



## Efeitos do tratamento térmico em ligas Fe-6,5%Si obtidas por conformação por spray para aplicações eletromagnéticas

Claudio Cassio Lima<sup>1</sup>, Mário Cezar Alves da Silva<sup>2</sup>, Rodrigo Estevam Coelho<sup>2</sup>, Maria Dorotéia Costa Sobral<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Aluno de Graduação em Engenharia Industrial Mecânica – IFBA. Bolsistas do CNPq e-mail: claudiocassio@ifba.edu.br

<sup>2</sup>Professor IFBA. e-mail: mario@ifba.edu.br, roesco@ifba.edu.br, doroteia@ifba.edu.br

**Resumo:** As Ligas de Ferro contendo entre 6-7%Si são conhecidas há algum tempo como excelentes materiais para aplicações eletromagnéticas. Contudo, quando processadas por técnicas convencionais estas ligas apresentam baixa ductilidade, o que dificulta a fabricação de chapas finas necessárias nas aplicações eletromagnéticas. O processo Melt Spinning é capaz de processar satisfatoriamente estas ligas na forma de fitas micro-cristalinas com relativa ductilidade. Entretanto, o baixo empilhamento das fitas resulta no aumento das perdas magnéticas. O processo de conformação por Spray é um método de solidificação rápida capaz de processar estas ligas na forma de chapas finas. Neste trabalho, depósitos da liga Fe-6.5%Si foram processados diretamente a partir do estado líquido pelo processo de Conformação por Spray. O melhoramento das propriedades magnéticas foi conseguido após o tratamento térmico de recozimento a 1250°C, a perda magnética foi de 1,30 W/kg nas condições de: B=1T; f=60Hz; e=0,60mm. A microestrutura observada apresentou tamanho médio de grão de 500µm e de tamanho dos domínios de antifase B2 na faixa de 100-500nm.

**Palavras-chave:** Conformação por Spray; Fadiga Fe-6,5%Si; Materiais Magnéticos.

### 1. INTRODUÇÃO

As ligas Fe-Si são excelentes materiais magnéticos moles e, em torno de 6,5%Si em peso, apresentam perdas magnéticas mínimas (Arai, 1984; Chang, 1984; Fiorillo, 1996). Para a composição acima e depois de tratada termicamente esta liga apresenta a combinação das melhores propriedades magnéticas (Arai, 1984; Chang, 1984; Fiorillo, 1996). Contudo, a otimização das propriedades magnéticas devido à aplicação de tratamentos térmicos ocorre em detrimento das propriedades mecânicas, pois a formação das fases ordenadas B2 e D03 traz como consequência uma dramática perda de ductilidade (Yu, 2001). O teor de silício em chapas comerciais de aço-silício tem sido limitado a no máximo 3,5%Si, devido a essa baixa ductilidade apresentada para teores mais elevados (Arai, 1984, Chang, 1984, Fiorillo, 1996).

Nos últimos trinta anos a Tecnologia de Solidificação Rápida (TSR) surgiu como uma alternativa promissora para superar os problemas inerentes da fundição convencional (Singer, 1970; Hienemann, 1985; Santos, 1999). A microestrutura refinada e a redução de segregação que a solidificação rápida produz, resulta em produtos de microestrutura extremamente uniforme e com propriedades superiores (Singer, 1970; Hienemann, 1985; Santos, 1999). No caso do Melt Spinning, o produto obtido é uma fita micro cristalina de pequena espessura, que pode ser curvada e laminada a frio, mesmo no caso da liga Fe-6,5%Si (Arai, 1984; Chang, 1984; Fiorillo, 1996). Porém, algumas indústrias tentaram produzir em escala comercial essas ligas com alto teor de silício por técnicas como o melt spinning para aplicação eletromagnética, mas não obtiveram sucesso devido à limitada espessura e comprimento e a forma inconveniente do produto obtido, dificultando sua utilização em larga escala (Fiorillo, 1996).

Mais recentemente surgiu o processo de Conformação por Spray como uma nova alternativa para solidificação rápida (Singer, 1970; Hienemann, 1985; Santos, 1999). Este processo, apesar de não se caracterizar por taxas de resfriamento tão altas como o Melt Spinning, é mais eficiente em conciliar às vantagens do processamento convencional (near net shape e alta produtividade) com o de solidificação rápida (baixos níveis de segregação, microestrutura refinada e fases metaestáveis) (Singer, 1970; Hienemann, 1985; Santos, 1999). O processo consiste na atomização por um gás inerte ou não, de um fluxo contínuo de metal líquido, formando partículas com uma distribuição



granulométrica com diâmetro médio compreendido na maior parte dos casos entre 50 e 150 $\mu$ m (Singer, 1970; Hienemann, 1985; Santos, 1999). Estas partículas se chocam em alta velocidade contra um substrato, onde completam seu processo de solidificação, formando um depósito coerente e próximo da densidade teórica e de acordo com o movimento relativo entre o substrato e o bocal de atomização, consegue-se obter produtos com formas geométricas simples, como chapas finas, tubos, barras etc. (Singer, 1970; Hienemann, 1985; Santos, 1999).

