

# CARACTERIZAÇÃO DE INCLUSÕES DE DIFERENTES AÇOS LAMINADOS VIA MICROSCOPIA ÓTICA E MEV<sup>1</sup>

Carlos Alberto Mendes Moraes<sup>2</sup>  
Wagner Viana Bielefeldt<sup>3</sup>  
Walter Andrey Fontana<sup>4</sup>  
Luis Dutra<sup>5</sup>  
Carlos Renê Dutra<sup>6</sup>  
Leomar Marcon<sup>7</sup>  
Antonio Cesar Faria Vilela<sup>8</sup>

## Resumo

Dentro do projeto TECOMAT, que envolve 8 instituições de pesquisa brasileiras e empresas siderúrgicas, a primeira atividade tem como objetivo o estabelecimento de um procedimento de caracterização de inclusões pré-normativo e caráter pré-competitivo. Assim, o presente trabalho, envolvendo os grupos de pesquisa NucMat/UNISINOS e LASID/UFRGS, contribui com este estudo avaliando o perfil inclusionário de vários aços utilizando microscopia ótica e eletrônica. Amostras de aços laminados em forma de barras e chapas foram analisados via microscopia ótica utilizando como base a norma ASTM E45 para avaliação de perfil inclusionário em aço. As amostras foram preparadas via lixamento e polimento e analisadas em microscópio ótico para determinação dos níveis inclusionário com relação a sulfetos e óxidos, utilizando os métodos A e D, assim como foram quantificadas e determinado o tamanho das inclusões via MO. Com o microscópio eletrônico de varredura (MEV) analisou-se a composição química das inclusões observadas. Pretende-se mostrar que o método A e D da norma ASTM E45 são adequados como ferramentas de controle de produto para avaliar o perfil inclusionário. Porém há a necessidade de maior detalhamento quanto a contagem do número de inclusões, tamanho e distribuição destas inclusões no sentido de aumentar a precisão da análise, em especial quando do desenvolvimento de novos aços e melhorias de processos de fabricação. Com o MEV, pode-se confirmar os tipos de inclusões existentes já identificadas no MO pela indicação de sua forma, e avaliar a existência de correlação entre a composição das inclusões e o tipo de produto e processo usado, com exceção de inclusões ricas em alumina que não foram identificadas no MO a 150x de aumento.

**Palavras-chave:**

## INCLUSION CHARACTERIZATION OF DIFERENT FORMED STEELS VIA OPTICAL AND SCANNING ELETRON MICROSCOPY

### Abstract

From the aims of TECOMAT project, which involves 8 Brazilian research institutions and some steel companies, the first activity is the establishment of a characterization procedure of inclusions as a pre-normative and pre-competitive character. The present work, involving researchers from the NucMat/UNISINOS and LASID/UFRGS groups, aims to evaluate the oxide and sulfide inclusions using optical (OM) and electron scanning (SEM) microscopy. Rolled steel bar and sheet samples were analyzed via OM using the ASTM E45 to characterize the inclusions. Samples were prepared by grinding and polishing, and analyzed using methods A and D ASTM E45 to evaluate the levels of inclusion presence. Also the oxide inclusions were visually counted in a 160mm<sup>2</sup> area, and the sulfides were analyzed using image analysis. The chemical composition of the inclusions was analyzed via SEM-EDS (Electron Dispersive Spectroscopy). The study intends to show that methods A and D from ASTM E45 are adequate for controlling the product, considering inclusion profile. However, when it is necessary to determine the number, size, occupied area and distribution of the inclusions, a visual analysis via OM must be done, such as in the development of a new steel. However, it must be studied the best area of sample to obtain a precise evaluation. Using SEM, it is possible to compare size and type of globular oxide and sulfide inclusions with OM results. However, when alumina rich inclusions were present, such inclusions were not found in the OM analysis increasing only 100x in the microscopy.

