de fabricação do aço e estão em equilíbrio químico com os constituintes do aço, de modo que não podem ser completamente eliminadas, apenas minimizadas. Enquanto que as inclusões exógenas podem ser eliminadas através de melhores controles dos processos (MILLMAN, 2004).

Ghosh (2001) apresenta as possíveis fontes de inclusões que se formam durante o processo siderúrgico, conforme apresentado na tabela 2.1.

As inclusões endógenas são compostas, principalmente, por óxidos e sulfetos e as reações que as formam podem ser induzidas pelo processo de desoxidação ou, simplesmente, pela mudança na solubilidade durante o resfriamento e solidificação do aço. As inclusões endógenas também podem ser classificadas em dois grupos: primárias e secundárias. As primárias são aquelas formadas no processo de refino antes da solidificação, enquanto que as secundárias se formam após o início da solidificação. Essas inclusões são pequenas, numerosas e uniformemente distribuídas (GHOSH, 2001; KIESSLING, 1987).

Tabela 2.1 - Possíveis fontes de inclusões. Fonte: Adaptado de GHOSH, 2001.

Fontes		Constituinte chave
Forno	Escórias do forno	Ca
	Refratários do forno	Ca
	Ferroligas	Cr, Al, Si
Vazamento	Refratários	Mg, Ti, K
	Oxidação	FeO
Panela	Desoxidação	
	Escórias da panela	Ca, Mg
	Refratários da panela	Mg, Ti, K
Molde (lingote)	Refratários	Mg, Ti, K
	Desoxidação	
Tratamento térmico e laminação	Oxidação da superfície	FeO
	Oxidação interna	SiO <sub>2</sub>
	Fragilização a quente	FeS

De um modo geral, as inclusões exógenas têm um caráter acidental e pode ter origem em ações de erosão e/ou de corrosão oriundas:

- Arraste de material refratário das paredes dos fornos ou dos canais de vazamento para o banho metálico;
- Arraste de escórias pelo banho líquido;
- Formação de produtos de reação química heterogênea do aço líquido com escórias e os refratários;

O arraste de escórias para banho líquido é resultado da excessiva turbulência existente na interface metal-escória. Essa turbulência pode ser causada pelo fluxo de vazamento do aço e excessiva injeção de gás inerte na panela (MILLMAN, 2004).

As inclusões exógenas possuem características comuns entre as quais se podem destacar o grande tamanho, ocorrência esporádica, formas irregulares e estrutura complexa. Embora a ocorrência de inclusões exógenas seja devida essencialmente a fatores externos, muitas vezes, estas podem ser sítios para a precipitação de inclusões endógenas de óxidos e sulfetos (SEABRA, 1982; KIESSLING, 1978).

A reoxidação aumenta o teor de oxigênio do banho líquido e contribui para a formação de novos grupos de inclusões oxidadas, redução da eficiência da desoxidação e o aumento ocorrência de entupimento da válvula submersa. A reoxidação pode ocorrer durante ou depois da desoxidação e as principais fontes são: o arraste de oxigênio da atmosfera, o teor de oxigênio da escória da panela e a instabilidade química dos refratários. Após a desoxidação o diâmetro típico das inclusões se situa entre 1 e 5  $\mu\text{m}$ . Contudo, de acordo com Millman (2004) se ocorrer reoxidação antes do lingotamento a faixa do tamanho de inclusões pode variar entre 1 e 60  $\mu\text{m}$ .

Para prevenir esse fenômeno, o aço líquido deve estar completamente coberto em todo o processo e com uma adequada espessura de camada de escória. A exposição do aço para a atmosfera durante a transferência da panela para o distribuidor e do distribuidor para o molde pode, também, resultar em reoxidação do aço. Para isso, o uso de válvulas e gás inerte são métodos eficazes na prevenção da reoxidação durante a fabricação do aço (MILLMAN, 2004).

### 2.3.2 Inclusões sólidas e líquidas

O líquido, em contato com um sólido, forma em equilíbrio um ângulo de contato. Este ângulo de contato define a capacidade de um líquido molhar um sólido.

As inclusões sólidas possuem um alto ângulo de contato e, portanto, não são molhadas pelo aço líquido. Consequentemente, uma vez que elas chegam na interface, por exemplo metal-

escória, são facilmente capturadas pela escória e não voltam ao banho. Quanto maior o ângulo de contato, maior a facilidade de remoção das inclusões. A Tabela 2.2 mostra para cada tipo de inclusão sólida, na temperatura do aço, os ângulos de contato.

Tabela 2.2 - Inclusões sólidas em contato com o aço líquido e seus ângulos de contatos.  
FONTE: adaptado de MILLMAN, 2004.

Inclusão	Temperatura do aço (°C)	Ângulo de Contato
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1600	135
SiO <sub>2</sub>	1600	115
CaO	1600	132
TiO <sub>2</sub>	1600	84
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1600	88
ZrO <sub>2</sub>	1550	122
MgO	1600	125
MnO	1550	113
SiC 91%	1500	60
Grafita	1460	120
TiN	1550	132
BN	1550	112
CaS	1550	87
CaO-MgO-SiO <sub>2</sub>	1450	104-120
CaO-SiO <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1450	96-114

Inclusões sólidas são, também, estáveis na interface metal/refratário e a completa separação do banho acontecerá pela sinterização ou deposição da inclusão na superfície do refratário.

As inclusões líquidas são mais difíceis de remover do aço líquido do que as inclusões sólidas de tamanho similar. Elas possuem um baixo ângulo de contato e, portanto, são molhadas pelo aço líquido, o que dificulta a remoção. A Tabela 2.3 mostra os ângulos de contato para cada tipo de inclusão líquida e suas respectivas frações de massa na temperatura do aço.

Embora as inclusões sólidas sejam mais facilmente removíveis, as líquidas são preferíveis no banho líquido, pois acabam assumindo formato esférico, o que reduz a

concentração de tensões e os danos que podem ser causados nos processos de conformação posteriores (MILLMAN, 2004).

Tabela 2.3 - Inclusões líquidas em contato com o aço líquido. FONTE: adaptado de MILLMAN, 2004.

Inclusão	Temperatura do aço (°C)	Ângulo de Contato
CaO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 36\64	1600	65
CaO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 50\50	1600	58
CaO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 58\42	1600	54
CaO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiO <sub>2</sub> 44\45\11	1600	43
CaO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiO <sub>2</sub> 40\40\20	1600	40
CaO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiO <sub>2</sub> 33\33\33	1600	36
CaO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiO <sub>2</sub> 26\26\49	1600	13
CaO-SiO <sub>2</sub> 58\42	1600	29
CaO-SiO <sub>2</sub> 50\50	1600	31
CaO-CaF <sub>2</sub> 5\95	1600	47
CaO-CaF <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 11\87\2	1600	36
CaO-CaF <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 14\71\15	1600	28
CaO-CaF <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 15\56\30	1600	34
CaO-CaF <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 45\8\47	1600	41

### 2.3.3 Desoxidação

O objetivo da desoxidação é agrupar a maior parte do oxigênio dissolvido no aço na forma de óxidos e removê-los do aço para escória (HOLAPPA, 1995). Isto é alcançado adicionando alguns elementos químicos com alta afinidade com oxigênio, tais como: alumínio, silício e manganês.

Os óxidos resultantes dessas reações não são totalmente removidos para a escória, sendo parcialmente incorporados ao produto final na forma de inclusões. A figura 2.5 mostra a quantidade em percentagem de oxigênio dissolvido no banho em função da quantidade de desoxidante em percentagem de massa em solução a 1600°C. Observa-se o forte poder desoxidante do alumínio, não sendo necessária grandes quantidades desse elemento para

garantir um baixo teor de oxigênio em equilíbrio. Além disso, zircônio e titânio são também fortes desoxidantes (MILLMAN, 2004).

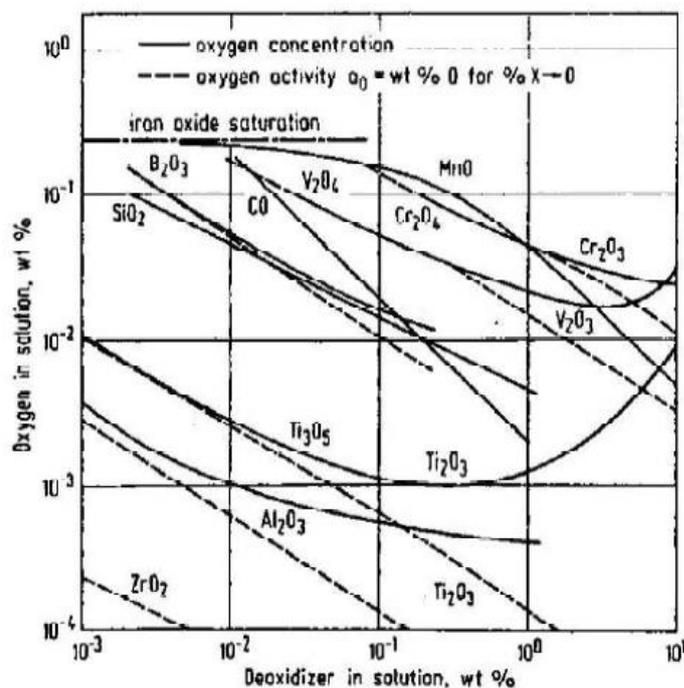


Figura 2.5 - Elementos desoxidantes em equilíbrio com o aço líquido a 1600°C Fonte: MILLMAN, 2004.

Os aços desoxidados com alumínio atingem teores bastante baixos de oxigênio dissolvido. As inclusões formadas após a desoxidação com alumínio são tipicamente alumina, conforme reação 2.1 (DEKKERS, 2002). A alumina não incorporada a escória pode ser extremamente prejudicial ao processo. Para isso, utiliza-se o tratamento do aço com cálcio, a fim de se modificar a morfologia das inclusões de alumina.



Além de atuar como um forte desoxidante, o alumínio pode atuar como refinador de grão austenítico através da produção de partículas finas de segunda fase. O alumínio residual, junto com o nitrogênio em solução no aço, forma nitretos de alumínio. Esse nitreto é considerado um eficiente inibidor de crescimento de grão.

#### 2.3.4 Tratamento de inclusões com cálcio

O tratamento de inclusões com cálcio é um método usado para transformar inclusões sólidas de óxidos de alumínio em inclusões líquidas. Um dos principais objetivos da modificação de inclusões, além da obtenção de inclusões menos deletérias, é evitar *clogging* que será visto na seção 2.6.

Segundo Janke et al (2000), o princípio da modificação de inclusões de alumina sólida é a reação entre o cálcio dissolvido e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  para produzir inclusões líquidas  $\text{C}_{12}\text{A}_7$  ( $12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$ ), que está totalmente líquida na temperatura de produção do aço, evitando assim, a formação de fases intermediárias  $\text{CA}_6$ ,  $\text{CA}_2$ ,  $\text{CA}$  e  $\text{CaO}$  (C e A representando  $\text{CaO}$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , respectivamente). A figura 2.6 mostra a diagrama binário de equilíbrio termodinâmico  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{CaO}$ .

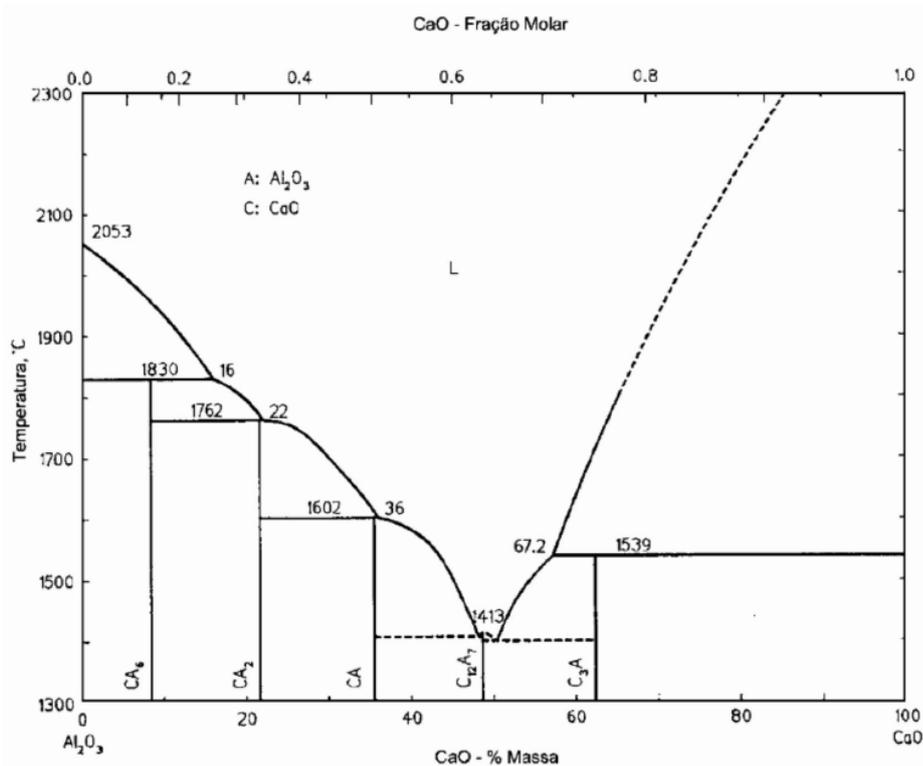


Figura 2.6 - Diagrama binário  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{CaO}$ . Fonte: SLAG ATLAS, 1995.

Quando o cálcio é adicionado no aço, ele poderá tanto modificar as inclusões de alumina quanto formar sulfeto de cálcio, dependendo das concentrações de alumínio e enxofre dissolvidos no banho. Se o teor de Al e S for alto, haverá a formação de inclusões sólidas de alumina e  $\text{CaS}$ . Contudo, se Ca é adicionado em excesso, haverá um aumento de inclusões ricas em Ca, na qual pode causar *clogging* e erosão da panela (STORY, 2004).

Segundo Dekkers (2002), o cálcio é um desoxidante mais forte que o alumínio, podendo reduzir os teores de oxigênio a níveis bem baixos (0,4 ppm no equilíbrio). Como os refratários das panelas são compostos basicamente de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{MgO}$ , há uma certa instabilidade na presença de aço tratado com cálcio. Assim, poderá haver decomposição dos mesmos (erosão) e, até mesmo, formação de espineló junto ao  $\text{MgO}$  decomposto.

O termo "janela líquida" é usado para expressar as condições que irão gerar inclusões líquidas (JANKE, 2000). A Figura 2.7 mostra o efeito dos teores de oxigênio e enxofre sobre a janela líquida de inclusões. Observa-se a janela líquida para os teores de oxigênio de 10, 20 e 40 ppm e para as concentrações de 100 e 250 ppm de enxofre, na temperatura constante de  $1550^\circ\text{C}$ . Para a formação de inclusões líquidas, a adição de cálcio, em função do teor de alumínio, deve estar entre as linhas de saturação de sulfeto de cálcio (linhas superiores para cada concentração de oxigênio) e as linhas de saturação de cálcio-aluminatos sólidos (linhas inferiores).

O oxigênio influencia na quantidade de cálcio necessário para converter as inclusões de alumina em cálcio-aluminatos. Em ambas as concentrações de enxofre quanto menor o teor de oxigênio, menor será a quantidade de cálcio necessária para alcançar a janela líquida, contudo mais estreita será essa janela. O efeito do enxofre pode ser visto nas posições das linhas de saturação de  $\text{CaS}$ , que quanto maior o teor de enxofre ainda mais estreita será a janela.

A temperatura também exerce influência sobre as linhas de saturação do diagrama. A janela líquida fica mais estreita com a redução da temperatura (HOPPALA, 2004).

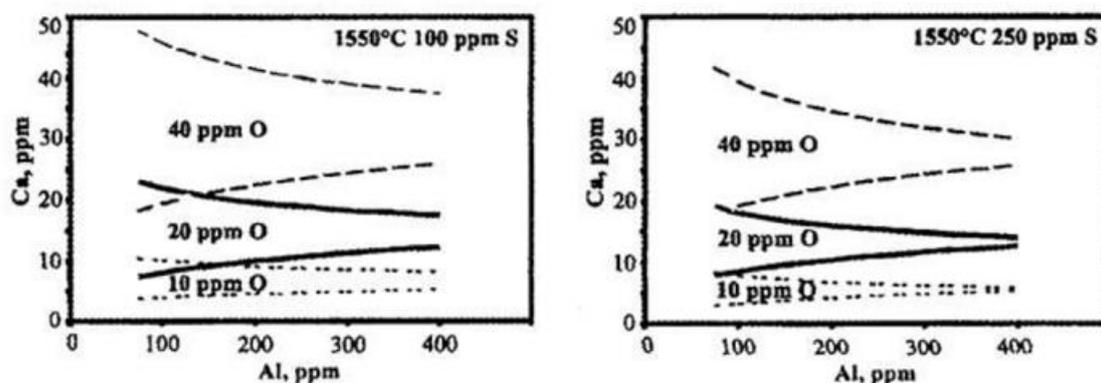


Figura 2.7 - Efeito do oxigênio total (10, 20 e 40 ppm) e do enxofre (100 e 250 ppm) na janela líquida à  $1550^\circ\text{C}$ . Fonte: HOPPALA, 2004.

Adições de cálcio são usualmente feitas na forma de ligas como CaSi, CaC<sub>2</sub> ou CaAl, dependendo da especificação do teor de silício no aço. Atualmente, a forma mais utilizada são tubos de aços com CaSi em pó dentro (BIELEFELDT, 2005).

### 2.3.5 Evolução das inclusões endógenas

A evolução das inclusões endógenas pode ser separada em três etapas: formação, crescimento e eliminação. Em seu trabalho, Silva Junior et al (2008) mostraram de uma forma didática como acontece a evolução das inclusões, conforme mostrado na Figura 2.8.

