



# AVALIAÇÃO POR ESPECTRÔMETRIA DE EMISSÃO ÓPTICA, METODOLOGIA SPARK-DAT, DA LIMPIDEZ DE UM AÇO ULTRA-BAIXO CARBONO <sup>1</sup>

Paulo André Lucas Pereira <sup>2</sup>  
Jose Roberto de Oliveira <sup>3</sup>

## Resumo

Foi avaliado o nível de limpidez de aços produzidos na estação de degaseificação a vácuo da Companhia Siderúrgica ArcelorMittal Tubarão, por meio da espectrometria de emissão óptica utilizando-se o método Spark-DAT (Spark Digital Acquisition and Treatment). Com essa metodologia objetivou-se obter um parâmetro que possa ser utilizado para avaliar o nível de limpidez de aços ultra baixo carbono produzido em uma estação de refino RH - Ruhrstahl-Heraeus. Realizado o acompanhamento da produção dos aços, coletado amostras simples tipo "Lollipop" para análise via espectrômetro óptico. Amostras avaliadas correspondem a aços produzidos sem desvio processual, corridas produzidas conforme padrões operacionais. Para as corridas avaliadas, obteve-se com o espectrômetro de emissão óptica, um nível médio de 184,97 inclusões de um total de aproximadamente 2000 espectros analisados através da metodologia Spark-DAT. Este valor corresponde ao parâmetro encontrado para avaliação do nível de limpidez dos aços estudados.

**Palavras-chave:** Spark-DAT; Ruhrstahl-Heraeus; Espectrômetro emissão óptica.

## EVALUATION BY OPTICAL EMISSION SPECTROMETRY, SPARK-DAT METHOD, OF THE CLEANNESS LEVEL OF AN ULTRALOW CARBON STEEL

### Abstract

The cleanliness level in steels produced in degassing vacuum station of ArcelorMittal Tubarão was assessed by optical emission spectrometry using the Spark-DAT method (Digital Spark Acquisition and Treatment). This methodology aimed to get a parameter that can be used to assess the cleanliness level of an ultra low carbon steels produced in a refining station RH - Ruhrstahl-Heraeus. Directed monitoring the production of the heats and collected samples for analysis by optical spectrometry, "Lollipop" standard samples. Samples assessed correspond to steels produced without deviation procedural, heats produced as standard operating. With the heats evaluated by the optical emission spectrometer, were obtained an average of 184.97 inclusions from a total of 2000 sparks analyzed with de Spark\_DAT method. This number corresponds to the parameter which was used to assess de cleanliness level of the steels produced in ArcelorMittal Tubarão, the steels assessed in the present work. This number corresponds to the parameter which was used to assess de cleanliness level of the steels studied.

**Key words:** Spark-DAT; Ruhrstahl-Heraeus; Optical emission spectrometry.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 41º Seminário de Aciaria – Internacional, 23 a 26 de maio de 2010, Resende, RJ, Brasil.

<sup>2</sup> Engenheiro Paulo André Lucas Pereira (ArcelorMittal Tubarão).

<sup>3</sup> Prof. Dr. Jose Roberto de Oliveira (Instituto Federal do Espírito Santo).



## 1 INTRODUÇÃO

### 1.1 Apresentação

Métodos de produção de aço capazes de atender a demanda atual de limpidez exigida pelo mercado mundial encontram-se difundidos pelo mundo e são, na maioria, de conhecimento geral. Eventos que algumas vezes levam a desvios processuais atualmente padronizados (problemas mecânicos, falhas em sistemas operacionais, erros devido ao homem etc.) às vezes geram desvios de qualidade podendo gerar problemas no cliente final.

Uma ferramenta que permita monitorar o nível de inclusões geradas em aços produzidos em estações de desgaseificação a vácuo, pode se tornar uma grande aliada quando se fala em avaliação da qualidade do produto final produzido em estações de tratamento secundário. A espectrometria de emissão óptica (OES) é a técnica de referência para a análise direta de amostras sólidas metálicas permitindo atualmente, identificar e contar inclusões fornecendo informações sobre o nível de limpidez de aços em um curto intervalo de tempo.<sup>(1)</sup>

### 1.2 Objetivo

Através do método direto de análise e controle de inclusões por meio de um espectrômetro de emissão óptica utilizando a metodologia Spark-DAT (Spark Digital Acquisition and Treatment), foi avaliado o nível de inclusões de alumina em aços produzidos na ArcelorMittal Tubarão. O trabalho procura mostrar a possibilidade de uso desta metodologia de análise, para avaliação do nível de limpidez de aços produzidos em refino secundário visto a rápida resposta fornecida pelo espectrômetro de emissão óptica.