**Key words:** Steel; Inclusions; Characterization; Optical microscopy; Scanning electron microscopy.

<sup>1</sup> Contribuição técnica apresentada na 61º Congresso Anual da ABM, de 24 a 27 de julho de 2006, Rio de Janeiro – RJ

<sup>2</sup> Membro da ABM, Prof. Dr. - Engenharia Mecânica - Núcleo de Caracterização de Materiais - Universidade do Vale do Rio dos Sinos/UNISINOS. Av. Unisinos, 950 São Leopoldo – RS, Brasil, CEP 93022-000. cmoraes@unisinos.br

<sup>3</sup> Membro da ABM, Mestre em Engenharia e doutorando do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e dos Materiais/PPGEM – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. wagner@ct.ufrgs.br

<sup>4</sup> Prof Ms. Engenharia Mecânica - Núcleo de Caracterização de Materiais - Universidade do Vale do Rio dos Sinos/UNISINOS. Av. Unisinos, 950 São Leopoldo – RS, Brasil, CEP 93022-000 wfontana@unisinos.br

<sup>5</sup> Técnico Mecânico, Estagiário Núcleo de Caracterização de Materiais - Universidade do Vale do Rio dos Sinos/UNISINOS. Av. Unisinos, 950 São Leopoldo – RS, Brasil, CEP 93022-000 luisdutra10@gmail.com

<sup>6</sup> Graduando Engenharia Mecânica/UFRGS, Laboratorista Engenharia Mecânica - Universidade do Vale do Rio dos Sinos/UNISINOS. Av. Unisinos, 950 São Leopoldo – RS, Brasil, CEP 93022-000. rdutra@unisinos.br

<sup>7</sup> Eng. Metalúrgico Mestrando do PPGEM/UFRGS. marcon@ct.ufrgs.br

<sup>8</sup> Membro da ABM, Dr. Ing. DEMET/PPGEM – Centro de Tecnologia (Laboratório de Siderurgia)/UFRGS. vilela@ufrgs.br

## 1 INTRODUÇÃO

O controle das inclusões em aços está fortemente associada ao conceito de “aço limpo” (Clean Steel). A limpeza do aço é definida pelos baixos teores de impurezas danosas, tais como o oxigênio, enxofre, fósforo, hidrogênio, nitrogênio, e em alguns casos mesmo carbono.<sup>[1]</sup> No conceito de limpeza do aço também está associada a pequena quantidade de inclusões não-metálicas, principalmente inclusões de óxido e sulfetos. Além disso, a idéia de um “aço limpo” normalmente agrega requisitos especiais das inclusões, relacionado-as com a sua composição química, tipo, tamanho e distribuição no aço líquido, no lingote e no produto final. Portanto, o termo “controle de inclusões” primordialmente significa evitar os efeitos prejudiciais das inclusões, e secundariamente também acompanhar as influências geradas pelas modificações das inclusões na usina, nos processos de fabricação ou no produto final.<sup>[2]</sup>

Com o objetivo de estudar e controlar a limpeza dos aços, é importante ter-se métodos com maior exatidão possível para a sua avaliação. Os métodos devem ser capazes de qualificar e quantificar diversos parâmetros de interesse. Os principais parâmetros de interesse no controle de inclusões são os seguintes:<sup>[3]</sup> parâmetros quantitativos (quantidade presente, tamanho); forma; distribuição; composição química; propriedades específicas (físicas, corrosão, elétricas); efeitos das propriedades nos aços.

Os métodos de avaliação de inclusões podem ser agrupados em métodos diretos e métodos indiretos. Os métodos diretos apóiam-se na observação ou mensuração das inclusões “in-loco”, enquanto que os métodos indiretos embasam-se em mensurações de gases associados a formação de inclusões. De uma forma geral, os métodos diretos apresentam maior exatidão e obtém uma quantidade maior parâmetros das inclusões, tendo-se como desvantagem o elevado tempo de análise e maiores custos. Os métodos indiretos são rápidos e de custos reduzidos, porém são confiáveis apenas como indicadores relativos.<sup>[4]</sup>

O trabalho utilizou dois métodos diretos, avaliação das inclusões via microscópio ótico (MO) baseando-se na norma ASTM E45 A e D, contagem visual no MO de inclusões óxidas e uso de análise de imagem para quantificar as inclusões de sulfetos; e via microscópio eletrônico de varredura (MEV) com EDS acoplada para análise da composição das inclusões. Como método indireto foram realizadas análise de oxigênio total e nitrogênio. 3 amostras na forma de barras e 2 na forma chapas foram estudadas.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

T

Três amostras de aço na forma de barras laminadas com a nomenclatura (B1, B2 e B3), e 2 amostras de aço na forma de chapas laminadas com nomenclatura (C1 e C2) foram analisadas via MO, MEV, e determinação de oxigênio total e nitrogênio.