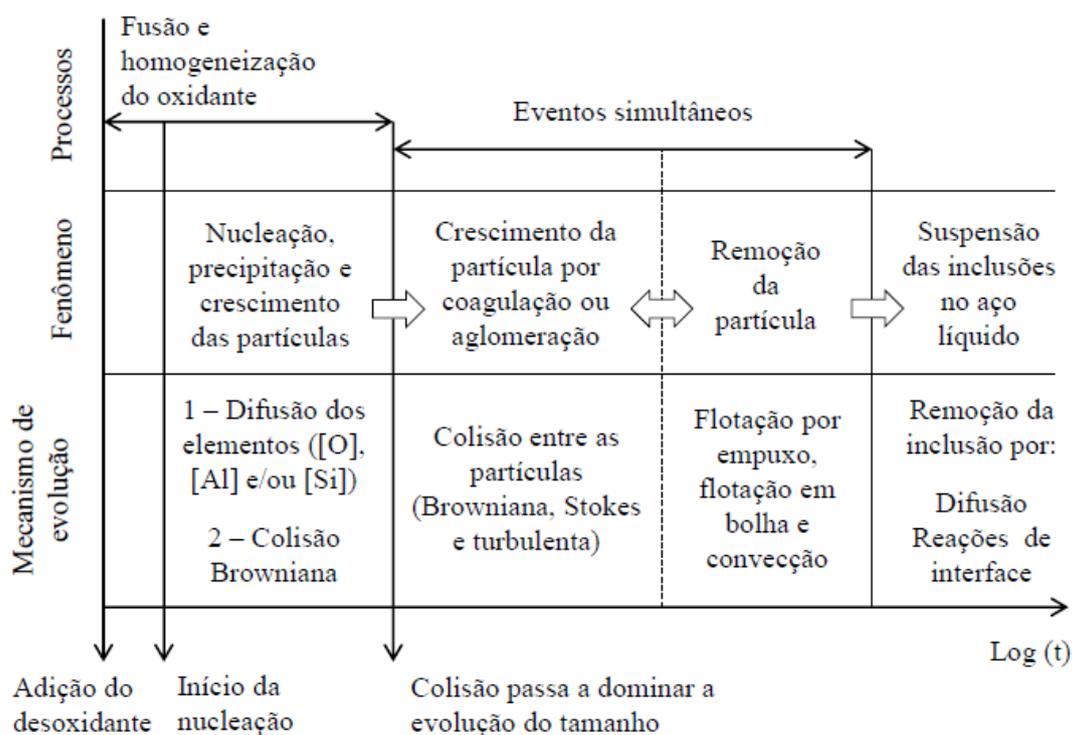


Figura 2.8 - Esquema dos mecanismos de evolução das inclusões no aço líquido. Fonte: Adaptado de SILVA JUNIOR et al., 2008

Na fase de formação ocorre a dissolução do desoxidante e a germinação das fases óxidas. A dissolução do desoxidante dependerá de fatores físico-químicos e mecânicos, enquanto que a germinação ocorrerá por nucleação homogênea ou heterogênea.

O crescimento das inclusões pode ocorrer por diferentes mecanismos, tais como: precipitação por difusão, coalescência por difusão ou ainda por colisões devidas a gradientes de velocidade. Inclusões líquidas crescem por colisão e coalescimento, ao contrário das inclusões sólidas que dependem de sua constituição.

Na etapa de eliminação ocorrem os fenômenos de interfaces, flotação e agitação do banho. Nos fenômenos de interface intervêm as energias superficiais das interfaces metal-gás, inclusão-gás, metal-escória e inclusão-escória. No caso de inclusões de óxidos, o valor da energia superficial inclusão-escória é muito baixo por se tratar de forças entre fases similares e, portanto, a presença de escória auxilia a eliminação deste tipo de inclusão.

A flotação das inclusões, por sua vez, ocorrerá através de gradientes de densidade entre essas e o metal líquido. Quanto maior o tempo entre o lingotamento e a desoxidação, menor será o teor de inclusões no material, pois os óxidos de maior densidade terão tempo de alcançar a linha da escória (SEABRA, 1982; BIELEFELDT, 2013)

A agitação do banho é outro fator que acelera a eliminação das inclusões. Além de promover uma homogeneização térmica e química do banho, a agitação melhora a dissolução do desoxidante, acelera o crescimento das inclusões por coalescência ou formação de agregados e promove um maior contato entre o aço líquido e escória.

A agitação do banho é, normalmente, realizada pela injeção de um gás. Esse parâmetro necessita de um controle adequado, pois uma agitação excessiva pode provocar reoxidação e/ou erosão da linha dos refratários, conforme representado na figura 2.9 (ZHANG; THOMAS, 2003).

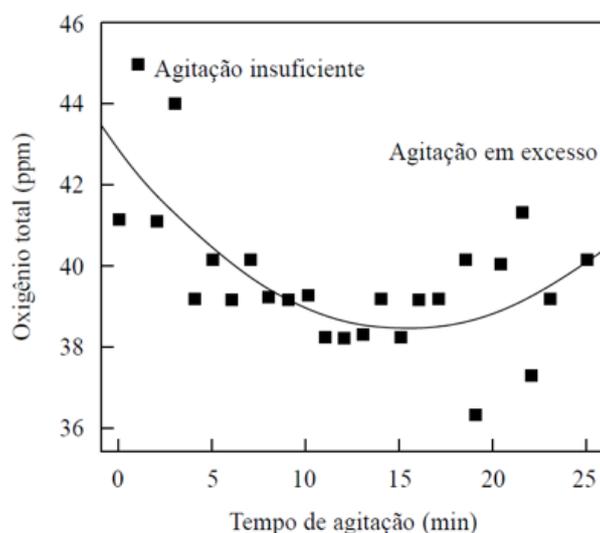


Figura 2.9 - Teor de oxigênio total do aço líquido como função do tempo em uma panela agitada por gás inerte. Fonte: ZHANG; THOMAS, 2003.

#### 2.4 Caracterizações das inclusões não metálicas

Inclusões não metálicas podem ser classificadas pela composição química, tamanho e morfologia (DEKKERS, 2002).

A composição química de uma inclusão permite a identificação de suas possíveis origens. Com isso, as inclusões podem ser estudadas com auxílio de diagramas ternários, os quais permitem um conhecimento do comportamento das inclusões.

O estudo do tamanho das inclusões é de grande importância para o desempenho do produto final. Como visto anteriormente, macroinclusões são mais nocivas às propriedades mecânicas do que inclusões pequenas. De acordo com Millman (2004), às vezes, uma única inclusão entre 20 e 150 $\mu$ m pode causar um defeito catastrófico no produto final.

Para classificar a morfologia das inclusões, Dekkers et al (2002) apresentaram em seu trabalho seis formas de inclusões encontradas em aços acalmados ao alumínio conforme apresentado na figura 2.10. São apresentadas, respectivamente, as seguintes formas: (a) inclusões esféricas, (b) facetadas; (c) em placas, (d) dendríticas, (e) clusters e (f) agregadas.

De acordo com os autores, cada um destes tipos de inclusões pode se formar dependendo das condições de refino do aço na panela siderúrgica. Grandes inclusões aparecem na forma de clusters, agregados, facetadas e, às vezes, como dendríticas.

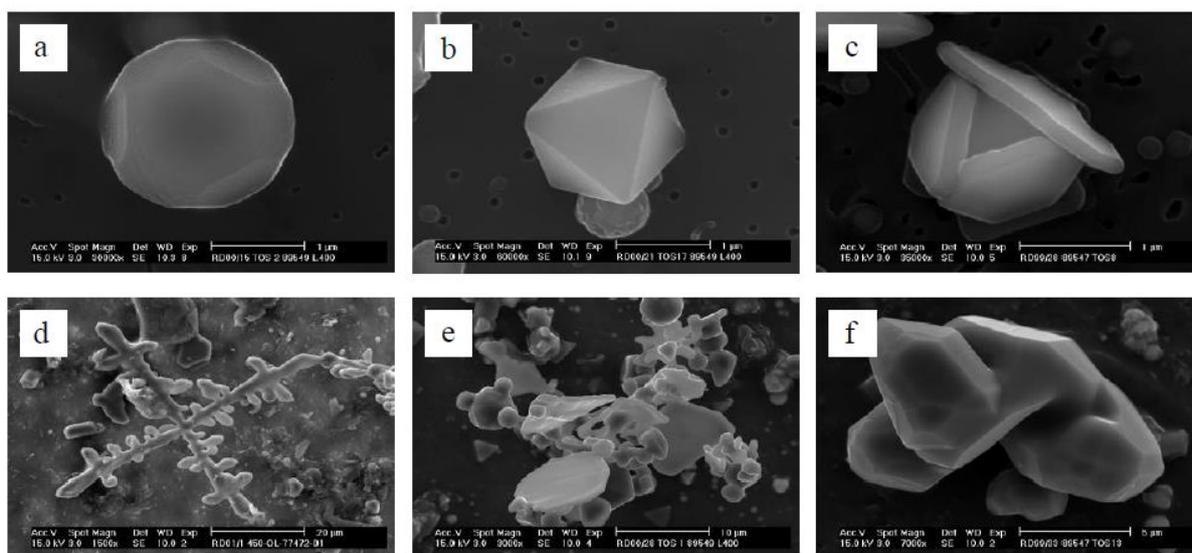


Figura 2.10 - Morfologias típicas de inclusões de alumina. (a) esférica; (b) facetada; (c) placa; (d) dendrítica; (e) cluster; (f) agregadas. Fonte adaptado de DEKKERS, 2002.

## 2.5 Métodos de avaliação das inclusões não metálicas

A distribuição, tamanho e composição química das inclusões devem ser medidas em todos os estágios na produção do aço. Dessa forma, pode-se avaliar o quão limpo um aço é. Existem métodos diretos e indiretos para a avaliação da limpeza dos aços. Em seu trabalho ZHANG (2003) relata que métodos diretos são precisos e quantitativos, porém necessitam de alto investimento. Enquanto que métodos indiretos são rápidos e baratos, contudo são apenas utilizados qualitativamente. Uma abordagem dos métodos de maior relevância para o escopo desse trabalho será realizada a seguir, tendo como base o trabalho de ZHANG (2003).

#### 2.5.1 Microscopia ótica

É o método mais tradicional, onde a quantificação é feita visualmente através da superfície polida de uma amostra.

#### 2.5.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrômetro de dispersão de energia (EDS)

Esse método permite a detecção de inclusões menores, fornece a morfologia e a composição química de cada inclusão e também uma visualização tridimensional (ZHANG; THOMAS, 2003).

#### 2.5.3 Ultrassom

No ensaio de ultrassom pelo método pulso-eco, a pressão exercida mecanicamente no transdutor excita o cristal piezoelétrico, gerando uma onda longitudinal que percorre o material até encontrar um refletor (defeito). A onda retorna até o transdutor e é convertida novamente em sinal elétrico pelo efeito piezoelétrico. O sinal do eco é assim convertido em percurso sônico, fornecendo o ecograma. No ecograma, o eixo  $y$  representa a intensidade do eco (%) e o eixo  $x$  representa o percurso sônico (mm). O ultrassom permite a análise de grandes volumes em um espaço de tempo pequeno.

#### 2.5.4 Oxigênio total

O oxigênio total no aço é a soma do oxigênio dissolvido no aço e o oxigênio combinado na forma de inclusões não metálicas. De acordo com ZHANG (2003) o oxigênio dissolvido no aço não varia muito (3 – 5 ppm a 1600° C para aço acalmados ao alumínio). Logo, o conteúdo de oxigênio total é uma razoável medida indireta da quantidade total de inclusões de óxidos no aço. O oxigênio total pode ser medido no produto solidificado através da fusão de uma amostra de aço submetida a um detector simultâneo de nitrogênio e oxigênio.

### 2.5.5 Pick up de nitrogênio

A diferença entre os teores de nitrogênio no distribuidor e na panela dá um indicativo quanto à reoxidação do banho pelo contato com o ar atmosférico. Como o ar é composto principalmente por nitrogênio, quando há reoxidação, espera-se, também, um aumento do teor desse elemento no aço.

### 2.6 Lingotabilidade

Lingotabilidade é um conceito que depende de alguns fatores, tais como: o tipo de metal e processo. Não existe uma definição precisa sobre lingotabilidade, porém para lingotamento contínuo, ela está relacionada com a fluidez do aço líquido e a tendência de entupimento das válvulas do distribuidor ou *nozzle clogging* (JANKE et Al, 2000).

De acordo com Bannenberg (1995), o termo *nozzle clogging* significa o depósito de alumina ou compostos de alto teor de alumina nas paredes válvula submersa, reduzindo o diâmetro do canal e obstruindo o fluxo de aço. Duas regiões dentro da válvula são mais susceptíveis ao *nozzle clogging*: a área acima da abertura da válvula e a zona em que o aço sai da válvula para o molde, como está representado na figura 2.6. Como visto na seção 2.3.1, as inclusões de alumina são sólidas nas temperaturas de lingotamento e possuem alto ângulo de contato, por isso, possuem a tendência de se aglomerarem na válvula.

Com a obstrução da válvula submersa e diminuição do fluxo de aço do distribuidor para o molde, o tampão tende a variar de posição para manter estável o nível de aço no molde e, assim, garantir que velocidade de lingotamento permaneça constante. A posição do tampão (*stopper*) ou a mudança da sua posição durante o processo é, geralmente, utilizada para medir o *clogging* na indústria. A figura 2.11 mostra três exemplos típicos do comportamento da altura do nível do molde e a posição do tampão durante o lingotamento.

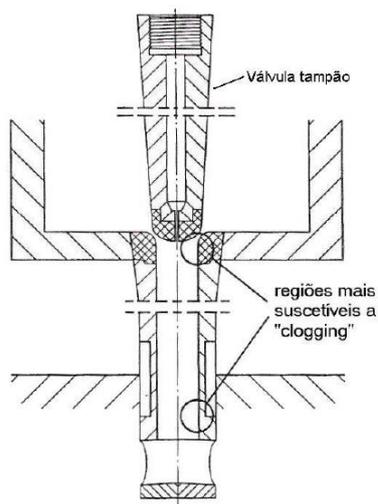


Figura 2.11 - Representação esquemática da válvula submersa e as regiões de ocorrência de nozzle clogging. Fonte: BANNENBERG,1995.

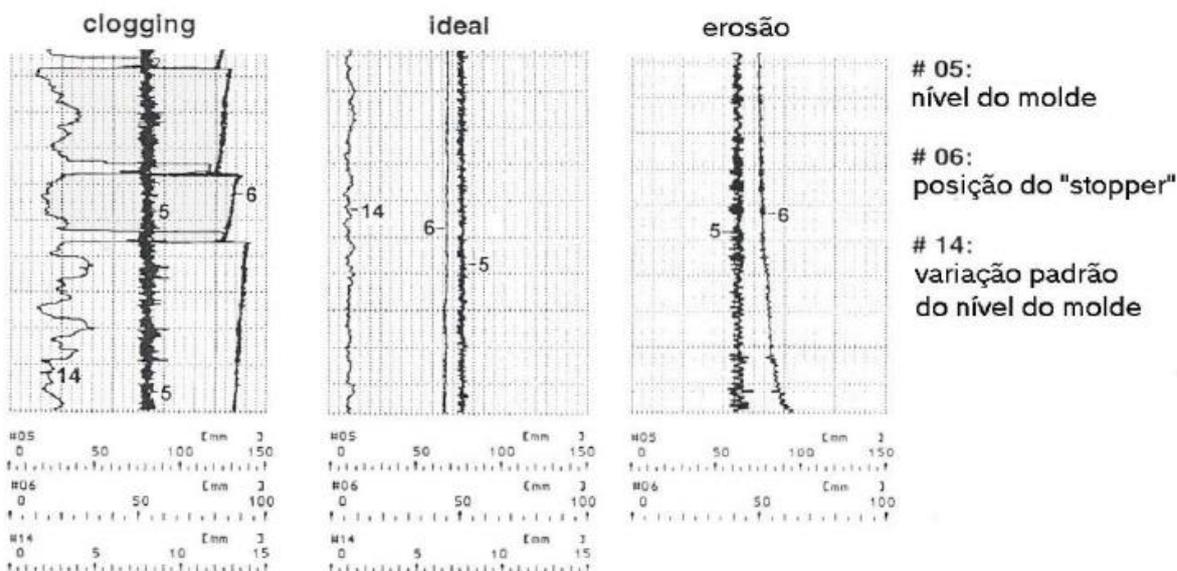


Figura 2.12 - Exemplos de comportamento de lingotamento contínuo. Fonte: adaptado de BANNENBERG (1995).

Observa-se na parte esquerda da figura 2.12 a situação típica de *clogging* (#06). Quando há depósito de alumina na válvula, haverá restrição do fluxo de aço para o molde, sendo necessário mover o tampão do distribuidor para cima. A formação de *clogging* pode estar atrelada a grandes flutuações do nível do molde (#05), particularmente durante o mecanismo de limpeza da válvula. Na parte central, está representada a situação ideal de lingotamento sem ocorrência de *clogging*. O tampão mantém-se estável e o nível do molde apresenta leves flutuações. A direita da figura ocorre o fenômeno de erosão em volta do tampão. Este é o caso

quando teor de cálcio residual é alto, resultando no excessivo desgaste do material que constitui o tampão (BANNENBERG, 1995).

O *clogging* não interfere apenas na produtividade do lingotamento. Em seu estudo, Zhang (2003) afirma que a qualidade interna dos produtos lingotados é afetada quando pedaços de *clogging* se destacam e são arrastados pelo fluxo de aço, levando a defeitos. Além disso, grandes variações no fluxo do molde podem levar a arrastamento de escória e defeitos superficiais.

Dekkers (2002) em seu trabalho cita que o depósito de *clogging* é, principalmente, devido a adesão de partículas de óxidos na superfície dos refratários da válvula submersa seguido de sinterização. Essa sinterização de pequenas partículas depositadas pode criar uma rede de depósitos irregulares. Dekkers (2002) ainda cita um estudo de Alavanja e al (1995) no qual a morfologia da rede de óxidos de alumínio encontrados no *clogging* são muito semelhantes com os clusters observados no aço líquido depois de desoxidação. Isso sugere que os clusters observados nos depósitos de *clogging* são formados como resultado da reoxidação do aço no distribuidor. O excesso de oxigênio causa a formação de  $Al_2O_3$ , o que pode transformar cálcio-aluminatos líquidos em sólidos devido ao enriquecimento com alumina.

A figura 2.13 representa a curva de lingotabilidade em função da composição das inclusões no aço tratados com cálcio. A lingotabilidade é classificada em boa ou má e razão  $Ca_{oxigênio}/oxigênio$  total (considera-se que todo o cálcio dissolvido no aço associado a inclusões de óxido). Aços contendo apenas inclusões de alumina pura tem lingotabilidade moderada. A lingotabilidade deteriora-se no início da conversão das inclusões para cálcio-aluminatos. Apenas quando a primeira fase líquida ocorre, isto é, em uma razão de  $Ca_{oxigênio}/oxigênio$  total aproximadamente 0,4 a lingotabilidade começa melhorar e com uma razão em torno de 0,6 a lingotabilidade atinge o máximo.