### 1.3 Revisão da Literatura

#### 1.3.1 Inclusões

A definição de aço limpo é função da aplicação do produto final. Inclusões não metálicas tornam-se importantes quando elas são responsáveis por produzir defeitos durante o processamento dos produtos em sua aplicação final. Problemas tendem a ocorrer nos produtos quando significantes quantidades de grandes inclusões (entre 20 e 150µm) surgem no produto fundido.<sup>(2)</sup>

As inclusões são classicamente divididas quanto à origem como endógenas e exógenas. Inclusões endógenas são aquelas que formam precipitados como resultado de reação química que ocorre nos aços. Elas são compostas principalmente de óxidos e sulfetos e as reações que lhes dão origem podem ser induzidas através de adições feitas ao aço durante as operações de refino ou simplesmente por mudanças de solubilidade durante o resfriamento, na etapa de solidificação. Inclusões exógenas ocorrem como resultado de incorporações mecânicas de escória, refratário ou outros materiais que têm contato com o aço.<sup>(2)</sup>

#### 1.3.2 Desgaseificador RH

O desgaseificador RH (Ruhrstahl-Heraeus), um reator por onde é circulado continuamente o aço líquido exposto a ação de vácuo,<sup>(3)</sup> tem contribuído de forma bastante positiva com aumento da capacidade de uma aciaria em produzir aços de maior nível de limpidez. Isso devido a suas características de maior energia de



misturamento, quando comparado aos reatores convencionais. Este fator contribui significativamente com o aumento na eficiência do processo de remoção de inclusões, um evento que envolve fenômenos como flotação, coalescimento por colisão e anexação às bolhas de gás inerte.<sup>(4)</sup>

### 1.3.3 Espectrometria de emissão óptica

A espectrometria de emissão óptica corresponde a um método instrumental de análise por comparação, onde uma amostra é colocada sobre uma pequena mesa situada dentro do equipamento, e um eletrodo ligado a um gerador de energia produz faíscas sobre a superfície da amostra. Átomos ionizados são extraídos, emitindo luzes características para serem analisados. O instrumento converte a luz emitida pela descarga elétrica em corrente elétrica e integra a intensidade dentro de um temporizador durante um tempo estabelecido (tempo de integração). Um *software* capta o valor de integração, e calcula a concentração dos elementos.<sup>(5)</sup>

### 1.3.4 Metodologia Spark-Dat

A aplicação simples do método Spark-DAT consiste na contagem individual do número de picos obtidos com o espectrômetro de emissão óptica, para avaliar o número de inclusões não metálicas contidas em uma amostra de aço. Picos correspondentes às emissões de energias observadas, devido à excitação da amostra analisada. A metodologia consiste na obtenção de um número de inclusões de um total aproximado de 2.000 picos analisados.

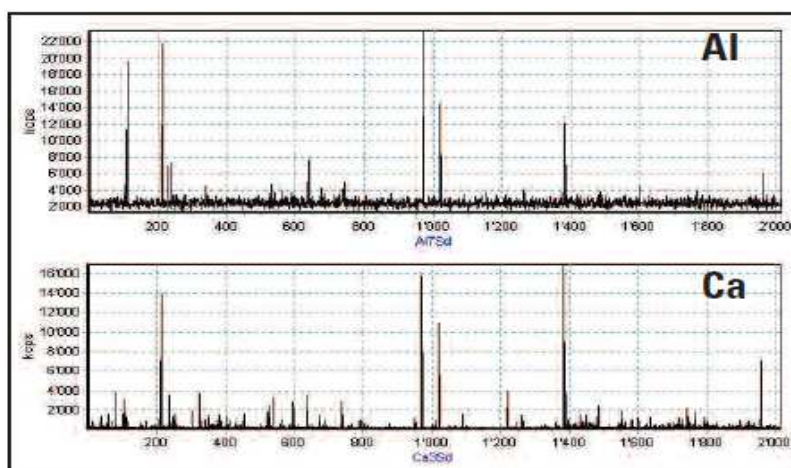


Figura 1. Picos de energia emitidos pelo espectrômetro de emissão óptica - ARL 4060.<sup>(1)</sup>

Esse método fornece rápida informação sobre o nível de limpeza de uma amostra (conseqüentemente do aço). A identificação de compostos não metálicos é feita correlacionando picos de diferentes elementos químicos observados. Por exemplo, picos aparecendo simultaneamente Al e O podem ser atribuídos a inclusões de  $Al_2O_3$ . Correlações podem ser feitas também para mais de dois elementos como Al, Ca e O gerando informações sobre inclusões de aluminatos de cálcio conforme Figura 1. Com a Figura 1 é possível observar picos apresentando somente Al ou Ca, correspondentes a inclusões de  $Al_2O_3$  e CaO. Picos apresentando simultaneamente Al e Ca podem ser atribuídos a inclusões de  $Al_2O_3$ -CaO.<sup>(1)</sup> As amostras avaliadas correspondem a aços produzidos sem desvio processual, corridas produzidas conforme padrões operacionais de processo.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

A avaliação da limpidez foi realizada por meio do espectrômetro de emissão óptica (ARLL 4460) utilizando o método Spark-Dat (Spark Digital Acquisition and Treatment). Foi acompanhada a produção de um aço ultra baixo carbono (Tabela 1) na estação de desgaseificação a vácuo RH numero um, estação de refino secundário da ArcelorMittal Tubarão.