Apesar do grande interesse demonstrado em inúmeras publicações, e da produção de diversos produtos semi-acabados, pode-se dizer que o processo de Conformação por Spray ainda está em desenvolvimento. As firmas de produção em massa preferem continuar a produzir os materiais mais convencionais, pelos métodos tradicionais em função do enorme capital já investido. Adotam como estratégia introduzir o processo de Conformação por Spray em novas usinas aplicando-o a materiais mais nobres e a novos materiais. Dessa forma, não existe uma verdadeira concorrência entre as indústrias que produzem materiais similares, como existem atualmente na indústria do aço, neste caso elas fabricam produtos específicos para aplicações mais exigentes, caso típico dos novos materiais (Singer, 1970; Hienemann, 1985; Santos, 1999).

Neste trabalho foram investigados os efeitos dos tratamentos térmicos sobre as propriedades magnéticas (perdas no núcleo, força coerciva e permeabilidade máxima) e a microestrutura da liga Fe-6,5%Si obtida por conformação por Spray.

## 2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Aproximadamente 4,5 kg da liga Fe-6,5%wt.Si foi preparada a partir de ferro eletrolítico comercialmente puro e uma liga de Fe-75%wt.Si num de forno de indução. Os parâmetros de processos usados estão listados figura 1.

Parâmetros de Processos	Valores
Pressão do gás [Mpa]	0,6
Vazão de Gás [kg/s]	0,044
Vazão de Metal [kg/s]	0,11
Vazão Gás-Metal [GMR]	0,40
Distância Gás-Metal [m]	0,40
Diâmetro do Tubo [m]	0,06
Temperatura de Vazamento [K]	1873

Figura 1 – Parâmetros de processos.

O tamanho médio de grão das amostras brutas e tratadas termicamente foi medido usando um microscópio ótico acoplado num analisador de imagem. Os contornos de grão foram revelados depois de polida a superfície e atacada com uma solução de 2% HNO<sub>3</sub> durante 10-15 segundos. Amostras da região próxima ao substrato foram utilizadas. As micrografias em campo claro e campo escuro foram obtidas usando um microscópio eletrônico de transmissão, modelo JEOL 200CX, com amostras preparadas através de polimento mecânico e iônico. As propriedades magnéticas foram realizadas em amostras na forma de anéis toroidais retidas do centro do depósito, e cujas dimensões estão de acordo com as normas ASTM Standard A773-80. Os tratamentos térmicos de recozimento foram realizados na faixa de temperatura de 900-1300°C sob vácuo durante 1h. Um grupo de (05) cinco amostras foi usado para cada procedimento experimental.

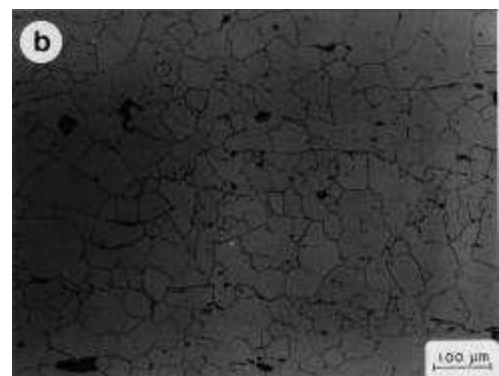
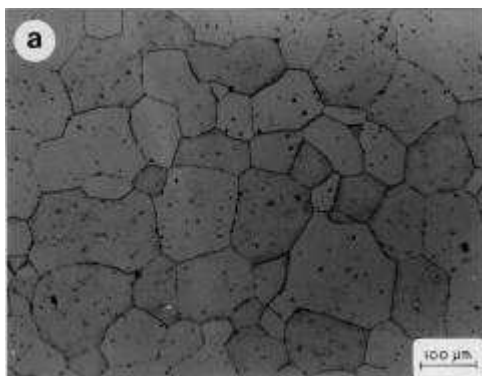
### 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A análise do tamanho médio de grão em função da distância ao substrato pode ser vista nas figuras 1a, 1b e 1c. Observa-se a presença de um patamar com tamanho de grão constante a partir de 2 mm distante do substrato. Esta região corresponde a de regime permanente do processo de Conformação por Spray. Durante a etapa inicial de atomização, a extração de calor do depósito que está se formando no substrato é governada pela extração de calor entre o depósito (quente) e o substrato (frio), porém, devido à forma não plana da superfície do depósito em contato com o substrato a extração de calor por condução depois de formada a primeira camada de material depositado fica prejudicada, sendo então a extração de calor governada pela convecção (Silva 2000; Silva 2001). Porém, no final do processamento, cessada a corrente de metal líquido, os jatos de gás que incidem na superfície do depósito irão resfriar com mais eficiência as camadas mais próximas à superfície depósito (Silva 2000; Silva 2001).