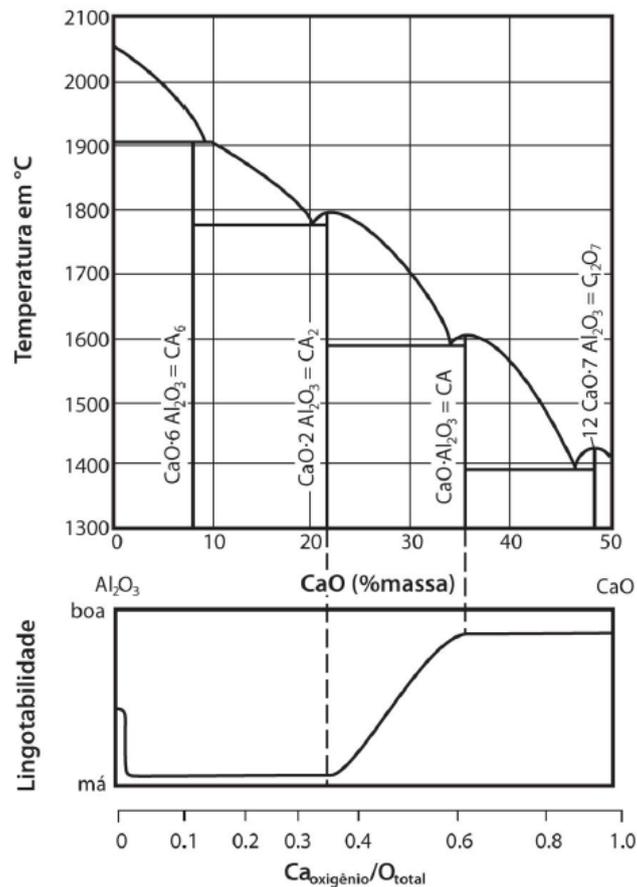


Figura 2.13 - Correlação entre o diagrama Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO com a lingotabilidade. Fonte: BANNENBERG, 1995.

## 2.7 Controle do tamanho de grão austenítico

O tamanho do grão (TG) exerce uma grande influência nas propriedades mecânicas dos aços, e por isso essa característica está presente em praticamente todas as especificações de produtos finais. Entre todos os mecanismos de aumento da resistência mecânica do aço, o refino do grão é o único que melhora, de forma simultânea, tanto a resistência mecânica quanto a tenacidade dos metais.

A medida mais eficaz para controle do crescimento do grão austenítico é o uso de uma dispersão homogênea de partículas de segunda fase. A interação entre as partículas e os contornos de grão gera uma reação à força motriz para o crescimento dos grãos. Quando um contorno de grão se encontra com uma partícula de segunda fase, para que o contorno cresça além da partícula, uma área equivalente à ocupada por ela deve ser criada, o que significa uma energia adicional necessária para englobá-la, que funciona, então, como uma energia de

travamento ao crescimento do grão. As partículas de segunda fase são tão efetivas que mesmo com partículas muito finas presentes em frações de volume baixos e partículas grosseiras em altas frações de volume são capazes de exercer um bom resultado no controle do crescimento do grão (KRAUSS, 2005).

Adição de pequenas quantidades de determinados elementos de liga no aço possibilita a formação dessas partículas com importante benefício no controle do crescimento de grão. Como a adição desses elementos é bem pequena, na ordem de 0,1% normalmente se aplica a eles o termo microligante, separando assim do termo usual elementos de liga que são adicionados em quantidades maiores ao aço (KRAUSS, 2005). Os principais elementos microligantes são o nióbio, o titânio e o vanádio, por sua capacidade de formar nitretos, carbonetos e, em alguns casos, carbonitretos que precipitam preferencialmente nos contornos de grão. O alumínio pode ser tratado como elemento microligante, pois apresenta alguns efeitos semelhantes aos elementos citados. O alumínio combina-se, principalmente, com o nitrogênio para formar nitretos no contorno de grão.

A norma ASTM E 112 é, usualmente, utilizada para medir o TG através da equação 2.2:

$$TG = (\log n / \log 2) + 1 \qquad \text{Equação 2.2}$$

onde  $n$  é o número de grãos por polegada quadrada em um aumento de 100 x. Nessa escala, quanto maior o valor do tamanho de grão TG, menor é o grão, ou seja, existe um maior número de grãos em uma polegada quadrada no aumento de 100 x.

### 3.0 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste capítulo será feito um detalhamento da metodologia realizada, bem como uma descrição dos materiais e das técnicas de análise utilizadas no estudo.

#### 3.1 Material utilizado

O aço utilizado é o DIN 38B3, equivalente ao DIN 38B2. A composição química nominal contida na norma DIN EN 10263-4 2001 é apresentada na tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Composição química nominal em % em massa do aço DIN 38B3. Fonte: Adaptado da norma DIN EN 10263-4 2001.

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Cu	B
Mínimo	0,35	0,15	0,60	-	-	-	-	0,0008
Máximo	0,40	0,30	0,90	0,025	0,025	0,300	0,25	0,005

Os elementos químicos que melhoram a temperabilidade do aço são, basicamente, aqueles que atrasam a transformação de fase austenítica para a ferrítica, levando a formação de fases de maior dureza (martensita e bainita) em baixas taxas de resfriamento. A nucleação da ferrita ocorre em pontos favoráveis na matriz austenítica, por exemplo: contornos de grão. O boro atua na restrição ou, até mesmo, na supressão total da formação da ferrita pela precipitação de finos carbonetos no contorno de grão. Esses carbonetos, os quais são coerentes com a matriz, contanto que seu tamanho permaneça pequeno, reduzem a energia interfacial do contorno e, portanto, reduzem a probabilidade do crescimento da ferrita.

O boro combina-se facilmente com o nitrogênio, por isso a produção de aços borados é acompanhada pela adição de titânio (entre 0,30% – 0,60% em massa). O titânio possui maior afinidade com o nitrogênio para formar nitretos do que o boro. Com isso, os nitretos de titânio (TiN) permitem que uma fração do boro permaneça livre e segregue nos contornos de grão na forma de finos carbonetos. Essa pequena fração livre é conhecida como a efetividade do boro e permite um melhoramento da temperabilidade do aço.

A aplicação desse aço é, principalmente, para materiais que sofrem processos de endurecimento superficial como, por exemplo, têmpera por indução.

### 3.2 Planejamento experimental

Para avaliar o efeito do teor de alumínio residual na lingotabilidade, no perfil das inclusões e no tamanho de grão do aço DIN 38B3 foram desenvolvidos dois Programas de Experiências (PE) para modificação de composição química e a realização de uma amostragem sistemática durante o processo de elaboração do aço DIN 38B3. O PE tem o objetivo de padronizar e estabelecer procedimentos para a emissão de programas de experiência, quando há desenvolvimento de produtos, alteração significativa no processo que envolva mudança no fluxo de fabricação ou no processo de fabricação. O PE é, então, uma ferramenta de acompanhamento e controle de um processo novo na usina no qual se deve dedicar atenção extra nos procedimentos operacionais uma vez que estes não são procedimentos de rotina (BIELEFELDT, 2005).

Foram desenvolvidas duas corridas de 60 toneladas, a primeira com teor de alumínio de 0,010% em massa e a segunda com 0,030%, denominadas C1 e C2, respectivamente. A proposta inicial desse estudo era realizar essas duas corridas na mesma posição do sequencial de produção, pois a tendência de entupimento da válvula submersa aumenta a medida que avança o número de sequencias no lingotamento. Contudo, devido ao processo de produção foi necessário produzir a corrida C1 como a primeira corrida do sequencial e a corrida C2 como a terceira corrida do sequencial. A rota de produção do material utilizado foi a de uma aciaria elétrica conforme apresentado na Figura 2.1. As corridas passaram por um tratamento de desoxidação complexa utilizando ligas de alumínio, silício e manganês. As adições de alumínio utilizaram a proporção de 1:1 para a adição de CaSi, conforme os parâmetros de produção. As duas corridas seguiram os padrões de desgaseificação e flotação especificados para essa qualidade.

O perfil inclusionário ao longo do processo de fabricação foi avaliado através da coleta de três amostras denominadas de P1, P2 e P3. Um esquema da retirada de amostras e ensaios realizados para esse estudo pode ser visto na Figura 3.1. Além disso, amostras de escória denominadas E1 e E2 também foram retiradas para análise.

Após o lingotamento contínuo, os tarugos de seção quadrada de 155x155mm foram laminados em barras redondas de diferentes diâmetros, conforme apresentado na Tabela 3.2. A indicação da diferença de diâmetros das barras é, particularmente, importante para o ensaio de

ultrassom por imersão, como será discutido na seção 3.2.3. Todas as barras passaram por inspeção por ultrassom automatizado.

Tabela 3.2 - Diâmetro das barras laminadas de cada corrida.

Corrida	Diâmetro da barra laminada (mm)
C1	28,58
C2	36,56

Três pedaços de barra laminada de 300 mm foram retiradas de cada corrida sem especificação da posição de laminação e foram chamadas de BL1, BL2, BL3 respectivamente. As barras foram submetidas ao ensaio de ultrassom por imersão para detecção de macroinclusões. Além disso, foi retirada uma amostra denominada P4 para os ensaios de caracterização de inclusões no produto acabado, conteúdo de oxigênio total e análise do tamanho de grão. Para a análise do *pick up* de nitrogênio utilizou-se as amostras P2 e P3.

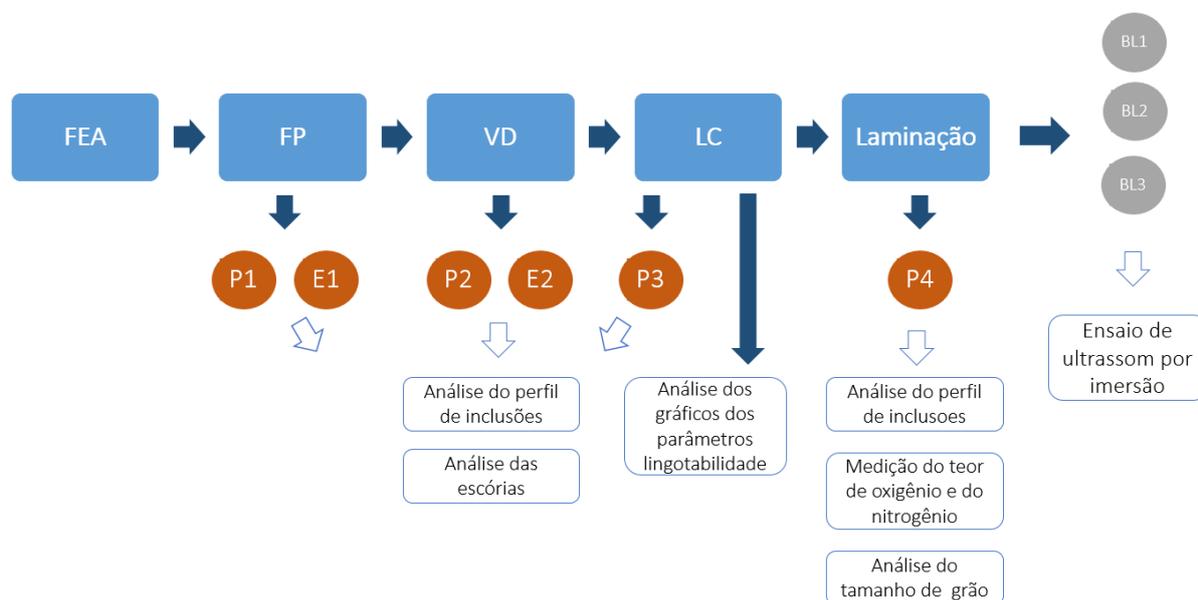


Figura 3.1 - Fluxograma esquemático da retirada de amostras e ensaios realizados.

### 3.2.1 Gráficos de lingotabilidade

Para avaliar a lingotabilidade durante a produção das duas corridas no LC foram analisadas três parâmetros, a saber: posição do tampão no distribuidor, nível de aço do molde e velocidade de lingotamento.

O tampão é posicionado, inicialmente, a uma altura fixa em relação aos veios do distribuidor. A abertura do tampão ocorre, gradualmente durante a corrida, quando se verifica uma obstrução da válvula submersa. Esse efeito acontece pela deposição de inclusões nas paredes da válvula, a qual vai reduzindo a seção de passagem de aço. Essa redução força a abertura do tampão para compensar a redução de seção e manter o fluxo de aço constante para dentro dos moldes. Quando o tampão chega à uma abertura limite é indicativo de formação de *clogging* e perda de um dos veios.

Na figura 3.2(a) pode-se observar o monitoramento de uma corrida com excelente lingotabilidade em relação ao tempo. Há uma estabilidade nas posições dos três tampões ao longo de toda a corrida. Enquanto que, a figura 3.2(b) mostra o monitoramento de uma corrida com má lingotabilidade, onde há ocorrência de *clogging*. Neste caso, observa-se uma instabilidade da posição dos tampões desde o início da corrida, com a abertura dos mesmos ao longo do tempo de lingotamento, até atingir o nível máximo de abertura possível. A figura 3.3 (a) mostra o nível de aço no molde em relação ao tempo. Observa-se uma grande flutuação no nível de aço o que caracteriza o *clogging*, enquanto que a figura 3.3 (b) mostra uma corrida com boa lingotabilidade.

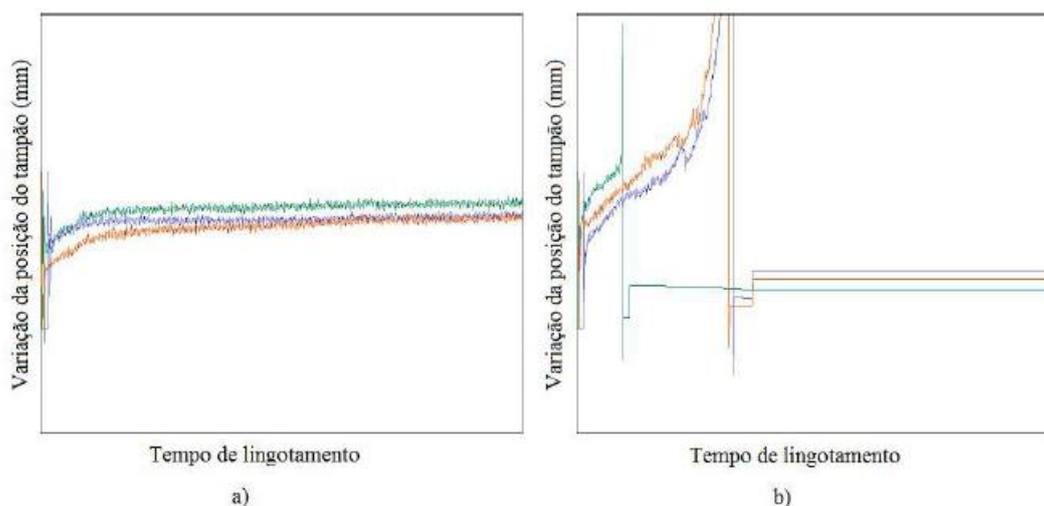


Figura 3.2 - Gráficos de lingotabilidade para os três veios de um distribuidor diferenciados pela cor: (a): corrida com excelente lingotabilidade; (b): corrida com má lingotabilidade.

Fonte: GARCIA, 2009.

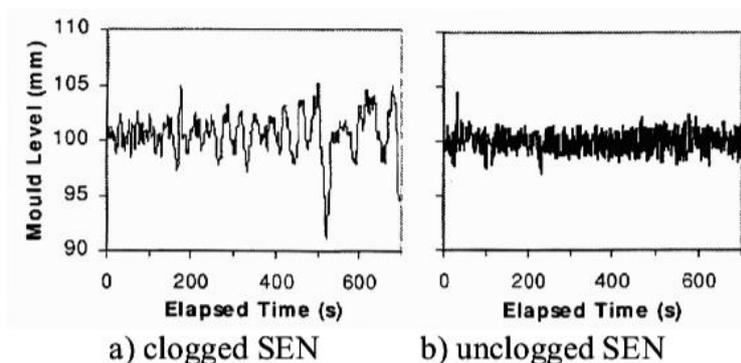


Figura 3.3 - Efeito do clogging no nível de aço do molde. (a) clogging na válvula submersa; (b) sem clogging. Fonte. THOMAS; BAI, 2001.

Para as duas corridas investigadas neste estudo, pretende-se avaliar se há ou não diferença de estabilidade entre o nível de abertura dos tampões, nível de aço no molde e velocidade de lingotamento de cada veio.

### 3.2.2 Sucatamento causado por macroinclusões

Para a detecção de defeitos internos, as corridas são submetidas à inspeção por ultrassom automatizado, onde é possível detectar discontinuidades que podem levar a rejeição do material. Uma das causas destas discontinuidades são as inclusões não metálicas. A decisão de rejeição por macroinclusões é definida de acordo com padrões estabelecidos de sinal de resposta.

As corridas foram inspecionadas em uma linha de inspeção do fabricante *Nutronik*. O método de ensaio adotado nesta linha é o teste por imersão, onde se utiliza como acoplante a água. Esta linha possui arranjo de seis transdutores alinhados, onde cada transdutor tem 8 mm de diâmetro. Os transdutores giram ao redor do perímetro da barra durante o deslocamento da mesma ao longo do seu eixo longitudinal. A velocidade de deslocamento das barras é de  $1,2 \text{ m.s}^{-1}$ . A frequência usada foi de 5 MHz.

### 3.2.3 Ensaio de ultrassom por imersão

As amostras de barra retiradas de cada corrida foram submetidas ao ensaio de ultrassom por imersão em água, o qual faz uma varredura de todo o volume de material. Para esse ensaio, utilizou-se um equipamento do fabricante Krautkrämer, modelo UPR4 (Figura 3.4(b)). O diâmetro do cabeçote usado foi de 6 mm e a frequência utilizada foi de 10MHz. Três barras de

300 mm de comprimento de cada corrida foram analisadas para detectar a presença de defeitos. O ensaio de ultrassom por imersão segue as especificações da norma SEP 1927.

A resolução do equipamento permite detectar defeitos de até 300 $\mu$ m, no entanto, devido à alta sensibilidade de detecção, existe uma maior probabilidade de existência de ruídos no sinal de resposta. Para minimizar os ruídos, as amostras sofreram um ciclo de tratamento térmico e usinagem para evitar a interferência da microestrutura e de imperfeições superficiais nas análises. Cada barra foi submetida a um tratamento térmico de normalização para homogeneizar a estrutura do material, com austenitização a 850°C e manutenção desta temperatura por 1 hora, finalizando com resfriamento ao ar. Após o tratamento térmico as barras foram usinadas em um torno para a remoção de 2 mm de camada superficial.

Durante o ensaio, a pressão exercida mecanicamente em um transdutor excita um cristal piezoelétrico, gerando uma onda que percorre o material até encontrar um refletor (defeito). A onda retorna até o transdutor e é convertida em um sinal elétrico. O sinal é então convertido em percurso sônico, fornecendo um ecograma que relaciona a intensidade do eco (%) com o percurso sônico (mm). A quantificação dos defeitos é feita por um índice chamado de severidade. A figura 3.4(a) mostra um exemplo de relatório obtido em um ensaio de ultrassom por imersão. O eixo x representa o comprimento varrido na barra e o eixo y representa o perímetro da barra.