**Tabela 1.** Composição química aço ultra baixo carbono, 10/01/2010

C	Si	Mn	Al	P	S	Cu	Nb	N
0,0030	0,030	0,12	0,03	0,014	0,008	0,040	0,003	0,0035

Foram coletadas amostras tipo *Lollipop* (Figura 2), no fim de tratamento da estação de refino secundário.



**Figura 2.** Amostras tipo *Lollipop* após análise via Espectrômetro Óptico.

Estas amostras foram enviadas ao laboratório químico da Aciaria da ArcelorMittal Tubarão, para análise via espectrometria de emissão óptica. Foram obtidas as composições químicas das amostras coletadas, e através do método Spark-DAT, foi obtido o número de inclusões contento alumino e oxigênio, para avaliação do nível de limpidez do aço (numero de inclusões de alumina -  $Al_2O_3$ ). Foram realizadas cinco queimas em cada amostra enviada para análise via espectrômetro de emissão óptica. O numero de inclusões de alumina obtido via método Spark-DAT, corresponde à média do número total de inclusões obtidas com as cinco queimas realizadas em cada amostra de aço.

## 3 RESULTADOS

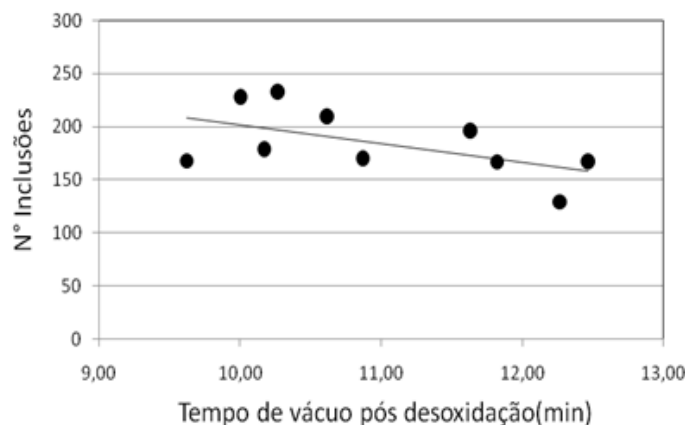
Segue Tabela 2 com o numero de inclusões obtidas com as amostras coletadas nas corridas em análise. Cada resultado corresponde a media dos valores obtidos com as cinco queimas realizadas com o espectrômetro de emissão óptica utilizando a metodologia Spark-DAT. Observa-se também na Tabela 2, o nível de oxidação dos aços avaliados logo antes da desoxidação com alumínio, e o tempo de vácuo (circulação do aço) após desoxidação das corridas com alumínio.



**Tabela 2.** Número de inclusões de  $Al_2O_3$  e dados processuais dos aços em análise

Corridas	NºInclusões por queima ( $Al_2O_3$ )	Tempo circulação pós desoxidação (min)	Teor $Q$ (ppm) antes desoxidação
1	209,00	10,62	737,0
2	167,00	11,82	582,8
3	195,67	11,64	544,5
4	232,00	10,27	576,5
5	227,33	10,00	487,0
6	169,67	10,87	563,0
7	178,33	10,17	649,4
8	166,67	12,47	527,0
9	129,67	12,27	426,0
10	168,00	9,62	616,0
<b>Média</b>	<b>184,97</b>	<b>11,54</b>	<b>560</b>

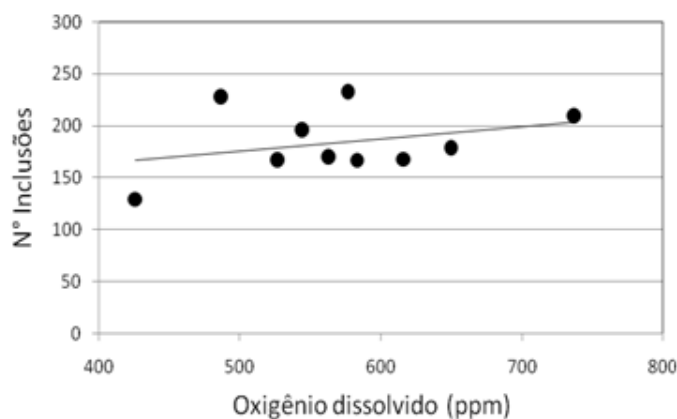
A Figura 3 permite visualizar a influência do tempo de circulação do aço no nível de limpeza, através da quantidade de inclusões obtidas via espectrometria de emissão óptica utilizando a metodologia Spark-DAT.