### 2.1 Análise Via Microscópio Ótico

#### 2.1.1. Avaliação do perfil inclusionário conforme Norma ASTM E45 A e D, e contagem visual de óxidos

Os corpos de prova, para análise via MO, foram preparados por método metalográfico tradicional: corte das amostras utilizando cortadora a disco, lixamento

em lixas d'água de granas 80, 100, 220, 320, 400, 500, 600 e 1200 e posteriormente polidos com pasta de diamante de 4 $\mu$ m e 1 $\mu$ m.

As amostras analisadas segundo a norma ASTM sofreram o mesmo processo de preparação e, conforme a norma, cada amostra foi submetida seis vezes à análise sobre a mesma superfície, passando novamente pelo processo de preparação antes de cada análise ser iniciada. O microscópio óptico Union versamet – 2 do Laboratório de Metalurgia Física da UNISINOS foi utilizado nestas análises.

A contagem visual das inclusões foi feita utilizando o mesmo equipamento anterior. A magnitude adotada foi de 300 X. A área analisada foi de 160 mm<sup>2</sup>, divididos em 320 campos de 0,5 mm<sup>2</sup>. Na análise visual via MO foi determinado tamanhos e quantidade de inclusões óxidas, As inclusões que interessavam para tal análise, no caso óxidos, foram agrupadas conforme as seguintes faixas de diâmetros: até 4  $\mu$ m, 4 $\mu$ m a 10 $\mu$ m, 10 $\mu$ m a 20 $\mu$ m, 20 $\mu$ m a 50  $\mu$ m e maiores que 50 $\mu$ m. Os dados foram transferidos para planilha excell e plotados considerando número de inclusões e área ocupada por faixa de tamanho; e os dois fatores anteriores por mm<sup>2</sup> de área analisada por faixa de tamanho.

### **2.1.2. Avaliação das Inclusões por análise de imagem dos sulfetos**

Após a análise para verificação de inclusões de óxido, como foi descrito anteriormente, as amostras novamente passaram por um processo de preparação metalográfica. O método utilizado para caracterização das inclusões de sulfeto foi o de análise de imagens. Com uma câmera fotográfica digital integrada ao microscópio óptico citado anteriormente, foi possível digitalizar as imagens, para posterior análise. A magnificação usada para a aquisição das imagens foi de 300X. A área analisada em cada amostra foi de 4,7 mm<sup>2</sup>, o que corresponde a 10 campos. O software utilizado para realizar a análise das imagens foi *Image Tool 3.0 for windows*.

As inclusões de sulfetos foram separadas das inclusões de óxidos por aspectos morfológicos (ASTM E45): As inclusões com fator de alongação acima de 2,81 foram filtradas e analisadas como sulfetos. O valor do fator de alongação foi obtido através da análise de imagem do quadro padrão da NBR 9208 (baseada na E45), como o menor fator de alongação de uma inclusão de sulfeto. O padrão de varredura (em pente, conforme sugere a ASTM E45) foi idêntico em todas as amostras. Não foram analisadas inclusões com menos de 9 $\mu$ m<sup>2</sup> em área ou 4  $\mu$ m em comprimento.

Inicialmente, as inclusões de sulfetos foram analisadas conforme padrões da norma NBR 9208 por método comparativo visual para comparação.

## **2.2 Análise via Microscópio Eletrônico de Varredura com EDS acoplada**

As amostras preparadas nas condições do item 2.1. foram analisadas via MEV JEOL-JSM 5800 (elétrons retroespalhados), com EDS acoplado, localizado no Centro de Microscopia Eletrônica (CME) da UFRGS.

## **2.3 Análise de Oxigênio e Nitrogênio Totais**

As análises de O e N totais foram realizadas via determinador de oxigênio e nitrogênio LECO TC 436 na GERDAU AEP. Os resultados obtidos foram a partir de médias de, no mínimo, três análises; desvio-padrão de ~2 ppm para O e ~6 ppm para N.