A severidade é a soma do comprimento dos defeitos dividida pelo volume inspecionado, sendo sua unidade mm/dm<sup>3</sup>. Níveis aceitáveis para o índice de severidade são usualmente definidos pelos fabricantes de componentes mecânicos, e variam de acordo com a aplicação e com a faixa de diâmetro do produto acabado. Desse modo, a severidade pode ser um indicador da limpeza inclusionária do aço, ou seja, quanto menor a severidade, maior é a limpeza interna do material. Isso comprovando que o defeito é proveniente da presença de uma macroinclusão na matriz de aço. O diâmetro da barra laminada variou para cada corrida conforme a Tabela 3.2. Conforme citado anteriormente, a indicação do diâmetro é de particular importância para este ensaio, pois um grau de redução de seção mais elevado (isto é, barras de menor diâmetro) tem um maior potencial de quebrar e fracionar inclusões em partículas menores, reduzindo assim o índice de severidade.

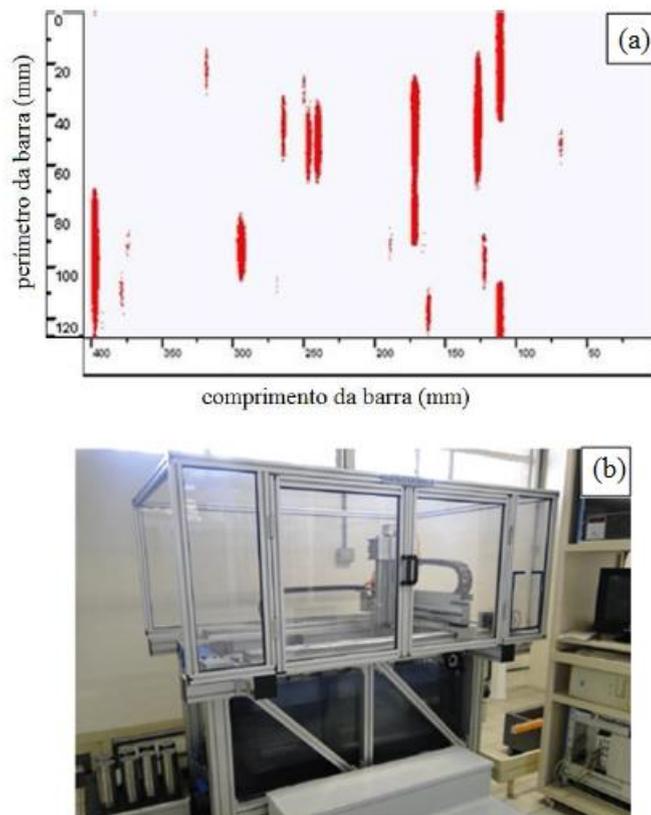


Figura 3.4 – (a): Exemplos de indicações de defeitos em uma barra laminada. (b): Equipamento de ultrassom por imersão utilizados nos ensaios. Fonte: REFATTI, 2014.

### 3.2.4 Conteúdo de oxigênio total e *pick up* de nitrogênio

Amostras para análise de oxigênio total foram retiradas das barras laminadas, enquanto que para a análise do *pick up* de nitrogênio utilizaram-se as amostras P2 e P3 de cada corrida. As amostras foram retiradas na forma de pinos com 12 mm de comprimento e com uma seção quadrada de 2x2mm, conforme apresentado na Figura 3.5(a). Os pinos foram limpos com acetona para remoção de impurezas e cortados em pequenas partes que foram pesadas em uma balança analítica até obter-se 1g de amostra. Posteriormente, as amostras foram analisadas em um detector simultâneo de oxigênio e nitrogênio, onde essas são fundidas em um cadinho de grafita com fluxo de gás inerte para arrastar o oxigênio liberado da amostra na forma de  $\text{CO}^2$  até um detector de radiação infravermelha. O modelo de equipamento utilizado para as medições de oxigênio total foi o LECO TC 436 (Figura 3.5(b)).

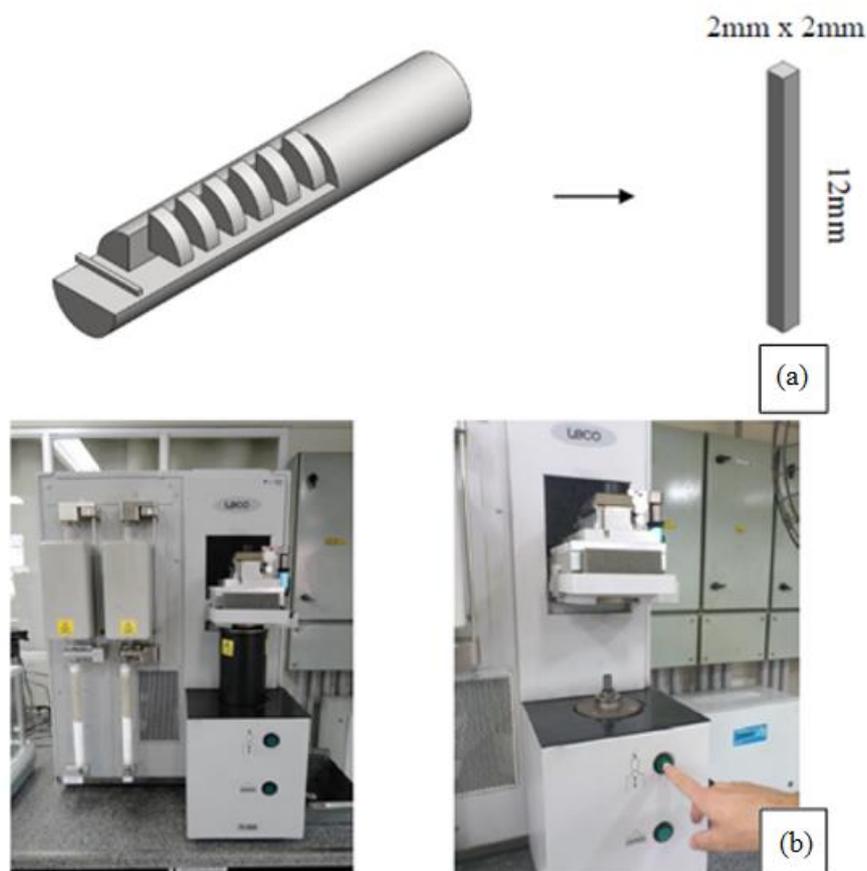


Figura 3.5 – (a): Representação da retirada de amostra para medição do teor de Oxigênio. (b): Medidor simultâneo de oxigênio e nitrogênio utilizado nas análises. Modelo LECO TC 436. Fonte: REFATTI, 2014.

### 3.2.5 Análise das escórias

As amostras E1 e E2 foram analisadas via Fluorescência de Raios X. Para esse ensaio, as amostras foram trituradas e prensadas em cadinhos e, em seguida, analisadas. Esse procedimento utiliza a contagem de sinais de radiação referentes a determinado elemento químico, esta contagem dá origem a um espectro com os elementos encontrados.

### 3.2.6 Caracterização de inclusões

Para a caracterização de inclusões, foram retiradas as seguintes amostras de cada corrida: amostra P1 após o ajuste de composição química no forno-panela, P2 após

desgaseificação a vácuo, P3 no distribuidor e P4 após laminação, conforme ilustrado na Figura 3.1. A caracterização destas amostras foi realizada para acompanhar a evolução das inclusões ao longo do processo no que diz respeito à composição química, distribuição de tamanho e fração em área ocupada.

Para a retirada de amostras durante o processo foi utilizado um amostrador do tipo Samp-O-Line do fabricante Hereaus Electro-Nite, que pode ser visto na Figura 3.6. Este amostrador consiste em uma cápsula metálica com revestimento refratário que coleta uma fração de aço líquido por capilaridade. Após a solidificação da amostra, essa é removida da cápsula para as etapas posteriores de preparação metalográfica.

Em seguida, as amostras obtidas foram preparadas por lixamento com lixas de granulometria de 400, 800 e 1200 mesh e polidas com pastas de diamante de granulometria de  $3\mu\text{m}$  e  $1\mu\text{m}$ , e posteriormente analisadas em um analisador de partículas automatizado acoplado a um sistema de MEV-EDS. Neste trabalho utilizou-se um analisador do fabricante ASPEX Corporation (Figura 3.7) para estudar a distribuição de tamanho, a fração em área ocupada e a composição químicas das inclusões.

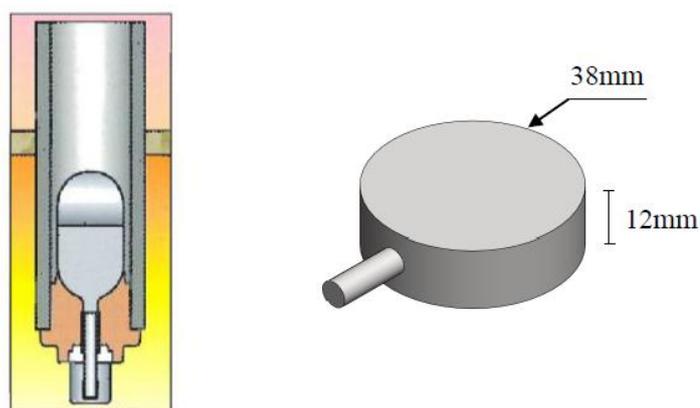


Figura 3.6 - Amostrador do tipo Samp-O-Line do fabricante Hereaus Electro-Nite utilizado para a retirada de amostras durante o processo de fabricação. Fonte: adaptado de BIELEFELDT, 2005.



Figura 3.7 - Analisador de partículas automatizado utilizado nos ensaios. Fonte: REFATTI, 2014.

Para a realização dessa análise foi utilizado como referência o trabalho de REFATTI, 2014.

Área de inspeção foi de  $50 \text{ mm}^2$  por amostra. Entretanto, uma vez que as áreas analisadas não foram precisamente as mesmas, variando entre  $50$  e  $60 \text{ mm}^2$ , tomou-se como base de dados para caracterização das partículas a densidade de inclusões ( $\text{inclusões}/\text{mm}^2$ ) por amostra ao invés do número absoluto de partículas.

O processo automatizado de análise de partículas é apresentado a seguir. O software realiza os seguintes passos:

- Busca por inclusões em uma região pré-determinada (círculo, quadrado, linha, etc.);
- A região definida pelo usuário é automaticamente subdividida em quadros menores. O tamanho dos quadros é determinado pela magnificação utilizada, que neste trabalho foi de  $200\times$ ;
- A região de cada quadro é escaneada pelo feixe de elétrons e o sinal dos elétrons retroespalhados é medido. As partículas são diferenciadas da matriz através de um critério baseado na intensidade do pixel;
- Quando uma partícula é encontrada, esta é medida de acordo com um algoritmo de cordas. O algoritmo encontra o centro da partícula e a partir deste ponto traça 16 cordas com intervalos de aproximadamente  $11$  graus. Parâmetros métricos das cordas são gravados, como o tamanho máximo e mínimo, tamanho médio, etc.

- Se a partícula se adequar a um critério de forma pré-definido pelo usuário, esta será posteriormente quantificada por uma análise de EDS;
- O feixe é centrado na partícula e o espectro EDS é coletado e utilizado para classificar a inclusão de acordo com um critério definido pelo usuário;
- O processo é repetido para cada partícula em cada quadro da região determinada (REFATTI, 2014).

Esse equipamento fornece, aproximadamente, a composição química elementar de cada partícula. A partir disso, o ASPEX fornece um relatório padronizado no qual cada partícula é classificada em determinado composto através da aplicação de uma série de filtros.

Os resultados da composição química elementar das partículas analisadas foram transferidos para uma planilha eletrônica do Microsoft Excel desenvolvida pelo Laboratório de Siderurgia da UFRGS para serem convertidos na forma de óxidos através de relações diretas de estequiometria entre o composto em questão, a massa atômica do elemento e a massa medida na análise EDS. Esta planilha possui um algoritmo que aplica filtros e classifica as partículas analisadas em diversos grupos de compostos, apresentando-as em diagramas ternários. Os sistemas ternários utilizados para cada etapa do processo foram os seguintes:

CaO-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – Durante as etapas de refino secundário (amostras P1 e P2).

CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO – Após o refino secundário, no distribuidor do lingotamento contínuo (amostra P3) e na amostra de barra laminada (amostra P4).

Os filtros utilizados para separar as inclusões em diferentes classes e seus respectivos critérios estão apresentados na Tabela 3.3.

### 3.2.7 Medida do tamanho de grão austenítico

Para as amostras P4 das corridas C1 e C2 realizou-se a análise do tamanho de grão austenítico através do método de comparação padronizado pela norma ASTM E 112. Esse método não envolve a contagem dos grãos, mas, como o nome sugere, envolve a comparação da estrutura do grão com uma série de imagens padronizadas dispostas em uma tabela, conforme é mostrado na figura 3.8.

Para realizar esse procedimento, as amostras passaram por processo de oxidação a 860° C por uma hora, esse método revela o grão austenítico pela oxidação preferencial dos contornos de grão durante a austenitização. Em seguida, as amostras foram resfriadas em água e lixadas

com lixas de granulometria de 600 e 1200 mesh e polidas com pastas de diamante de granulometria de  $3\mu\text{m}$  e  $1\mu\text{m}$ . Para revelar o grão austenítico de cada amostra, utilizou-se o reagente metalográfico Vilela (10g ácido pícrico, 50 ml ácido clorídrico e 100ml de álcool etílico). Então, as amostras são analisadas em um microscópio óptico onde suas imagens foram registradas para uma magnitude de 100  $x$ . O equipamento utilizado foi um microscópio óptico da marca *Zeiss*, modelo *LEO 440 V.02.04*. As imagens são comparadas com os quadros de norma ASTM E 112.

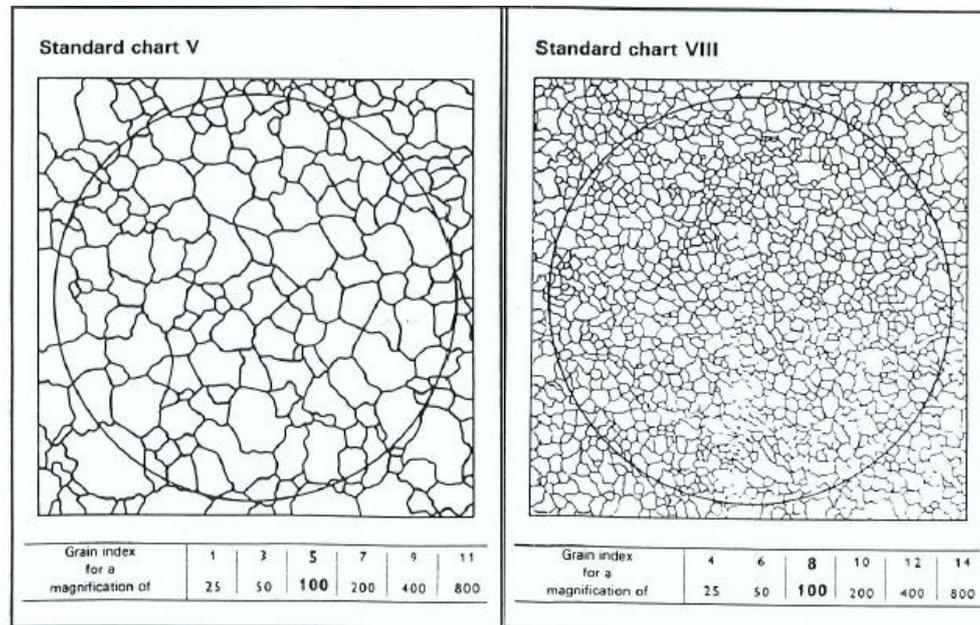


Figura 3.8 - Exemplo de quadros para tamanho de grão 5 e 8, respectivamente. FONTE: norma ASTM E 112.

Tabela 3.3 Critérios de filtragem em diferentes classes para as inclusões detectadas. Fonte: REFATTI, 2014.

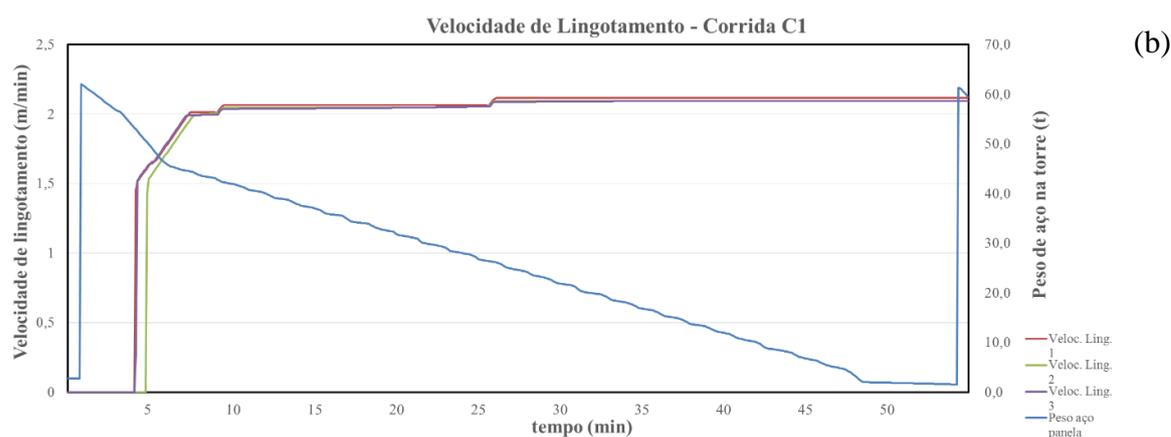
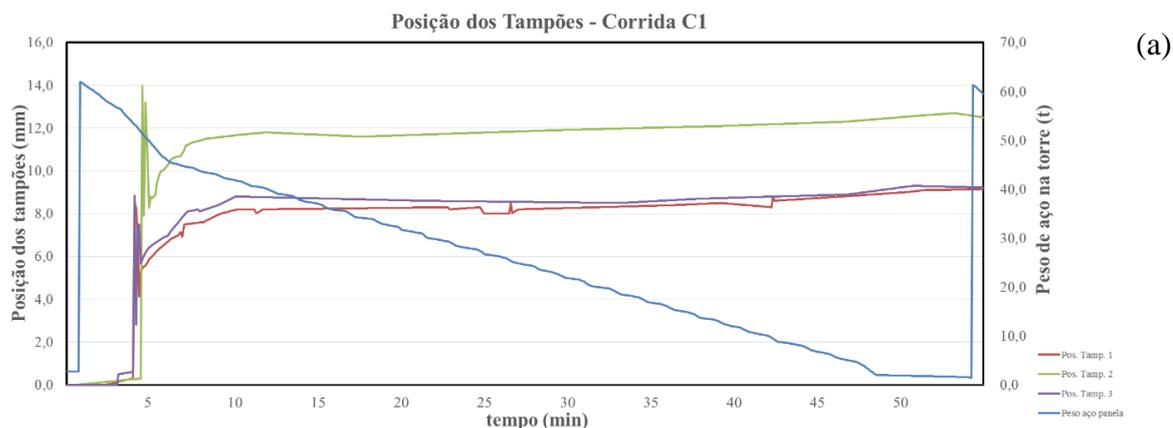
Classe	Critérios (valores em % em massa)
MgO Over 75	$Mg \geq 75$
Alumina	$Al \geq 90$ e $Ca < 3$ e $Mg < 3$
Spinel Pure	$Al \geq 35$ e $Mg/(Al+Mg+Ca) \geq 0,15$ e $(Al+Mg) \geq 70$ e $(100*S/(Ca+Al+S)) < 10$ e $Mn < 10$ e $Si < 8$ e $Ca < 5$
Spinel Rich	$Al \geq 30$ e $Mg/(Al+Mg+Ca) \geq 0,10$ e $Ca < 20$
MgO 25	$Mg \geq 25$
MnSiAl	$Mn \geq 10$ e $Si \geq 10$ e $Al \geq 10$ e $S < 5$
MnSiAl	$Mn \geq 20$ e $Si \geq 10$ e $Al \geq 10$
Low Mg Spinel	$Al \geq 35$ e $Mg/(Al+Mg+Ca) \geq 0,15$ e $(Al+Mg) \geq 70$ e $Mg \geq 2$
C <sub>3</sub> A	$(Ca+Al) \geq 50$ e $Al/Ca \geq 0,2$ e $Al/Ca < 0,4$ e $Si < 20$
C <sub>12</sub> A <sub>7</sub>	$(Ca+Al) \geq 50$ e $Al/Ca \geq 0,4$ e $Al/Ca < 0,8$ e $Si < 20$
CA	$(Ca+Al) \geq 45$ e $Al/Ca \geq 0,8$ e $Al/Ca < 1,5$ e $Si < 20$
CA <sub>2</sub>	$(Ca+Al) \geq 45$ e $Al/Ca \geq 1,5$ e $Al/Ca < 3$ e $Si < 20$
CA <sub>6</sub>	$(Ca+Al) \geq 45$ e $Al/Ca \geq 2,5$ e $Al/Ca < 3$ e $Si < 20$
CaSiAl Over 5	$Si \geq 5$ e $Ca \geq 5$ e $Al \geq 5$
MnSi	$Mn \geq 20$ e $Si \geq 10$ e $S < 10$ e $Al < 3$
MnSiS	$Mn \geq 20$ e $Si \geq 10$ e $S \geq 10$ e $Al < 3$
Alumina	$Al \geq 65$
AlSi	$Al \geq 10$ e $Si \geq 10$ e $(Al+Si) \geq 70$ e $Ca < 10$
CaSiAlMg	$Ca \geq 10$ e $Si \geq 5$ e $Al \geq 10$ e $Mg \geq 5$
CaSiAl	$Ca \geq 10$ e $Si \geq 5$ e $Al \geq 10$
CaSi	$Ca \geq 10$ e $Si \geq 5$
REJECT	$Mn \geq 10$ e $S \geq 10$ e $(Mn+S) \geq 50$