As propriedades magnéticas podem ser vistas na figura 1d. Observa-se uma dependência com relação aos valores da razão gás/metálico GMR e da distância de voo das gotas. Essa dependência tem como causa a intensidade de extração de calor durante a desintegração da corrente de metal líquido e do tempo de contato das partículas com o gás, ou seja, durante a solidificação e resfriamento do depósito (Santos, 1999; Silva 2000; Silva 2001). O valor da GMR e da distância de voo são indicativos da taxa de extração de calor durante a solidificação e resfriamento do depósito (Santos, 1999; Silva 2000). Então, é de se esperar que quanto maior o valor da GMR e maior for a distância de voo, tem-se as maiores taxas de extração de calor e conseqüentemente menor será o tamanho médio de grão (Santos, 1999; Silva, 2000). As melhores propriedades magnéticas foram as que apresentaram um tamanho médio de grão no centro do depósito de 212 $\mu$ m, porosidade no centro de 0,13% e vazão gás-metal (GRM) de 0,12, confirmando a tendência que quanto menores a GMR e a distância de voo melhores serão as propriedades magnéticas e vice-versa.

A análise por microscopia eletrônica de transmissão de uma amostra no estado bruto de fusão mostrou uma estrutura de domínios de antifase  $B_2$  coalescida, cujos tamanhos variaram de 50-300nm, conforme pode ser vista na figura 1f. Essa estrutura de domínios de antifase quando comparada com a obtida pelo processo Melt Spinning, cujo tamanho varia de 10-25nm (Fiorillo, 1996) mostra o efeito das diferentes taxas de extração de calor dos processos. A diferença dos tamanhos de grãos e dos domínios de antifase para os dois processos é de uma ordem de grandeza.

Diante do exposto, a grande vantagem do processo de Conformação por Spray é sua capacidade de produzir em larga escala formas geométricas superiores as obtidas atualmente por métodos de solidificação rápida (produção de fitas), além da capacidade de processar ligas que atualmente são impossíveis de serem fabricadas por processos convencionais. Além disso, ajustes nos parâmetros de processo poderão resultar em produtos com propriedades magnéticas tão próximas quanto possíveis da especificação desejada, adicionando outra vantagem da conformação por Spray, que é a flexibilidade dos parâmetros de processo.