### 3 RESULTADOS

#### 3.1. Análise Via MO

##### 3.1.1 Avaliação do perfil inclusionário conforme Norma ASTM E45 A

Foram visualizados no MO os óxidos globulares (tipo D) e classificados conforme a norma para as amostras das barras e chapas:

B1 = série fina – nível 1,5 (barra)

B2 = série fina – nível 2 (barra)

B3 = série fina – nível 1,5 (barra)

C1 = série fina – nível 1,5 (chapa)

C2 = série fina – nível 1,0 (chapa)

A Figura 1 mostra os níveis de óxidos globulares considerando periferia, meio raio e núcleo para as amostras de barras.

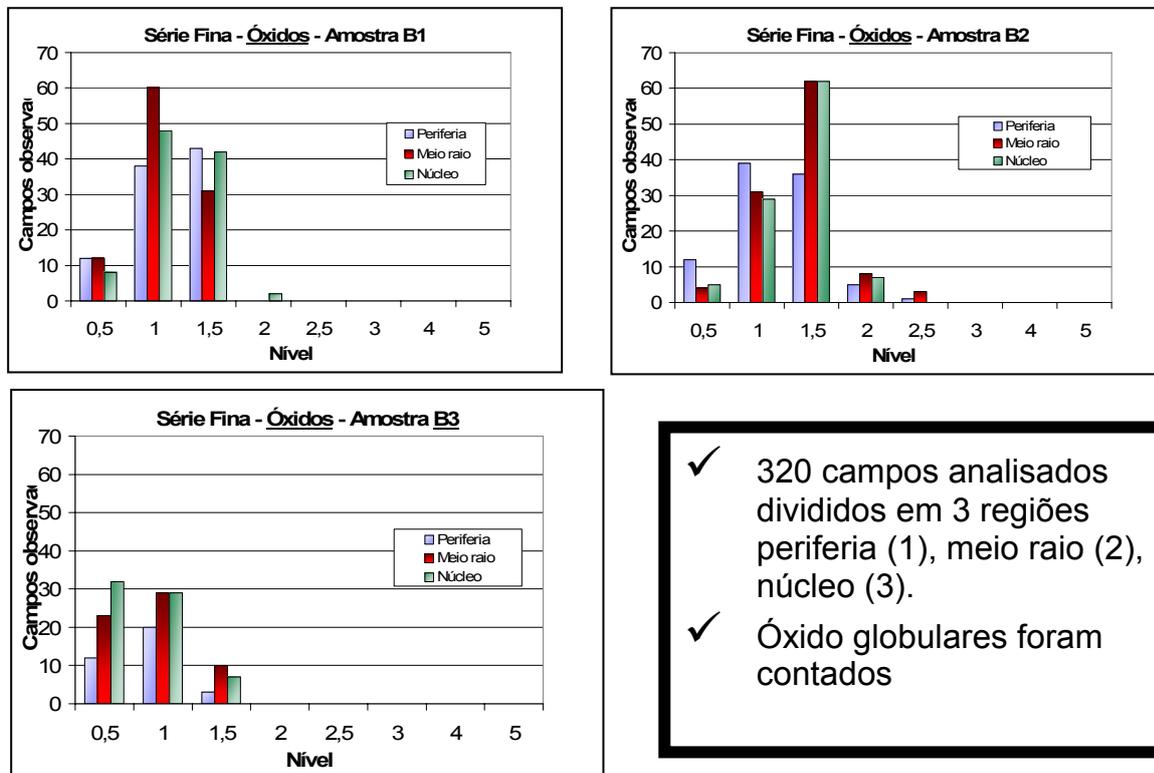
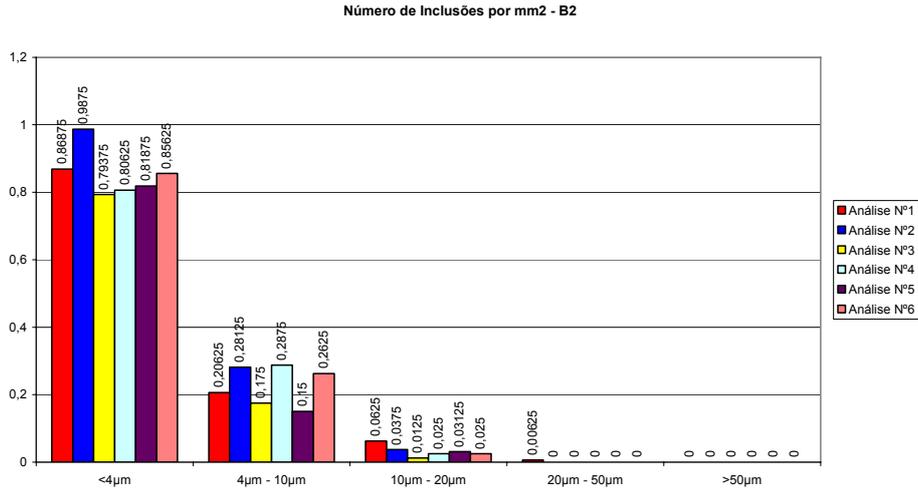