## 4.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Este capítulo apresenta os resultados do efeito do teor de alumínio residual sobre a lingotabilidade, limpeza do aço e tamanho de grão. De acordo com a revisão da literatura, foram utilizadas as seguintes variáveis de resposta para a comparação das amostras das corridas: gráficos de lingotabilidade, sucata causada por macroinclusões, severidade em ultrassom por imersão, conteúdo de oxigênio total e análise do pick up de nitrogênio, distribuição e morfologia das inclusões via ASPEX e análise do tamanho de grão.

### 4.1 Lingotabilidade

Os gráficos de lingotabilidade, velocidade de lingotamento e nível de aço nos moldes são as primeiras variáveis de resposta disponibilizadas, pois os dados são coletados de forma instantânea durante o lingotamento contínuo. As figuras 4.1(a), 4.1(b) e 4.1(c) apresentam esses dados para corrida C1, enquanto que as figuras 4.2(a), 4.2(b) e 4.2(c) referem-se a corrida C2.



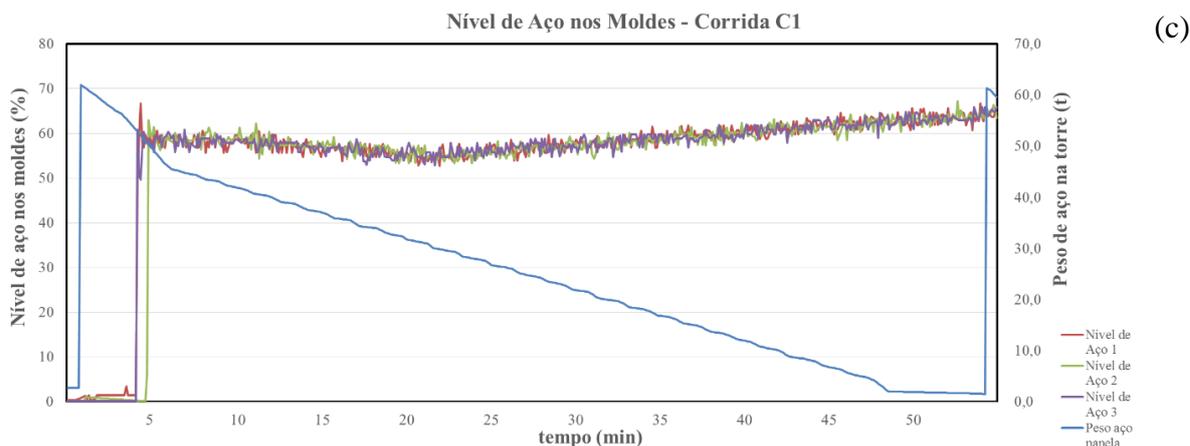


Figura 4.1 – (a): Gráfico de lingotabilidade da corrida C1 do sequencial onde foram conduzidos os testes: os veios são representados pelas linhas verde, vermelha e roxa. (b): Gráfico velocidade de lingotamento da corrida C1: as linhas em verde, vermelho e roxo representam a velocidade de cada veio. (c): representação do nível de aço no molde em porcentagem para cada veio.

A figura 4.1(a) mostra a abertura dos tampões ao longo do tempo de lingotamento da corrida C1 (primeira do sequencial de produção). O tempo aproximado do sequencial no eixo x do gráfico é de 55 min. O eixo y à esquerda representa o nível de abertura dos tampões em milímetros e à direita a quantidade de aço na panela em toneladas representada pela linha azul. Nesta figura, as linhas em verde, vermelho e roxo representam cada veio do distribuidor. Observou-se que as três linhas apresentam estabilidade semelhante ao longo da corrida, sendo a variação máxima registrada de 1,3mm.

A figura 4.(b) apresenta a velocidade de lingotamento para cada veio. O eixo y à esquerda representa a velocidade de lingotamento em metros/minutos e à direita a quantidade de aço na panela em toneladas. Observou-se que a velocidade de lingotamento mantém-se estável durante toda a corrida, apresentado uma variação de 0,10 m/min.

A figura 4.1(c) apresenta o nível de aço nos moldes. O eixo y à esquerda mostra o nível de aço nos moldes em porcentagem. Observou-se que o nível de aço no molde se mantém estável durante o processo.

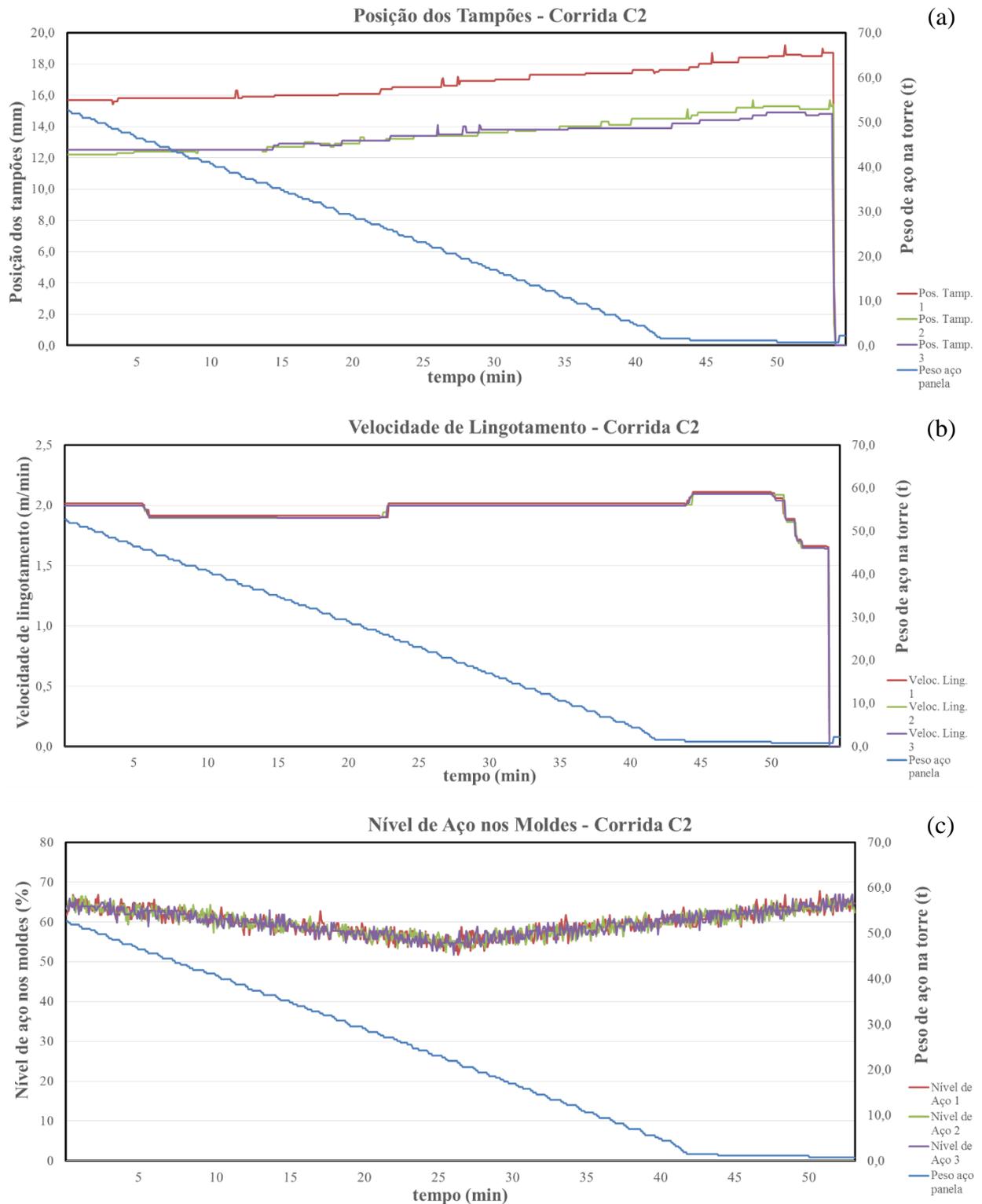


Figura 4.2 – (a): Gráfico de lingotabilidade da corrida C2 do sequencial onde foram conduzidos os testes: os veios são representados pelas linhas em verde, vermelha e roxa. (b): Gráfico velocidade de lingotamento da corrida C1: as linhas em verde, vermelho e roxo representam a velocidade de cada veio. (c): representação do nível de aço no molde em percentagem para cada veio.

A figura 4.2(a) e (b) representa a abertura dos tampões ao longo do tempo de lingotamento e a velocidade de lingotamento de cada veio da corrida C2 (terceira corrida do sequencial de produção), respectivamente. Os gráficos são mostrados no mesmo formato que para a corrida C1. Observou-se na figura 4.2(a) uma moderada variação no posicionamento dos tampões. A máxima variação registrada entre o início e o final da corrida foi de 3,0 mm no veio 1, sendo que os dois outros veios ficaram com uma variação de 2,2 mm. Na figura 4.2(b) observou-se que a velocidade de lingotamento ao longo de cada veio sofre uma variação em torno de 0,20 m/min ao longo da corrida. Na figura 4.2(c) representa o nível de aço nos moldes da corrida C2, na qual se observou a mesma estabilidade detectada para corrida C1.

Devido a montagem das válvulas submersas, as linhas de cada veio apresentaram-se desencontradas havendo pequenas diferenças na montagem das mesmas. Desta forma, quando os tampões são fechados para a partida da máquina, eles podem não coincidir na cota “zero” do fundo do distribuidor (GARCIA, 2009).

Dado que a sequência de cada corrida é diferente, se estabeleceu um procedimento para normalizar os dados dos tampões de cada corrida com maior variação na posição, de modo que se tornem comparáveis. Esse procedimento considerou o ponto inicial de cada tampão como zero e normalizou-se o restante dos pontos em relação ao referencial inicial. Esse resultado é apresentado no gráfico da figura 4.3.

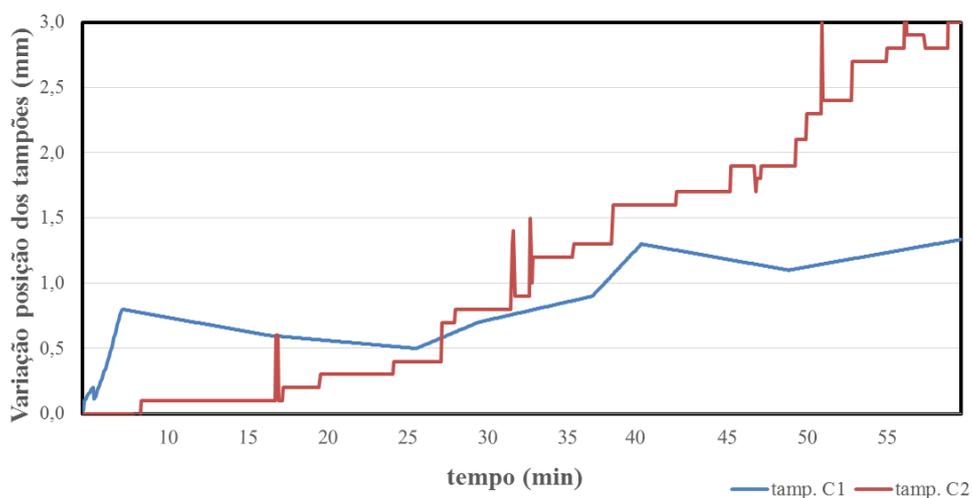


Figura 4.3 - Variação dos tampões para corrida C1 e C2.

Observou-se que o tampão da corrida C2 teve um crescimento mais abrupto em relação o tampão da corrida C1 a partir de, aproximadamente, 25 mm. A corrida C2 apresenta um teor de alumínio residual maior, o que pode influenciar na lingotabilidade da corrida, pois pode-se

formar um maior número de depósitos de inclusões nas paredes da válvula o que resultaria num aumento mais pronunciado da posição do tampão. Além disso, essa corrida é a terceira do sequencial de produção e pode ter sofrido influência das duas corridas anteriores. A tendência do entupimento da válvula submersa aumenta a medida que avança o número de sequencias no lingotamento. Isto pode ser devido a um efeito acumulativo de depósitos de inclusões nas paredes das válvulas ou um maior desgaste dos refratários do distribuidor (CERRUTTI; 2011).

De uma forma geral, as duas corridas apresentam uma boa lingotabilidade. A corrida C1 apresentou uma menor variação da posição do tampão que a corrida C2, contudo não se observaram variações abruptas de abertura ao longo das mesmas o que é um indício de boa limpeza do aço. A velocidade de lingotamento e o nível de aço nos moldes mostraram-se estáveis para as duas corridas.

#### 4.2 Sucatamento causado por macroinclusões

Após a laminação, todas as barras de ambas as corridas foram inspecionadas em linhas automatizadas de ultrassom. Os resultados do índice de sucamento são mostrados na tabela 4.1 para corrida C1 e C2.

Tabela 4.1 - Sucatamento por macroinclusão nas linhas automatizadas de ultrassom.

Corrida	Sucatamento por macroinclusão (%)
C1	0,00
C2	0,00

A tabela 4.1 mostra que não houve sucamento por macroinclusão em nenhuma corrida. Este resultado reforça o conceito debatido na seção 4.1, onde a boa estabilidade observada nas duas corridas, aliada à ausência de variações abruptas na posição dos tampões, minimizaria a probabilidade de desprendimento e arraste de partículas provenientes dos depósitos das paredes da válvula submersa para o interior dos moldes, refletindo em uma boa limpeza do aço nos tarugos.

#### 4.3 Severidade em ensaio de ultrassom pelo método de imersão

Os resultados do ensaio de ultrassom por imersão são mostrados na Tabela 4.2. Estão discriminados o diâmetro das barras laminadas e o grau de redução de seção obtido.

Tabela 4.2 - Resultados do ensaio de ultrassom por imersão.

	Corrida C1	Corrida C2
Diâmetro da barra laminada (mm)	28,58	36,56
Grau de Redução	37,4 :1	22,9 :1
$\Sigma$ Comprimento dos defeitos (mm)	2,5	1,2
Volume inspecionado (dm <sup>3</sup> )	0,12	0,28
Severidade (mm/dm <sup>3</sup> )	20,83	4,28

Observou-se que a corrida C1 apresentou o maior nível de severidade, enquanto que a corrida C2 apresentou-se como a corrida com menor comprimento de defeitos e, conseqüentemente, menor nível de severidade. A corrida C1 apresentou grau de redução de 37,4:1, o que corresponde a uma redução de 63% maior do que a corrida C2. Este resultado foi contrário ao que se era esperado pelas práticas industriais e pela literatura, isto é, o grau de redução de seção mais elevado provoca o fracionamento e dispersão de grandes partículas pouco deformáveis (WHILE et al, 1998), reduzindo assim o nível de severidade. O resultado também não foi esperado em relação ao teor alumínio residual, pois com a diminuição desse elemento era esperado que a incidência de defeitos internos diminua.

No intuito de confirmar a existência de macroinclusões na região indicada pelo ensaio de ultrassom – e descartar a hipótese da influência da microestrutura ou da presença de trincas internas no sinal recebido – as barras com defeitos das corridas C1 e C2 foram cortadas transversalmente na região onde o sinal do ultrassom indicou o defeito e foram analisadas via MEV.

A figura 4.4(b) mostra o relatório do ultrassom por imersão para corrida C2, no qual há a indicação de um possível defeito, porém não foi encontrada nenhuma evidência de defeito na região indicada através da análise metalográfica. Descartou-se, também, a presença de trincas internas e influência da microestrutura. Como o defeito possui um comprimento em torno de 1,2 mm, o que qualifica em um defeito de pequena dimensão, ele pode ter sido consumido durante as etapas de preparação da amostra.