**Figura 3.** Influência do tempo de circulação no número de inclusões de  $Al_2O_3$  obtido via espectrômetro óptico utilizando metodologia Spark-DAT.

Observa-se uma tendência na redução do número de inclusões obtidas via espectrômetro de emissão óptica utilizando a metodologia Spark-DAT, com o aumento do tempo de circulação após a desoxidação do aço.

Observa-se na Figura 4, o nível de oxigênio no aço obtido logo antes da desoxidação, e o nível de inclusões obtidas com o espectrômetro de emissão óptica utilizando a metodologia Spark-DAT.



**Figura 4.** Influência do oxigênio dissolvido no nível de inclusões de  $Al_2O_3$  obtidas via espectrometria utilizando metodologia Spark-DAT.

## 4 DISCUSSÃO

Os resultados obtidos via espectrômetro de emissão óptica, utilizando a metodologia Spark-DAT (números de inclusões de alumina), mesmo com um número pequeno de corridas, mostra a influência do tempo de circulação após a desoxidação, no número de inclusões em aços ultra baixo carbono.

Percebe-se uma pequena influência do nível de oxigênio dissolvido no banho metálico, no nível de inclusões obtidas para amostras coletadas em media 11,54min de circulação após desoxidação circulação do aço.

O nível médio de inclusões obtidas com o espectrômetro de emissão óptica (numero médio de inclusões igual a 184,97), corresponde a um resultado obtido em corridas produzidas seguindo procedimentos padrões de produção de aços ultra baixo carbono. Nenhum desvio de processo foi identificado na produção dos aços em análise.

## 5 CONCLUSÃO

Apesar do pequeno número de corridas analisadas, é possível observar a influência do tempo de homogeneização no nível de limpeza de um aço UBC por meio da espectrometria de emissão óptica.

A análise de limpeza via espectrometria de emissão óptica utilizando o método Spark-DAT mostra-se de grande valia devido à rapidez na obtenção de resultados sobre o nível de inclusões de alumina, na produção de aços em estações de refino secundário. O resultado médio do nível de inclusões obtidas com o trabalho (184,97 inclusões obtidas de um total de aproximadamente 2000 picos avaliados por queima), devido ao pequeno número de corridas avaliadas, serve apenas como uma estimativa do nível de inclusões das corridas em estudo. Seria necessário uma análise mais aprofundada, com base em um maior número de corridas, para obtenção de um valor que representasse realmente uma medida do nível de limpeza dos aços UBC produzidos no RH da ArcelorMittal Tubarão.

A limpeza de um aço, de acordo com a Figura 3, é função do seu tempo de circulação após a desoxidação. A pequena influência do teor de oxigênio dissolvido no aço, logo antes da desoxidação, no nível de limpeza, deve-se ao tempo médio circulação igual 11,54min. Provavelmente um tempo suficiente para remoção das inclusões geradas com o processo de desoxidação.



## Agradecimentos

Os autores agradecem à Bruno Rodrigues Henriques, Aparecido Tsutomu Nakamura e ao Laboratório químico da Aciaria da ArcelorMittal Tubarão, pelas valorosas contribuições na execução deste trabalho.

## REFERÊNCIAS

- 1 Thermo Scientific. Spark-DAT Option On-Line Single Spark.  
[http://www.thermo.com/eThermo/CMA/PDFs/Articles/articlesFile\\_1368.pdf](http://www.thermo.com/eThermo/CMA/PDFs/Articles/articlesFile_1368.pdf) Acessado em: 05 fevereiro 2010.
- 2 FACO, J.R. *Levantamento das inclusões nos principais grupos de aços produzidos em aciaria do tipo LD*. Dissertação (Mestrado em Metalurgia e Materiais) – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2005.
- 3 SILVA, C. A. ; MARTINS, A. A. ; KATSUJIRO, S. ; FERREIRA, M. A. C. ; AZEVEDO, F. R. S. *Refino Secundário dos Aços*. Belo Horizonte, MG, Brasil, ABM, [Apostila de Curso], 2008.
- 4 LASCOSQUI, P.S.B. *Avaliação da limpidez do aço líquido através da modelagem matemática do degaseificador - RH da Companhia Siderurgia de Tubarão CST*. Dissertação (Mestrado em Metalurgia e Materiais) - REDEMAT Escola de Minas. Ouro Preto, MG: Universidade Federal de Ouro Preto, 2006.
- 5 Thermo Scientific. Why OES.  
[www.thermo.com/com/cda/product/details](http://www.thermo.com/com/cda/product/details) Acessado em: Setembro de 2005.