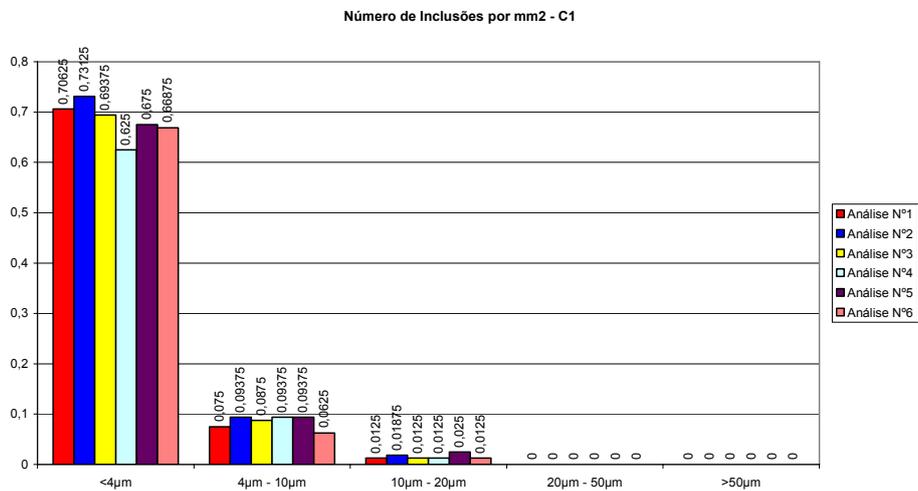
Figura 1. Análise visual de óxidos globulares (tipo D) via MO de acordo com norma ASTM E45A, considerando periferia, meio raio e núcleo das barras.

##### 3.1.2 Avaliação do perfil inclusionário conforme Norma ASTM E45 D

Os resultados mostrados nas Figuras 2 e 3 não apresentam somente as maiores inclusões como a norma – método D indica, mas todas as inclusões encontradas na faixa de tamanhos especificados no item 2.1, para uma das amostras de barra (B2), e de chapa (C1), respectivamente (este estudo foi realizado com magnificação de 150 X, área de 160 mm<sup>2</sup> dividida em 90 campos de 1,77mm<sup>2</sup>).



**Figura 2.** Perfil de inclusões para amostra B2 (barra), analisadas 6 vezes na mesma superfície, conforme ASTM E45 – D.



**Figura 3.** Perfil de inclusões para amostra C1 (chapa), analisadas 6 vezes na mesma superfície, conforme ASTM E45 – D.

### 3.1.3 Avaliação das Inclusões por contagem visual de óxidos

A Figura 4 mostra a contagem de número de inclusões por mm<sup>2</sup> analisado para as amostras de barras e chapas nas faixas de tamanhos definidas.