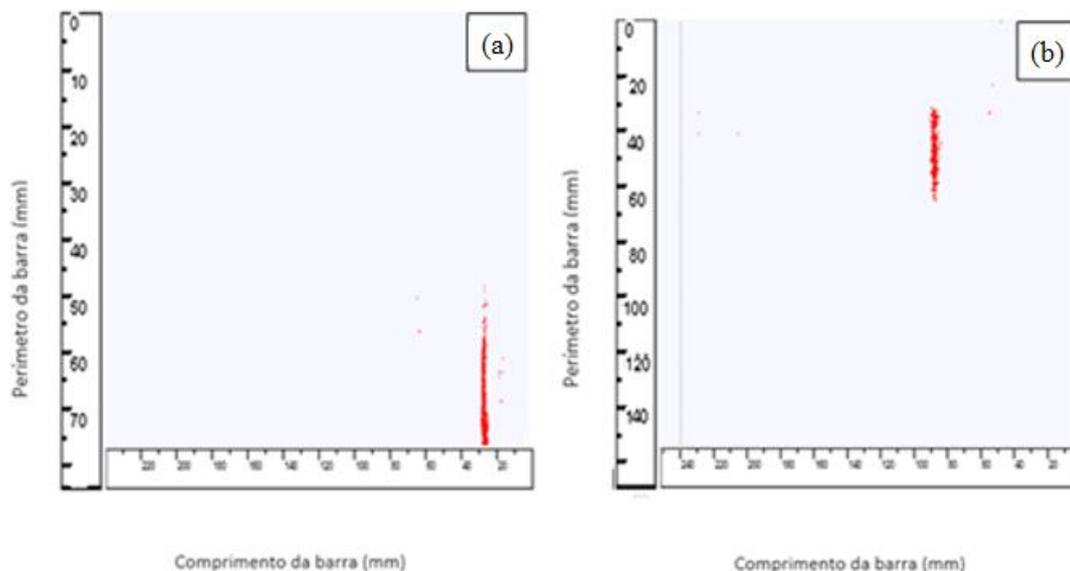


Figura 4.4 – (a): Indicação de defeito interno em uma das barra da corrida C1 submetida ao ensaio de ultrassom pelo método de imersão. (b): Indicação de defeito interno em uma das barra da corrida C2.

A figura 4.4(a) mostra o relatório do ensaio de ultrassom por imersão para amostra da corrida C1. O resultado da análise do MEV pode ser visto na figura 4.5. A composição química da partícula foi analisada por mapeamento de raios-x via MEV-EDS com elétrons retroespalhados. Como pode ser visto na figura 4.5, o defeito encontrado é uma macroinclusão, a qual possui como principais constituintes: Al, Ca. Essa macroinclusão pode ser classificada como um aluminato de cálcio e apresenta morfologia irregular.

Essa macroinclusão pode ser oriunda do processo de fabricação, porém seu formato irregular sugere que sua origem possa também estar relacionada com a escória sintética utilizada no lingotamento contínuo para a cobertura do distribuidor. Essa cobertura pode ser composta de casca de arroz ou de fluxos básicos ( $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ ). Os fluxos básicos tem, geralmente, menor viscosidade e, por isso, são mais fáceis de serem arrastados para dentro do aço líquido (ZHANG; THOMAS, 2002).

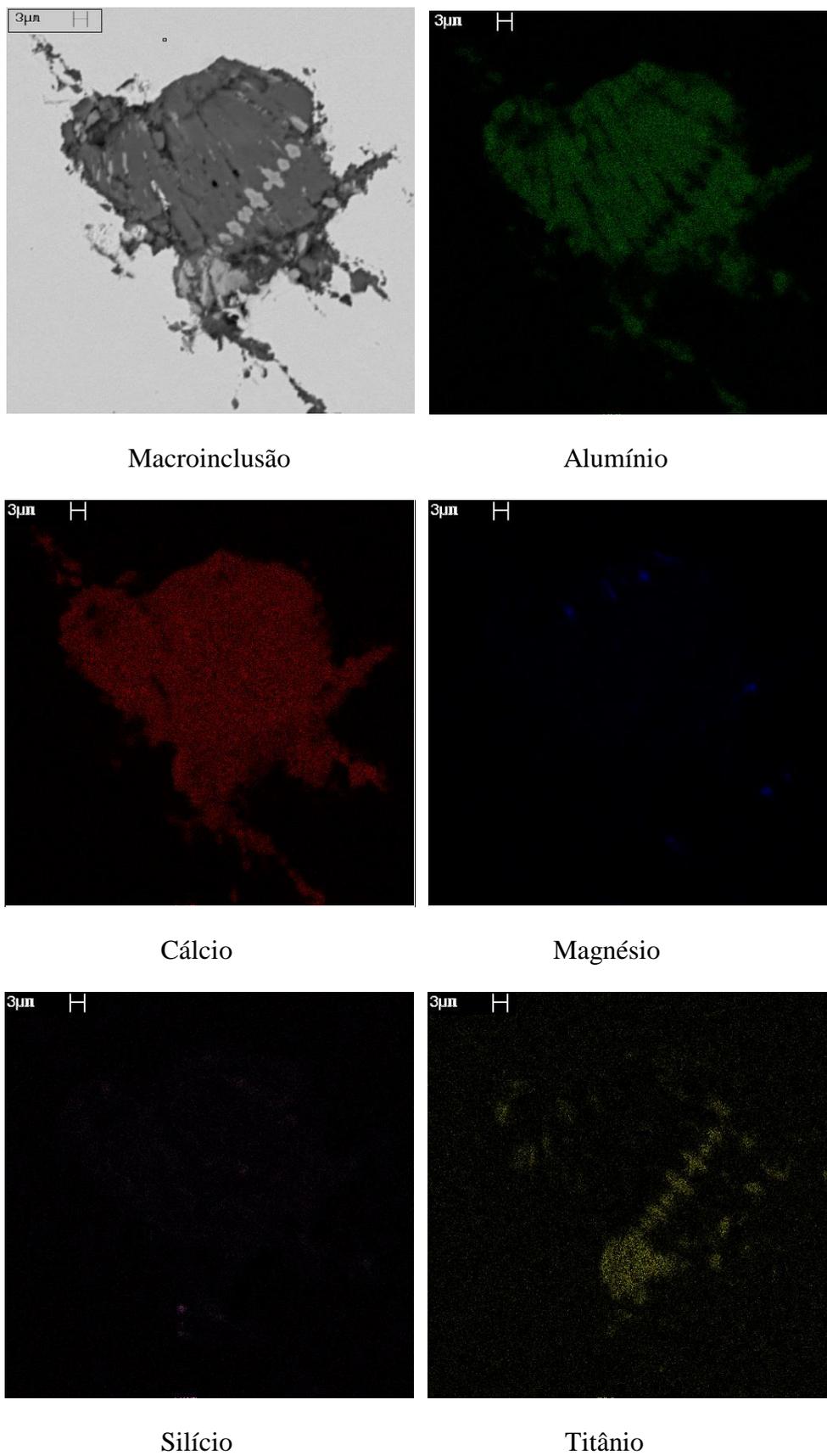


Figura 4.5 - Análise MEV-EDS para o defeito encontrado na amostra da corrida C1.

#### 4.4 Composição química do aço

A tabela 4.3 mostra a composição química obtida na amostra P3 para as corridas C1 e C2. Observou-se que não há grandes variações entre os elementos químicos, com exceção do alumínio que foi de 0,010% em massa para corrida C1 e 0,030 % em massa para a corrida C2.

Tabela 4.3 - Composição química em % massa da amostra P3 para a corrida C1 e C2.

Corrida	C	Si	Mn	P	S	Cr	Cu	B	Ti	Al
C1	0,380	0,280	0,820	0,017	0,012	0,120	0,160	0,002	0,049	0,010
C2	0,370	0,280	0,830	0,022	0,012	0,080	0,170	0,002	0,052	0,030

Os resultados do conteúdo de oxigênio total para a barra laminada de cada corrida (amostra P4) e do *pick up* de nitrogênio para as amostras P2 e P3 podem ser visualizados na tabela 4.4. As diferenças no *pick up* de nitrogênio dissolvido no banho entre P3 e P2 podem evidenciar a absorção de ar atmosférico ao banho o qual é fonte também de oxigênio que gera novas inclusões.

Tabela 4.4 - Conteúdo de oxigênio total e *pick up* de nitrogênio para cada corrida.

Corrida	Oxigênio Total (ppm)	Pick up de Nitrogênio (ppm)
C1	12	22
C2	9	10

Observou-se que a corrida C1 apresentou um conteúdo de oxigênio de 12 ppm, enquanto que a C2 apresentou 9 ppm. O *pick up* de nitrogênio foi de 22 ppm para a C1 e 10 ppm para a C2. É possível observar uma tendência a reoxidação da corrida C1. A reoxidação é uma das principais fontes de inclusões exógenas. No caso de aços alcalmados ao alumínio, esse fenômeno promove a formação de inclusões ricas em alumina, que podem facilmente se acumular na parede da válvula submersa e ocasionar o *clogging*. Além disso, a lingotabilidade piora quando os indicadores de reoxidação são mais elevados (CERRUTTI, 2011).

O cálcio residual da amostra P3 também foi analisado para as duas corridas e está representado no gráfico da figura 4.6.

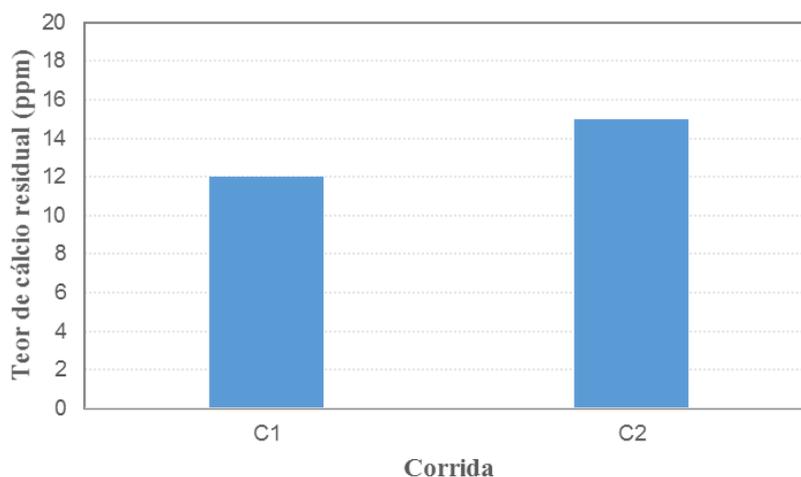


Figura 4.6 - Teor de cálcio residual na corrida C1 e C2.

A quantidade de cálcio adicionada no aço deve ser suficiente para converter os óxidos de alto ponto de fusão em inclusões líquidas, mas não deve ser tão elevada para promover a precipitação de sulfetos de cálcio, os quais são sólidos na temperatura de lingotamento e também pode ser depositar na parede da válvula. Quando o nível de cálcio é baixo as inclusões não se modificam adequadamente, permanecendo com uma elevada fração sólida (CERRUTTI; 2011).

A tendência de entupimento da válvula submersa aumenta para valores baixos (<10 ppm) e altos (>25 ppm) de cálcio. Observou-se que a corrida C1 teve menor teor de cálcio residual do que a corrida C2, porém ambas possuem teores de cálcio dentro da faixa para promover uma boa lingotabilidade, o que está acordo com os gráficos de lingotabilidade.

#### 4.5 Caracterização de inclusões

A caracterização das inclusões consistiu na determinação da composição química elementar da distribuição de tamanho ao longo das amostras e da análise dos diagramas ternários.

### 4.5.1 Composição química

As figuras 4.7 e 4.8 mostram de forma gráfica a composição química elementar média das inclusões para cada amostra das corridas C1 e C2. Foram considerados os principais elementos constituintes das inclusões e desconsideradas as inclusões de titânio classificadas no ASPEX. Os elementos com teores residuais não apreciáveis foram desconsiderados. Os valores descritos estão em % em massa.

Por causa da massa atômica relativamente baixa do oxigênio, a medição direta de seu pico no espectro EDS não é confiável, pois a precisão requerida do equipamento deveria ser muito elevada (KONOPKA, 2012). Por isso seu resultado não será apresentado diretamente pelo espectro EDS. Posteriormente, as inclusões foram convertidas para óxidos através de relações diretas de estequiometria entre o composto em questão, a massa atômica do elemento e a massa medida na análise EDS. Esses óxidos foram então plotados em diagramas ternários, como será discutido a seguir na seção 4.5.3.

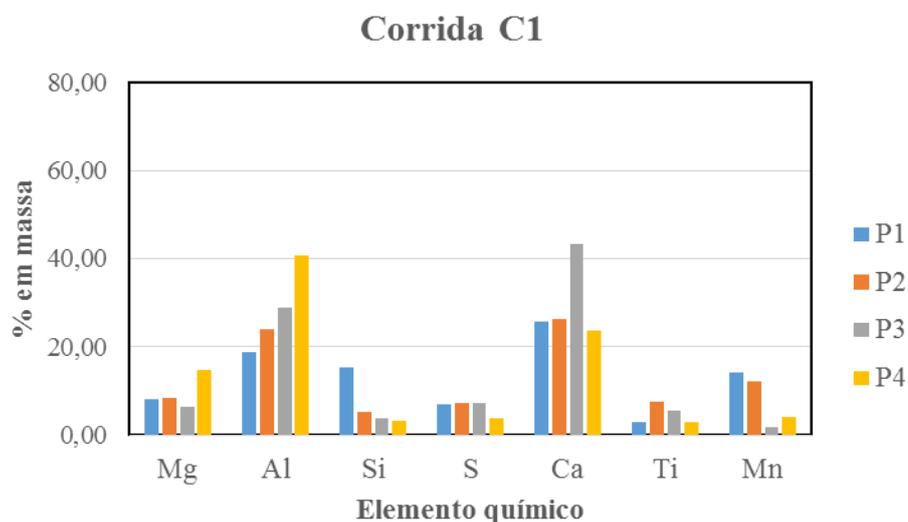


Figura 4.7 - Composição química elementar média das inclusões ao longo do processo de fabricação do aço para corrida C1.

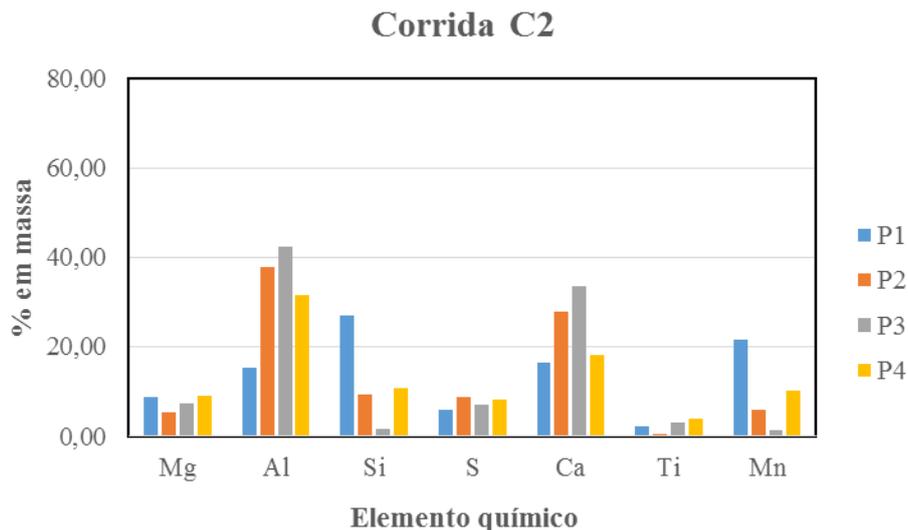


Figura 4.8 - Composição química elemental média das inclusões ao longo do processo de fabricação do aço para corrida C2.

Após o refino secundário no FP (amostra P1), a composição das inclusões são parecidas para corrida C1 e C2.

Após o tratamento de desgaseificação a vácuo (amostra P2), notou-se o aumento de cálcio para ambas as corridas. Esse comportamento pode ser explicado pela grande interação entre o aço e escória promovida pelo tratamento de desgaseificação com injeção de gás inerte – as reações metalúrgicas são favorecidas, facilitando a incorporação de cálcio às inclusões (BIELEFELDT, 2005).

No lingotamento contínuo (amostra P3) o teor de alumínio e cálcio aumentam para ambas as corridas. Esse aumento pode estar relacionado com a adição de fios de alumina e do tratamento com cálcio após a amostra P2 o que contribuiu para maiores teores desses elementos.

Após o aço ser solidificado e laminado (amostra P4), a corrida C1, observou-se um aumento no teor de alumínio e uma queda no teor de cálcio. Isso pode ser explicado pelo fenômeno da desoxidação secundária, onde o limite de solubilidade do oxigênio no aço diminui com a queda de temperatura devida à solidificação, e, conseqüentemente, ocorre a formação de novas inclusões. Uma vez que não há mais a presença da escória de alta basicidade e que o limite de solubilidade do cálcio no aço é muito baixo, não há mais oferta desse elemento às inclusões, e seu teor diminui.

O teor de magnésio nas inclusões não apresenta grandes variações ao longo do processo para as duas corridas. Isso permite inferir que não houve maior incorporação de Mg de fontes

externas, como refratários e escória. Para a corrida C1 a amostra P4 apresentou um teor maior de Magnésio.

A Tabela 4.5 apresenta uma análise da composição química da escória de refino secundário para cada corrida.

Tabela 4.5 - Composição química das escórias de refino secundário E1 e E2. Valores expressos em % em massa.

Corrida	Amostra	CaO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	MgO	FeO	MnO	S	Basicidade Binária
C1	E1	49,19	8,84	21,95	10,83	0,42	0,14	1,13	2,24
	E2	52,62	8,72	20,93	12,27	0,83	0,23	0,87	2,51
C2	E1	47,62	7,51	20,77	18,18	2,35	0,52	0,47	2,29
	E2	46,48	6,34	20,60	14,57	0,80	0,38	0,72	2,26

Percebeu-se que o teor de MgO é relativamente alto. A corrida C1 apresenta menor teor de MgO o que pode contribuir para erosão dos refratários e absorção de magnésio no banho. Entretanto, ainda é muito difícil estabelecer de uma forma quantitativa a contribuição individual da escória e dos refratários.

A tabela 4.6 mostra a fração de fases a 1600°C calculada via programa termodinâmico computacional (FactSage 6.4). Se pode observar que a corrida C1 possui em suas escórias um maior percentual de líquido e menores percentuais de MgO. São escórias mais favoráveis a captação de inclusões quando comparadas as escórias da corrida C2. A corrida C1 apresenta maiores teores de S na escória, o que mostra que houve maior interação metal-escória, o que também contribui para maior captação de inclusões.

Esses fatos podem explicar a maior densidade de inclusões no produto final encontradas na corrida C2, o que será visto em detalhes no item 4.5.2.

Tabela 4.6 – Fração de fases a 1600°C calculada via programa termodinâmico computacional (FactSage 6.4) para a escória da corrida C1 e C2.