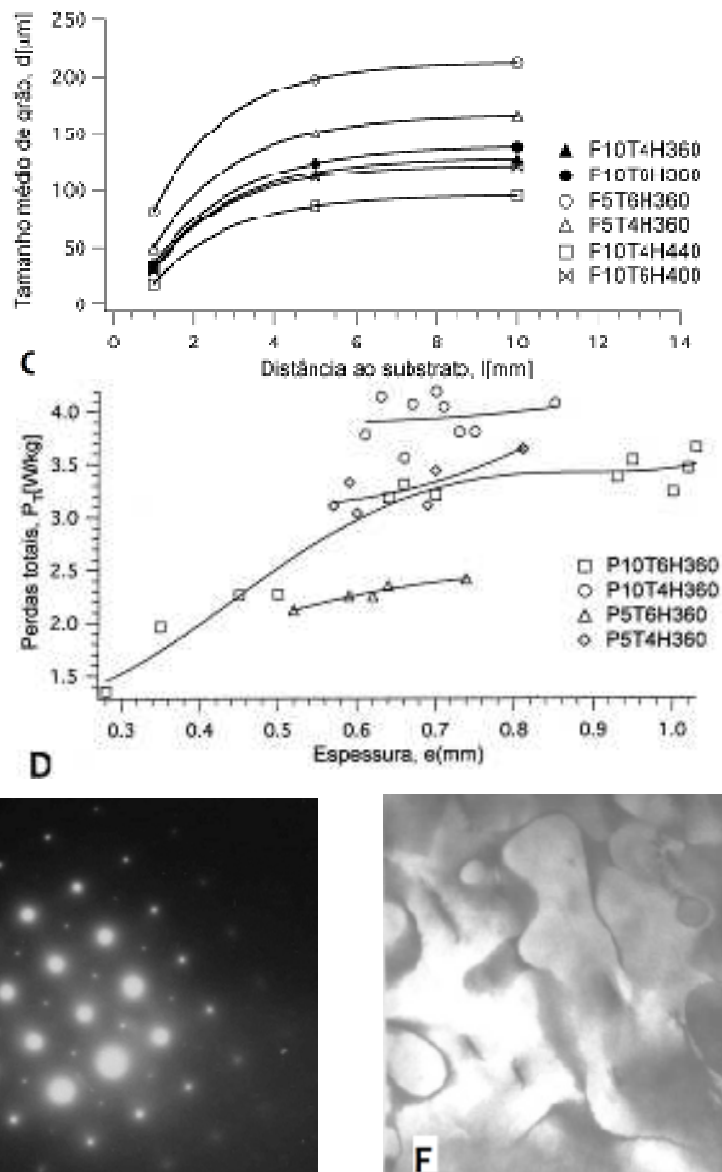


Figura 1 - Microestrutura dos depósitos, nas regiões: A) no centro; B) no início. C) Curvas de tamanho de grão em função da distância ao substrato, para diversos parâmetros de processo. D) Curvas de variação das perdas totais em função dos parâmetros de processo, para  $B=1T$ ,  $f=60Hz$ . Micrografias de MET: E) Padrão de difração da estrutura ordenada  $B_2$  (001); F) Tamanhos dos domínios de antifase  $B_2$ , obtida usando a reflexão de super-rede 200.

O recozimento à alta temperatura tem como consequência uma diminuição dos defeitos estruturais e um aumento do tamanho de grão. O melhoramento nas propriedades magnéticas foi atribuído à diminuição na densidade dos contornos de grão e aos defeitos estruturais que ancoram as paredes de domínios magnéticos, dificultando sua movimentação e consequentemente, aumentando a energia necessária para movimenta-las. A figura 2 apresenta o comportamento das propriedades magnéticas em função da temperatura de recozimento e observam-se duas regiões distintas: a primeira, entre 900-1100°C, observa-se que não houve crescimento de grão e o melhoramento das propriedades magnéticas foi atribuído à diminuição dos defeitos estruturais (contornos de antifase, densidade de discordâncias); e a segunda, entre 1150-1300°C, observou-se um rápido crescimento de grão a partir de 1150°C, o melhoramento das propriedades magnéticas foi atribuído ao crescimento de grão e a

diminuição na densidade dos defeitos estruturais. As melhores propriedades magnéticas encontradas foram: perdas totais de 1,30 W/kg; força coerciva de 40 A/m ; permeabilidade máxima de 15400, para  $B=1T$ ,  $f=60\text{Hz}$ , na temperatura de  $1250^{\circ}\text{C}$ . O tamanho médio de grão foi  $500\mu\text{m}$  e o tamanho médio dos domínios de antifase foi  $100\text{-}700\text{nm}$ .

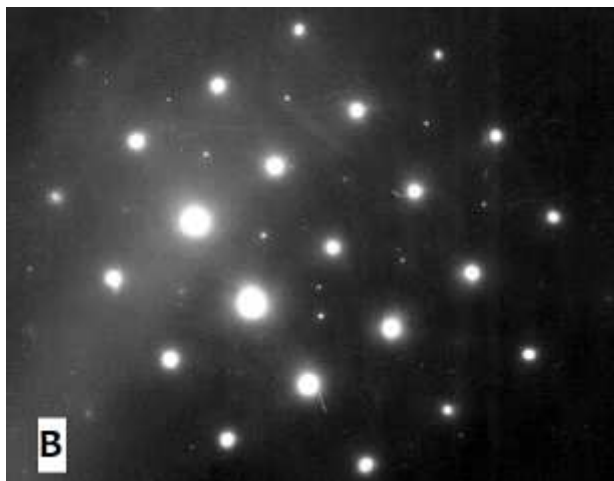
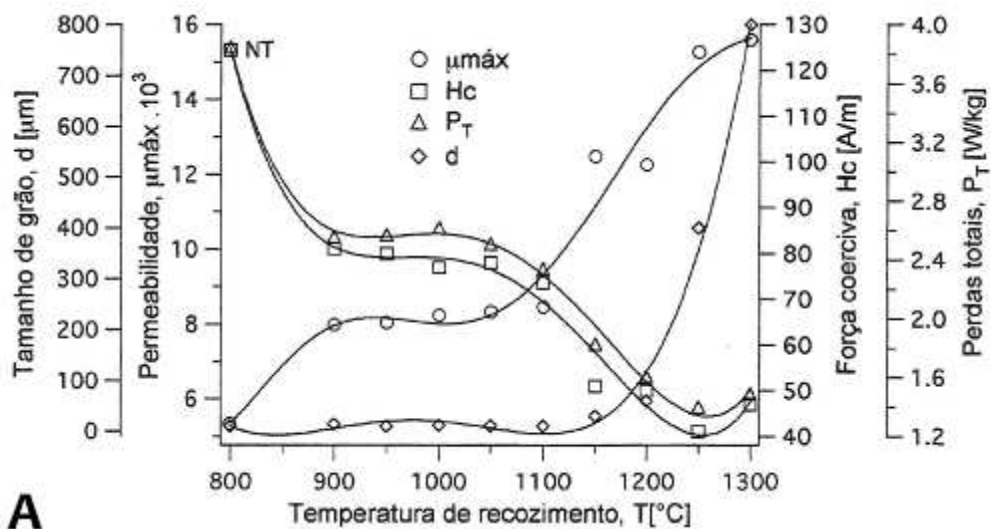