Número de Inclusões/ mm<sup>2</sup>

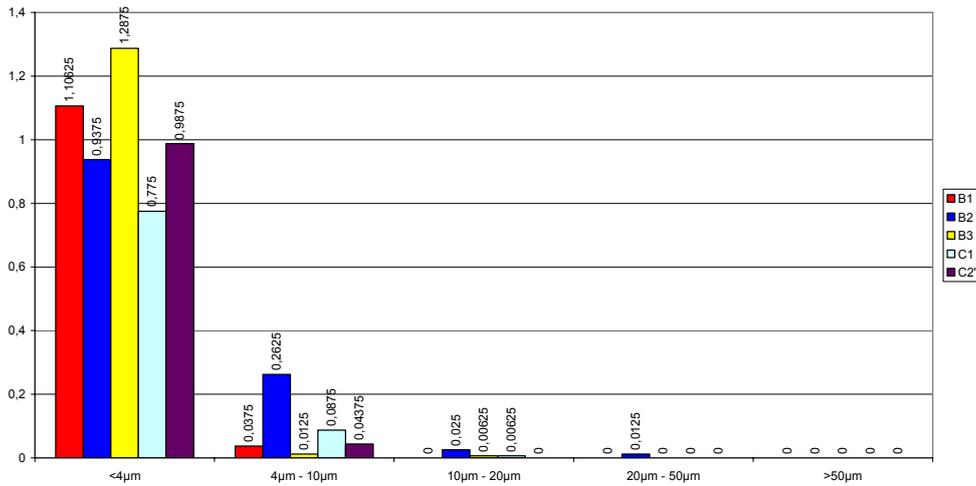


Figura 4. Número de inclusões óxidas por mm<sup>2</sup> nas faixas de tamanhos para as amostras de barras.

### 3.1.4 Avaliação das inclusões de sulfetos via padrões da norma NBR 9208 por método comparativo visual

As amostras de barras apresentaram a seguinte tendência em termos de nível de sulfetos de acordo com comparação visual junto a norma NBR 9208:

B1 = série fina – nível 3 (barra)

B2 = série fina – nível 2 (barra)

B3 = série fina – nível 1 (barra)

A Figura 5 mostra a tendência dos níveis de sulfetos considerando campos da periferia, meio raio e núcleo para as amostras de barras. Já, nas amostras de chapa não foram encontrados sulfetos.