Corrida	Amostra	% de fases		
		líquida	Ca <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	MgO
C1	E1	47,20	36,10	7,50
	E2	51,50	33,10	10,00
C2	E1	40,70	37,60	15,70
	E2	35,00	40,40	12,60

#### 4.5.2 Distribuição de tamanhos

Da mesma forma que foi analisada a composição química elementar das inclusões, a distribuição de tamanho foi estudada ao longo do processo de produção. A Figura 4.9 e 4.10 apresentam a densidade de inclusões (inclusões/mm<sup>2</sup>) em função de diferentes intervalos de tamanho para as corridas C1 e C2.

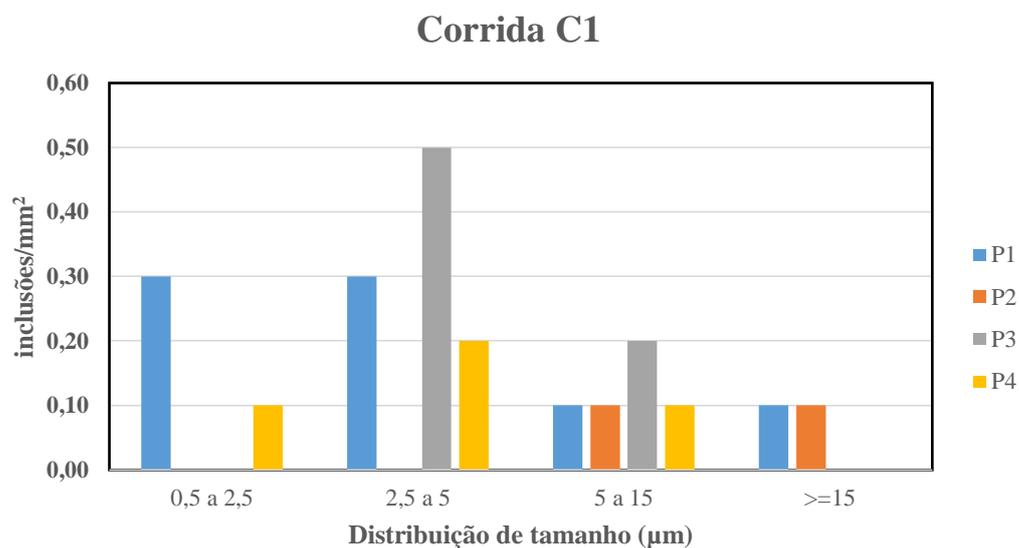


Figura 4.9 - Distribuição de tamanho das inclusões ao longo do processo de fabricação do aço para corrida C1.

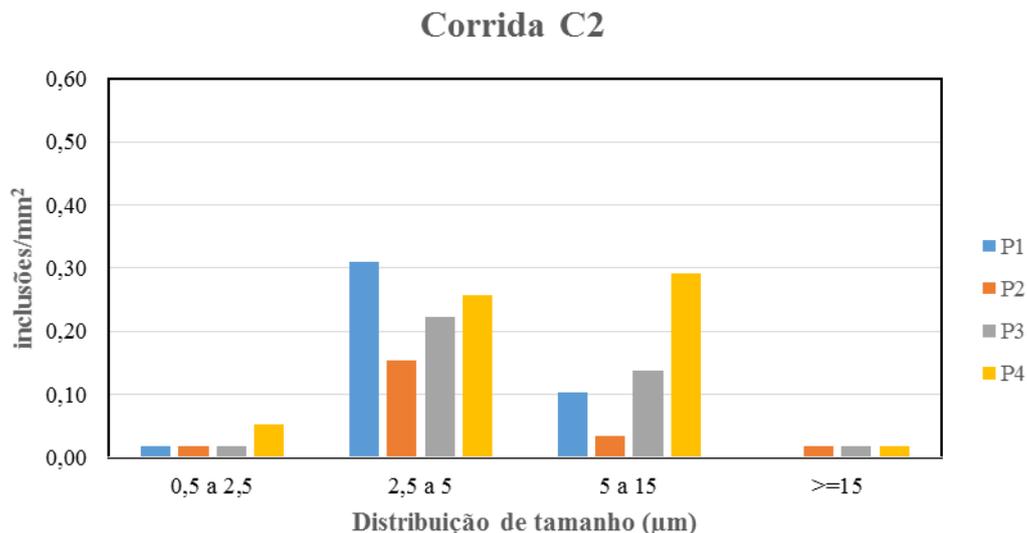


Figura 4.10 - Distribuição de tamanho das inclusões ao longo do processo de fabricação do aço para corrida C2.

Para a corrida C1 observou-se um aumento no tamanho das inclusões, principalmente para as faixas de 2,5 a 15 μm na amostra P3. Contudo houve uma diminuição considerável para as inclusões maiores de 15 μm a partir da amostra P2. Na corrida C2 também se observou um aumento do tamanho das inclusões nas faixas de 2,5 a 15 μm para as amostras P3 e P4, enquanto que a densidade de inclusões maiores que 15 μm foi pequena e permaneceu constante nas amostras finais. De fato, inclusões maiores que 15 μm são, em grande parte, removidas devido à sua alta velocidade de flotação. Já as inclusões muito pequenas, apesar de serem de mais difícil remoção, crescem por coalescência, precipitação e por colisão com outras inclusões, resultando em aglomerados e partículas maiores do que as originais.

A corrida C1 apresentou uma maior densidade de inclusões nas amostras P3 após a desoxidação. Este aumento pode estar associado ao fenômeno da reoxidação, que pode ocorrer quando o aço líquido é transferido da panela siderúrgica para o distribuidor do lingotamento contínuo, após o tratamento de degaseificação a vácuo. Esse resultado está em concordância com análise do teor de oxigênio e pick up nitrogênio realizados.

O maior número de inclusões na amostra P4 mostra que a corrida C2 teve uma menor captação de inclusões pela escória, conforme foi discutido na seção 4.5.1. Complementando o estudo da densidade de inclusões, a relação entre as frações de área das inclusões menores e maiores que 15 μm para cada corrida foram analisadas. O cálculo de fração de área utilizado para a obtenção de valores nos gráficos da figura 4.11, leva em conta a razão entre a soma da área das inclusões encontradas e a área total varrida pelo equipamento (equação 4.1).

$$\text{Fração de Área (\%)} = \frac{\sum \text{Área das inclusões} \times 100}{\text{Área Varrida}}$$

Equação 4.1

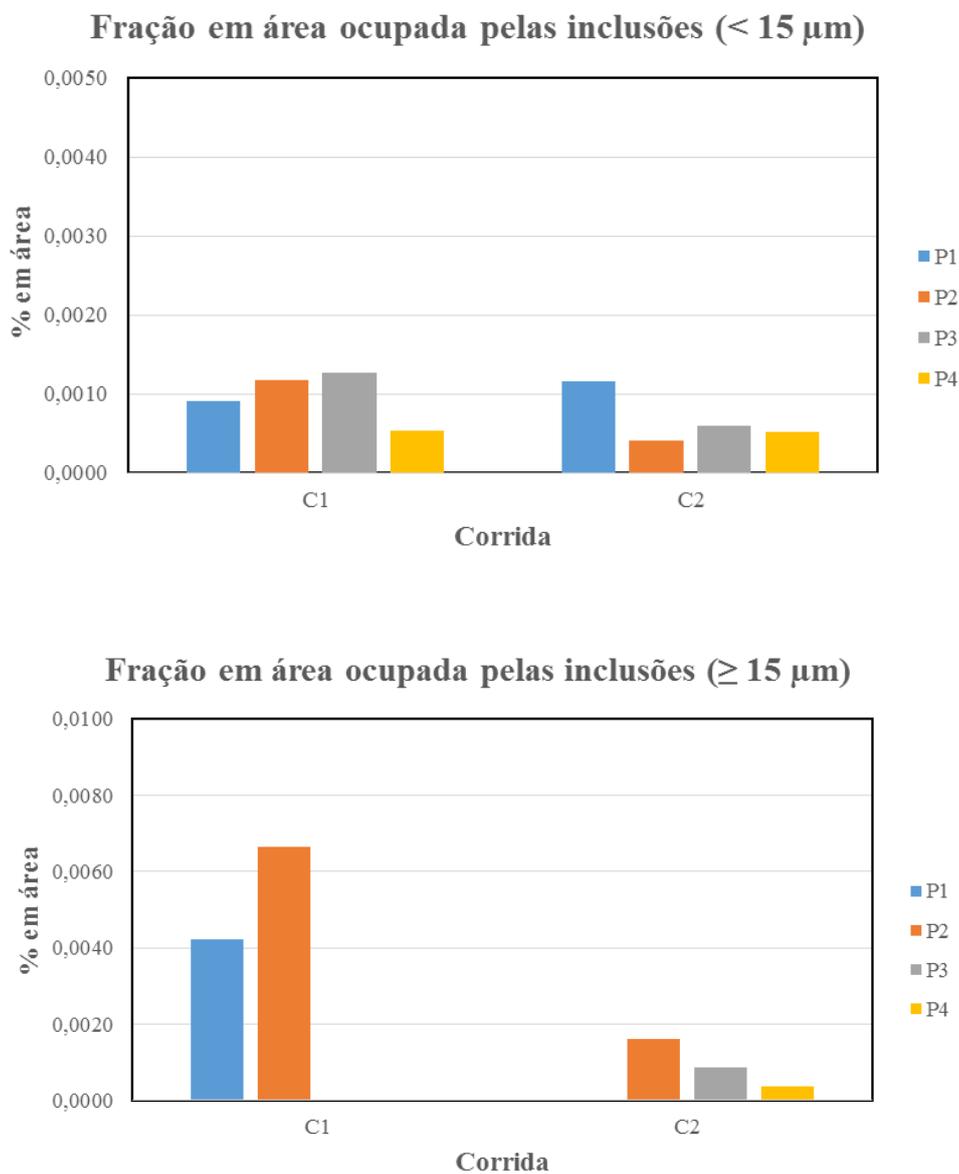


Figura 4.11 - Fração em área ocupada pelas inclusões das corrida C1 e C2.

As corridas C1 e C2 apresentaram um leve aumento na fração em área para inclusões menores que 15μm na amostra P3, porém com diminuição na amostra P4. De acordo com o estudo de Bartosiaki (2013), isso pode corresponder a dois fatores: ou a quantidade de inclusões menores aumentou ou o tamanho das inclusões aumentou e não sua população. Observando novamente o gráfico da figura 4.9 dentro da faixa considerada, há um aumento na quantidade

de inclusões, o que reforça a ideia de geração de novas inclusões sendo a provável origem a reoxidação.

As duas corridas apresentaram uma diminuição na fração em área para inclusões maiores de 15µm de ambas as corridas. Essas inclusões são removidas, na maior parte, no refino secundário do processo. Porém, a corrida C2 apresentou fração em área para inclusões maiores que 15µm nas amostras finais do processo. Isso pode estar relacionado com o maior teor de alumínio da corrida o que gera mais inclusões que crescem e aglomeram-se em partículas maiores do que as originais.

#### 4.5.3 Comportamento das inclusões nos sistemas ternários

Com base em sua composição química e sua distribuição de tamanhos, as inclusões foram convertidas em óxidos e posicionadas em diagramas ternários para avaliar seu comportamento. As figuras 4.12 e 4.13 apresentam os sistemas ternários em cada etapa do processo para as corridas C1 e C2, respectivamente.

As amostras P1 e P2 podem ser agrupadas no sistema CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>. Nesse sistema a região da anortita (CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-2SiO<sub>2</sub> contendo 43% CaO, 37% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 20% SiO<sub>2</sub>) é a de menor ponto de fusão (inclusões líquidas) (BIELEFELDT, 2004). Na amostra P1 da corrida C1 as inclusões se encontraram, na maior parte, na região 2CaO<sub>2</sub>.Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.SiO<sub>2</sub>, enquanto que para a corrida C2 se encontram na região da anortita. Isso mostra a incorporação de CaO nas inclusões durante o processo para corrida C1 e C2.

Na amostra P2 para ambas as corridas, as inclusões se encontraram, predominantemente, na região de formação de 12CaO.7Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e CaO.Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. As inclusões da prova P2 e P3 apresentaram grande heterogeneidade na composição química. As inclusões nesta etapa do processo possuem essa característica devido, provavelmente, ao fato de que a adição da maior parte dos elementos de liga acontece entre o forno-panela e o desgaseificador a vácuo (BIELEFELDT, 2004).

Após a desgaseificação a vácuo, a forte interação entre o aço líquido e escória proveniente desta etapa auxilia na remoção de grande parte das inclusões, e desloca a posição dessas inclusões para regiões mais próximas aos aluminatos de cálcio. A amostra P3 da corrida C1 apresenta a maior parte das inclusões posicionadas perto da região C12A7 (12CaO - 7Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), enquanto que a amostra P3 para corrida C2 mostra as inclusões deslocadas para teores maiores de alumina. Esse tipo de inclusão se apresenta na forma sólida durante as temperaturas

de lingotamento. O fato que a corrida C2 possuir mais inclusões situadas na região sólida do diagrama ternário justifica a maior variação da posição do tampão para a corrida C2 na seção 4.1, pois houve a formação de um maior número de depósitos de inclusões nas paredes da válvula.

Por fim, nas amostras de barra laminada notou-se um leve enriquecimento das inclusões em MgO, com concentrações próximas as regiões dos espinélios ( $\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ ). A incorporação de MgO pode estar associado a dois fatores: interação do aço com a escória e reação do aço com materiais refratários da panela (BIELEFELDT, 2004).

Na seção 4.4, foi mostrado que o teor de cálcio residual está dentro da faixa ideal para formação de inclusões líquidas. Isso se confirma no estudo de Bielefeldt (2010), no qual relata uma faixa ideal de 10 – 14 ppm de cálcio para a formação inclusões líquidas com o mínimo de teor de CaS. O fato que a corrida C2 apresentou menos inclusões líquidas na amostra P3 mostra que o maior teor de alumínio teve influência na formação das inclusões.

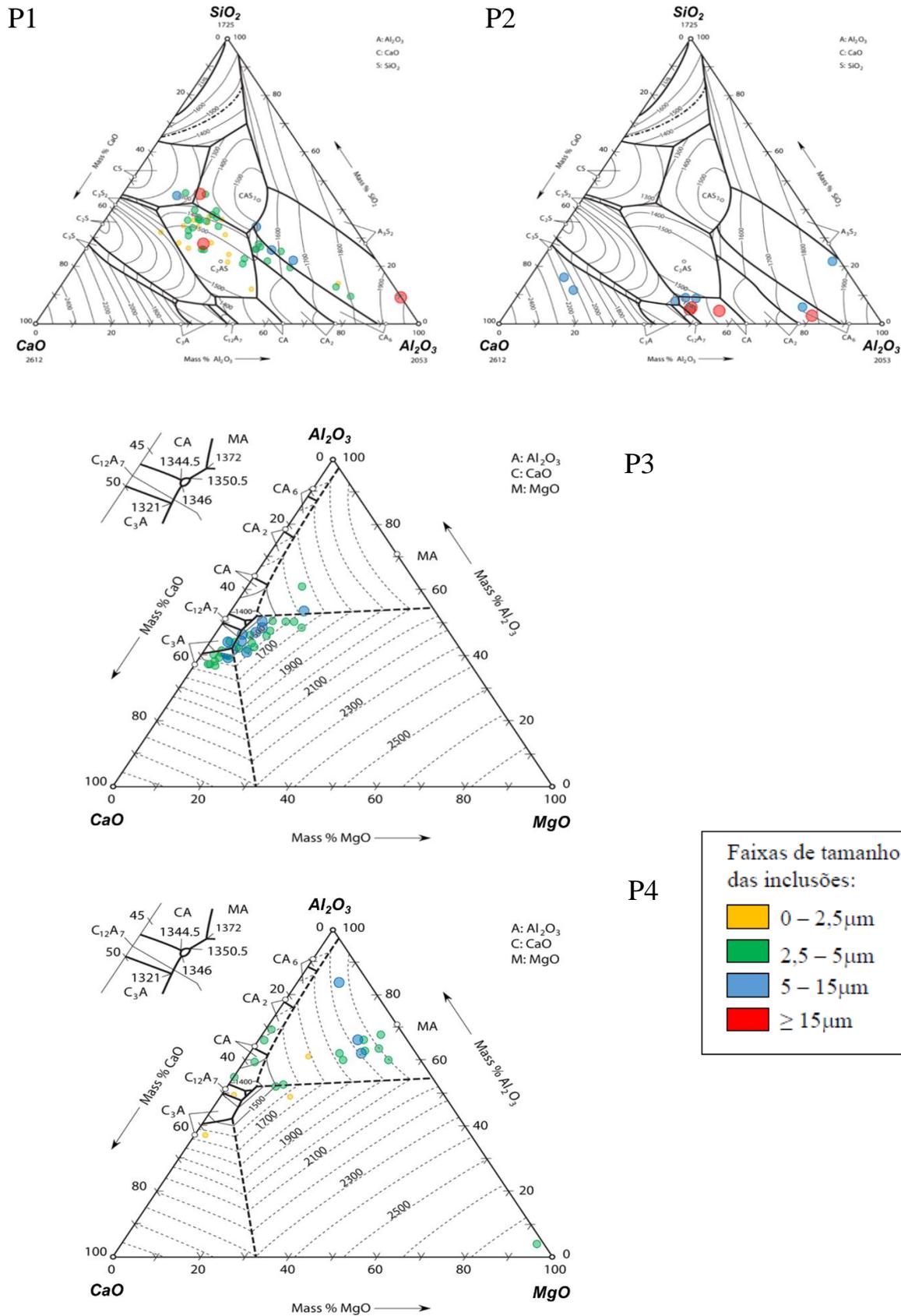


Figura 4.12 - Evolução das inclusões ao longo do processo para a corrida C1.