Figura 2 - A) Curvas do tamanho de grão, perdas totais, força coerciva e permeabilidade máxima, em função da temperatura de recozimento. Na condição de  $B=1T$ ,  $f=60\text{Hz}$  e  $e=0,60\text{mm}$ . Micrografias de MET: B) Padrão de difração da estrutura ordenada  $B_2$  com eixo de zona (001); C) Contornos dos domínios de antifase  $B_2$  na condição recozida a  $1250^{\circ}\text{C}$ , obtida usando uma reflexão de super-rede 200.

## 6. CONCLUSÕES

As melhores propriedades magnéticas da liga Fe-6.5wt.%Si processadas por Conformação por Spray foram obtidas após apropriado tratamento térmico de recozimento na temperatura de  $1250^{\circ}\text{C}$  por 1h em vácuo. As propriedades magnéticas foram: perdas totais de 1,3 W/kg; coercividade de 40 A/m; permeabilidade máxima de 15400; indução de 1 T; frequência de 60Hz; espessura dos anéis de 0,60 mm. Esse melhoramento foi atribuído a diminuição dos defeitos estruturais (contornos e grão e



contornos de domínios de antifase) que dificultam o movimento das paredes de domínio magnético. Esses valores de propriedades magnéticas são melhores que os obtidos para ligas comerciais de Fe-Si e semelhantes aos obtidos nas fitas solidificadas rapidamente. A uniformidade das propriedades magnéticas torna este material atrativo para aplicações eletromagnéticas em núcleos de transformadores e motores de pequena e média potência

### **AGRADECIMENTOS**

Os autores agradecem ao IFBA, Campus Salvador pelo apoio técnico e a Fapesb/SECTI, Fundação de Apoio à Pesquisa do Estado da Bahia/Secretaria de Ciência e Tecnologia e Inovação pelo apoio financeiro.

### **REFERÊNCIAS**

ARAI, K., TSUTSUMITAKE, H. E OHMORI, K. **Ieee trans. mag.**, V. 20, 5, 1463-1465, 1984.

CHANG, C.F. ET AL., **Ieee trans. mag.**, V.20, 4, 553-558, 1984.

FIORILLO, F. **JMMM**, V.157-158, 428-431,1996.

HIENEMANN, W.A. 5TH INTERNATIONAL CONFERENCE RAPIDLY QUENCHED METALS. PROCEEDINGS. AMSTERDAN NORTH-HOLLAND, 1, 27-29, 1985.

SANTOS, R.J., BOLFARINI, C. E KIMINAMI, C.S. **Materials science forum.** 389-391, 1999.

SILVA, M.C.A, BOLFARINI, C. E KIMINAMI. **EUROMAT'99. Steels and materials for power plants.** Vol.7. 100-106. 2000.

SILVA, M.C.A, BOLFARINI, C., KIMINAMI., MACHADO, R. E KAUFMAN, M.J. **Ptech'99, key engineering materials**, 640-646. 2001.

SINGER, A.R.E. **Metals and materials.** V.4, 246-249, 1970.

YU, J.H. ET AL., **Materials science and engineering a307** 29–34, 2001

ASTM A773-80. STANDARD TEST METHOD FOR DC MAGNETIC PROPERTIES OF MATERIALS USING RING AND PERMEAMETER PROCEDURES WITH DC ELECTRONIC HYSTERESIGRAPHS.