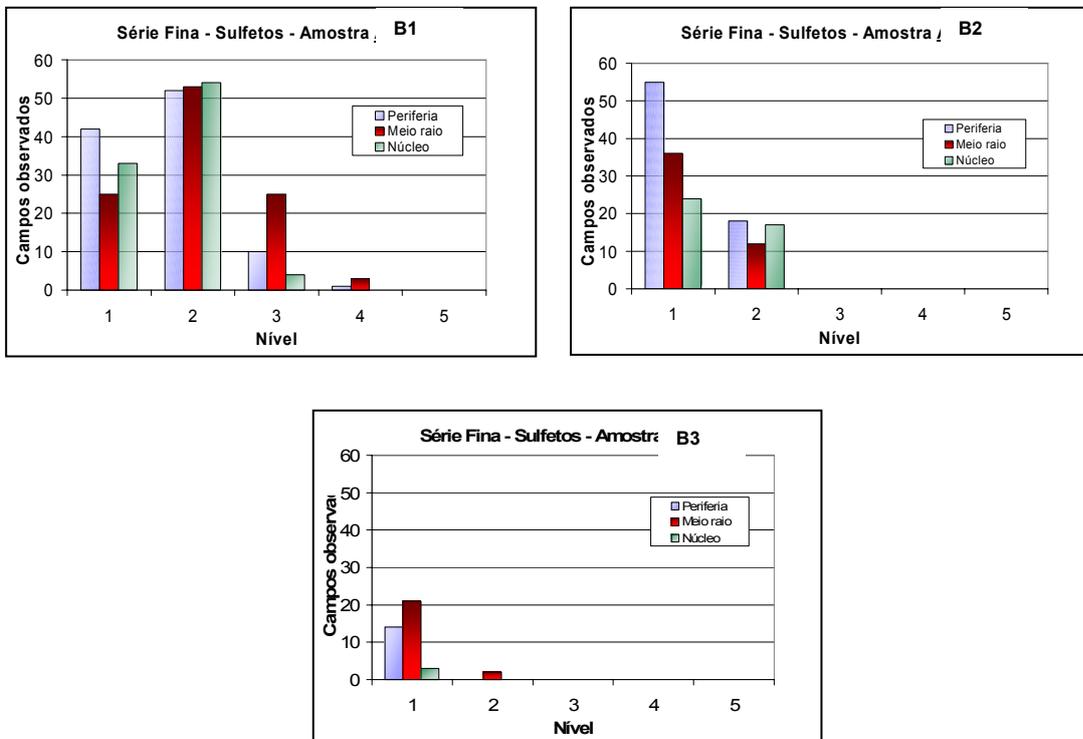


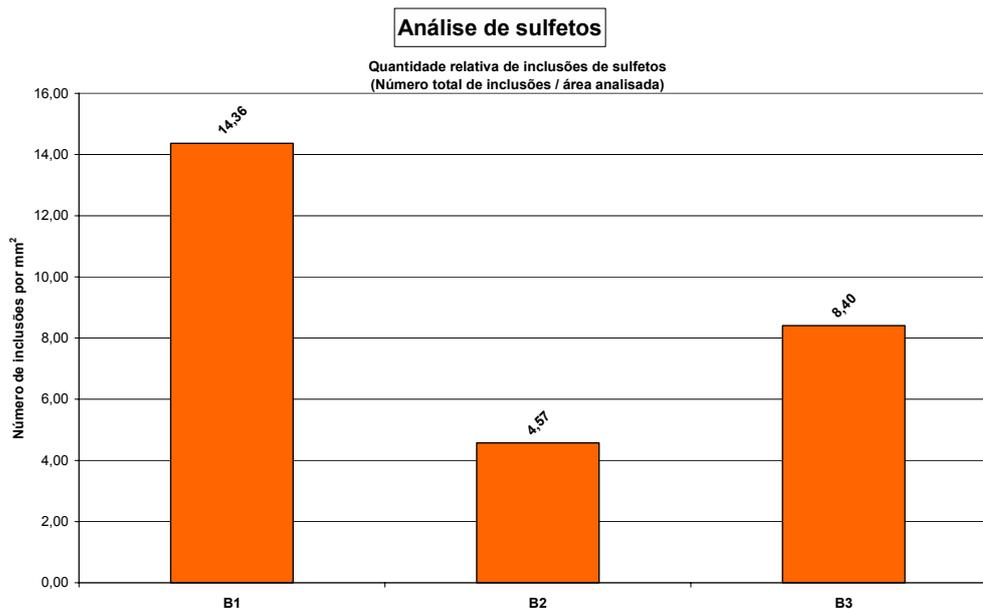
Figura 5. Análise visual de sulfetos via MO de acordo com norma ASTM E45A, considerando periferia, meio raio e núcleo das barras.

### 3.1.5 Avaliação das Inclusões por análise de imagem dos sulfetos

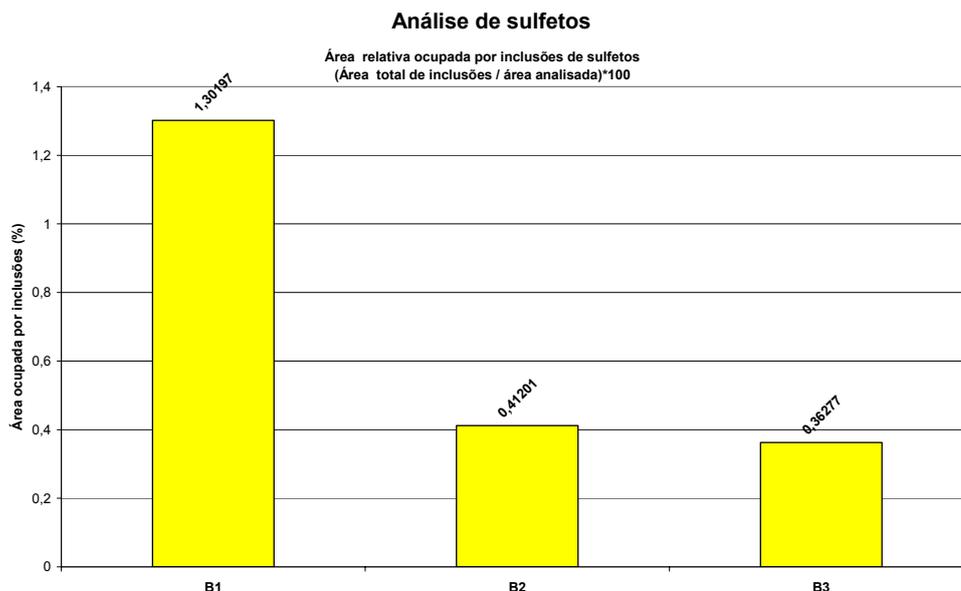
As Figuras 6 e 7 apresentam, respectivamente, os resultados de número de inclusões e área ocupada pelas inclusões de sulfetos por  $\text{mm}^2$  analisado por amostra de barra.