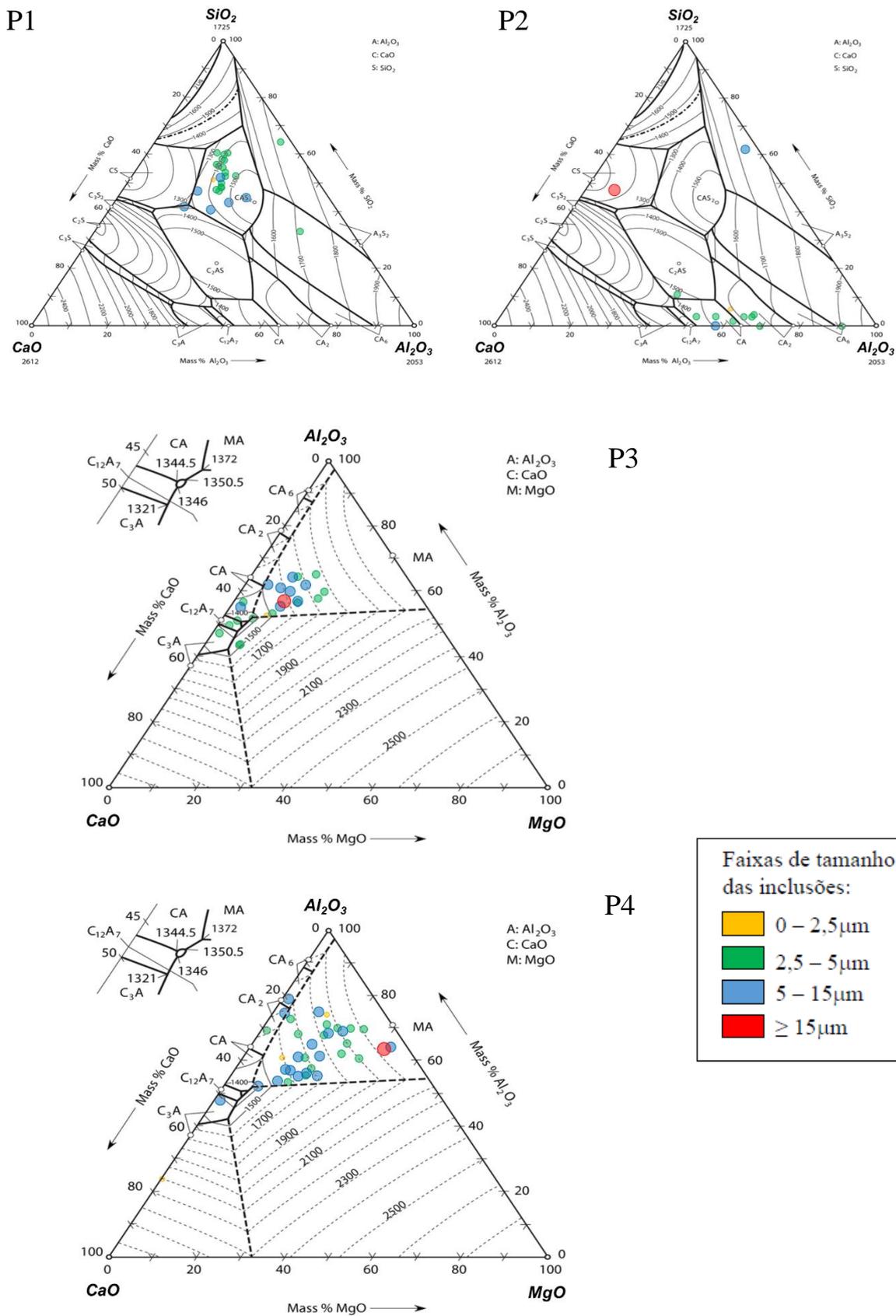


Figura 4.13 - Evolução das inclusões ao longo do processo para a corrida C2.

#### 4.6 Medida do tamanho de grão austenítico

A análise do tamanho de grão na amostra laminada (amostra P4) para cada corrida pode ser observada no apêndice A. Observou-se que o tamanho de grão para as duas amostras permaneceu em torno de 8, de acordo com a ASTM E 112. A análise do tamanho de grão não verificou nenhuma influência do teor de alumínio para as amostras de barra laminada. Os pontos escuros na duas figuras são devido ao processo de oxidação para revelação do contorno de grão.

Como visto na seção 2.7, a força motriz para o crescimento do grão numa estrutura policristalina é a redução da área de contorno de grão, e, portanto a redução na energia total do contorno de grão num dado volume. A eliminação dos contornos de grãos pode resultar do crescimento de grãos grandes ou pela contração de grãos pequenos, ou ainda pela mistura dos dois processos. Uma medida eficaz para o controle de crescimento do grão austenítico é o uso de partículas de segunda fase. A interação entre partículas de segunda fase e os contornos de grão gera uma reação à força motriz para o crescimento dos grãos, causando a inibição do crescimento do grão (GLADMAN, 1994).

O aço em estudo possui em sua composição química teores consideráveis de titânio e boro, que no aço formam precipitados de segunda fase no contorno de grão. Assim, a não influência do alumínio no tamanho de grão pode ser justificada pela presença de precipitados de titânio e boro nos contornos de grãos.

## 5.0 CONCLUSÕES

Esse estudo caracterizou a lingotabilidade, a limpeza inclusionária e o tamanho de grão para duas corridas com teores de alumínio residuais diferentes do aço DIN 38B3. A partir dos resultados obtidos neste trabalho, concluiu-se que:

- Nenhuma das corridas apresentou variações abruptas na posição do tampão durante o lingotamento, o que é indício de uma boa limpeza do aço. De uma forma geral, as duas corridas apresentaram uma boa lingotabilidade: a corrida C1 apresentou uma variação máxima na posição do tampão de 1,3 mm, enquanto que a corrida C2 apresentou uma variação máxima de 3,0 mm. A corrida C2 possui um teor de alumínio residual maior o que pode contribuir para essa maior variação. Além disso, a posição no sequencial também influenciou na lingotabilidade. A velocidade de lingotamento para a corrida C1 foi de 0,10 m/min e para a corrida C2 foi de 0,20 m/min . O nível de aço nos moldes mostraram-se estáveis para as duas corridas.
- Não houve sucata por macroinclusões em ambas corridas de baixo e alto teor de alumínio residual. Esse resultado está em concordância com os gráficos da variação da posição do tampão.
- A corrida C1 apresentou severidade de 20,83 mm/dm<sup>3</sup>, enquanto que a corrida C2 apresentou severidade de 4,28 mm/dm<sup>3</sup>. Esse resultado não foi esperado em relação ao teor alumínio residual, pois com a diminuição desse elemento era esperado que a incidência de defeitos internos diminuisse.
- A escória da corrida C1 apresentou uma proporção de fase líquida de 51,50% na amostra E2 enquanto que a corrida C2 apresentou 35% na amostra E2. Essa maior proporção de fase líquida na corrida C1 contribuiu para uma melhor captura de inclusões.
- A corrida C1 apresentou teores de oxigênio total e de *pick up* nitrogênio de 12 ppm e 22 ppm, enquanto que a corrida C2 apresentou teores de 9 ppm para o oxigênio total e 10 ppm para *pick up* de nitrogênio. Isso sugere uma maior reoxidação da corrida C1 no distribuidor.
- A composição química das inclusões apresentou evolução semelhante durante o processo de fabricação para as duas corridas; no produto final predominaram inclusões de óxidos duplos (aluminatos de cálcio e espinélios). A faixa de tamanho das inclusões ficou entre 2,5 a 15µm, não sendo encontrada inclusões maiores que 15 µm na corrida C1. A corrida C2 conteve inclusões maiores que 15 µm, possivelmente, oriundas pelo

aumento do alumínio residual. Houve maior densidade de inclusões nas amostras da P3 para a corrida C1 o que caracteriza uma possível reoxidação, fato que está de acordo com a análise de oxigênio e *pick up* de nitrogênio. O fato que a corrida C2 possuir mais inclusões situadas na região sólida do diagrama ternário justifica a maior variação da posição do tampão no gráfico de lingotabilidade.

- Os teores de cálcio residual medidos para as corridas C1 e C2 foram de 12 e 15 ppm, respectivamente. Esse resultado mostrou-se que as duas corridas se encontraram dentro da faixa ideal para o desenvolvimento de uma boa lingotabilidade.
- As duas corridas apresentaram o tamanho de grão 8 de acordo com ASTM E112. O aço estudado possui outros elementos de liga (Ti, B) que contribuem para o refinamento do grão.

## 6.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Ao longo do desenvolvimento deste trabalho foram levantadas algumas hipóteses que não puderam ser comprovadas apenas com base nos resultados discutidos. As dúvidas que ficam dão espaço para o desenvolvimento de outros trabalhos para complementar as conclusões aqui tiradas.

Algumas sugestões para trabalho futuros são:

- Validação das hipóteses apresentadas através da realização de mais sequenciais nas mesmas condições onde foram realizados estes testes;
- Análise do perfil inclusionário para diferentes posições de tarugo;
- Determinação da janela de lingotabilidade do aço DIN 38B3 através de simulações termodinâmicas;
- Análise da fração de inclusões sólidas através de simulações termodinâmicas;
- Estudo termodinâmico sobre a escória de refino secundário para o aço em questão.

## 7.0 REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 112-13**: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. 2013.

BANNENBERG, N.; HARSTE, K. **Improvements in Steel Cleanliness by Tundish Inertization**. La Revue de Métallurgie, p. 71–76, Janvier 1993.

BARTOSIAKI, B. G. **Caracterização das Inclusões Não Metálicas no Aço SAE 52100**. Trabalho de diplomação. Porto Alegre, 2013.

BIELEFELDT, W.V., VILELA, A. C. F. **Curso básico de siderurgia**. Porto Alegre, 2013.

BIELEFELDT, W.V. **Estudo do tratamento de inclusões com cálcio na fabricação do aço SAE 8620**. Dissertação. PPGEM: UFRGS, 2005.

BIELEFELDT, W. V. **Evolução das Inclusões no Processamento do Aço SAE 8620 Via Aciaria Elétrica**. 59º Congresso Anual da ABM, 2004.

BIELEFELDT, W. V. VILELA, A. C. F., MORAES C. A. F., FERNANDES, P. C. Computational Thermodynamics Application on the Calcium Inclusion Treatment of SAE 8620 steel. Steel Research, 2010.

CERRUTTI, G., CAPURRO, C., CICUTTI, C., TORGA, G., ATCHABAHINA, D., G. **Influence of Process Conditions on Steel Castability**. 18th Steelmaking Conference. Argentina, 2011.

DEKKERS, R. **Non-metallic Inclusions in Liquid Steel**. Alemanha, 2002, Tese de Doutorado, Departamento de Geografia e Geologia, Universidade Católica de Lauven

DEKKERS, R ET AL. **Non-metallic Inclusions in Aluminium Killed Steels**. Ironmaking and Steelmaking. V.29, n. 6, 2002.

GARCIA, V. S. Jr. **Verificação do Efeito de Injeção de Gás através de Válvulas Submersas Multiporos sobre a Lingotabilidade e Limpeza do Aço**. Dissertação. PPGEM: UFRGS, 2009.

GHOSH, A. **Secondary steelmaking – Principles and applications**. Kanpur: CRC Press, 2001.

GLADMAN, T. **Aluminium for Grain Size Control, Heat Treatment of Metals**, 1994.

HOLAPPA, L. et Al. **Thermodynamic Examination on Inclusion Modification and Precipitation from Calcium Treatment to Solidified Steel**. Ironmaking and Steelmaking, vol. 30, n°2, p. 111–115, 2003.

INTERNATIONAL ORGANIZATIONAL FOR STANDARDIZATION. **ISO 643:2012(en)**: Steels — Micrographic determination of the apparent grain size. 2012.

JANKE, D. et al. **Improvement of Castability and Quality of Continuously Cast Steel.** ISIJ International, vol. 40, nº1, 2000.

KIESSLING, R., LANGE, N. **Non-metallic inclusions in steel.** Londres: Metals Society, 1978.

KONOPKA, J.F. **Quantitative analysis of oxygen in metal oxides with SEM/EDS by direct measurement of all X-ray peaks.** AGU Fall Meeting, 2012.

KRAUSS, G. **Steels Processing, Structure, and Performance.** ASM International, 2005

LIBORIO, A. J. **Melhorias no desempenho de injetores supersônicos em um forno elétrico a arco.** Dissertação. PPGEM: UFRGS, 2009.

MILLMAN, S. **Clean Steel – Basic Features and Operation Practices.** IISI Study on Clean Steel, IISI Committee on Technology, 2004.

Manual do equipamento Determinador Simultâneo de O<sub>2</sub> e N<sub>2</sub>: fabricante *LECO*, modelo *TC-436*.

MOURÃO, M. B. **Introdução a siderurgia.** Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração: São Paulo, 2007.

PICKERING, F B. **Effect of Composition and Microstructure on Ductility and Toughness.** Toward Improved Ductility Toughness, Climax Molybdenum Development Co. (Japan) Ltd. p. 9-31, 1972.

REFATTI, M., M. **Estimativa do Tamanho Máximo de Inclusão do Tipo Oxido Globular no Aço SAE 52100 Através da Estimativa de Valores Extremos.** Trabalho de diplomação. Porto Alegre, 2014.

RIZZO, E. **Introdução aos processos siderúrgicos.** Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração: São Paulo, 2005.

SILVA JUNIOR, M. P., et al. **Desafios para obtenção de um aço de elevada limpidez.** Seminário de Aciaria ABM, p.603-615, 2008.

SEABRA, A.V., SALTA, M. M. R. **Inclusões não metálicas em aços e ferros fundidos.** Lisboa: [s.n.], 1982.

STORY, S. R. et al. **Inclusion Analysis to Predict Casting Behavior.** Iron & Steel Technology, p. 163–169, Indianapolis, September 2004.

TEST EPECIFICATION OF THE GERMAN IRON AND STEEL INSTITUTE. **SEP 1927:** Inspeção com ultrassom por imersão para determinação do grau de pureza macroscópica de barras de aço laminadas ou forjadas. 2001.

THOMAS; BAI, 2001. **Tundish nozzle clogging – Application of computational models.** 18rd Process Technology Division Conference Proceedings. Vol. 18, Iron and Steel Society, Warrendale, PA, 2001.

WHITE, C. V., KRAUSS, G., MATLOCK, D. K. **Solidification structure and the effects of hot reduction in continuously cast steels for bars and forgings.** I&SM, 1998.

ZHANG, L.; THOMAS, B. G. **State of the Art in Evaluation and Control of Steel Cleanliness.** ISIJ International, vol. 43, n°3, p. 271–291, 2003.

ZHANG, L. **Indirect methods of detecting and evaluating inclusions in steel – A review.** Journal of Iron and Steel Research, v.13, p.01-08, 2006.

**APÊNDICE A - Imagem do tamanho de grão para corrida C1 e C2.**

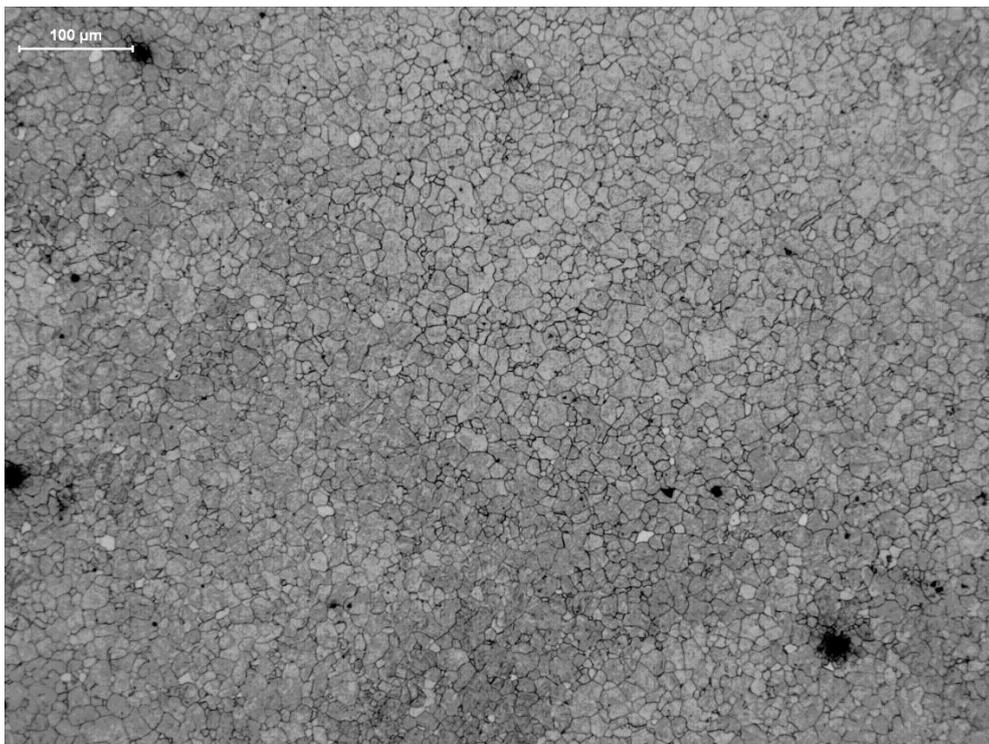


Figura A.1 - Análise do tamanho de grão para a corrida C1.

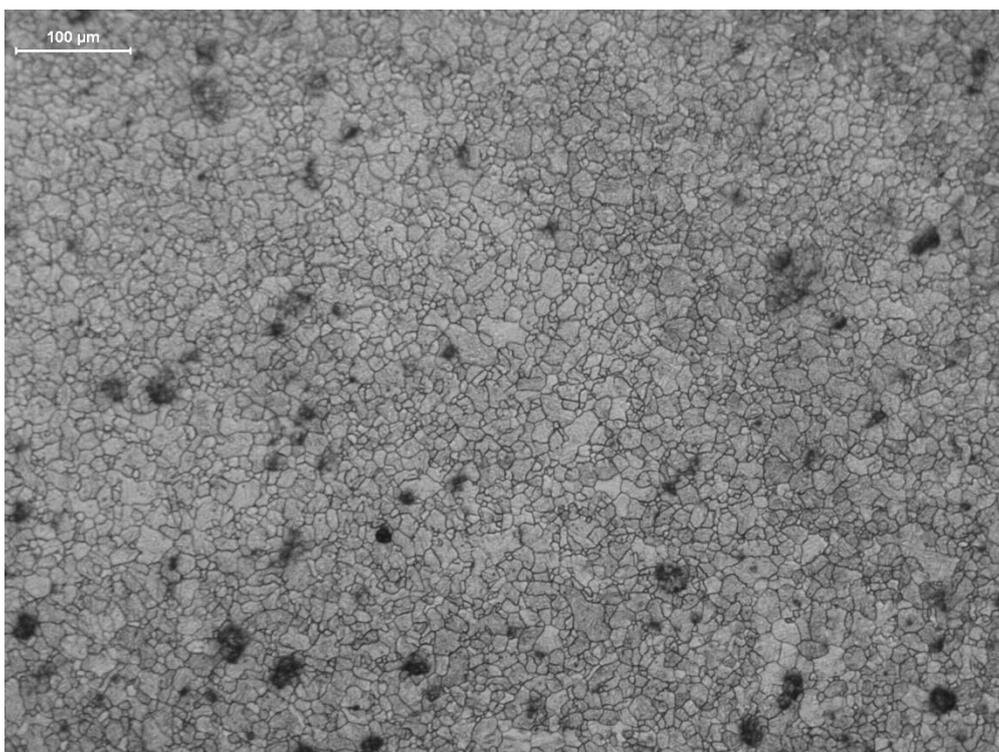


Figura A.2 - Análise do tamanho de grão para a corrida C2.