### 3.2 Análise Via Microscópio Eletrônico de Varredura com EDS Acoplada

As Figuras 8, 9 e 10 mostram as inclusões encontradas na análise via MEV das amostras B1, B2 e B3, respectivamente. As Figuras 11 e 12 mostram inclusões encontradas na análise via MEV das amostras C1 e C2, respectivamente.

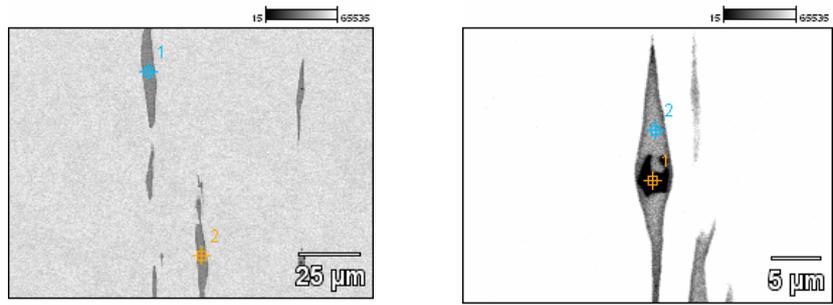


**Figura 6.** Quantidade relativa de inclusões de sulfetos (número total de inclusões por  $\text{mm}^2$  analisados), determinado por análise de imagem nas barras.



**Figura 7.** Área relativa de inclusões de sulfetos (área total de inclusões por  $\text{mm}^2$  analisados), determinado por análise de imagem nas barras.

**Aço B1:** Número de inclusões analisadas: 7 - Inclusões de MnS: 7



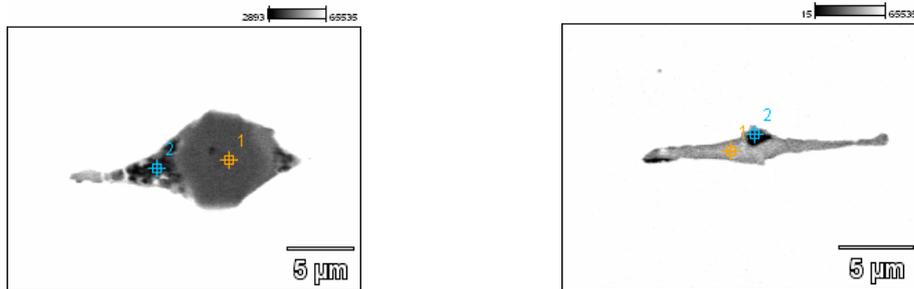
Inclusão de MnS – 900x 15kV

Inclusão de MnS – 3500x 15kV

**Figura 8.** inclusões encontradas na amostra B1 analisada via MEV.

**Aço B2:** Número de inclusões analisadas: 12

Inclusões de MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 8. Inclusões de SiO<sub>2</sub>: 1. Inclusões de MnS: 3.



1 - Inclusão de MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 5000x 15kV

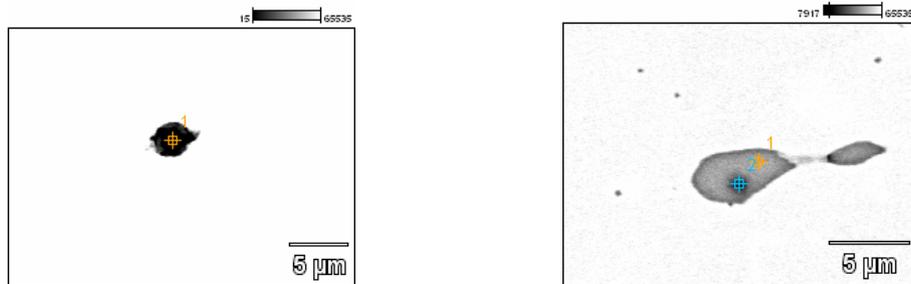
1 - Inclusão de MnS – 5500x 15kV

2 - Inclusão de MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 5000x 15kV

**Figura 9.** Inclusões encontradas na amostra B2 analisada via MEV.

**Aço B3:** Número de inclusões analisadas: 11

Inclusões de MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 2. Inclusões de CaS-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 5. Inclusões de MnS: 4.



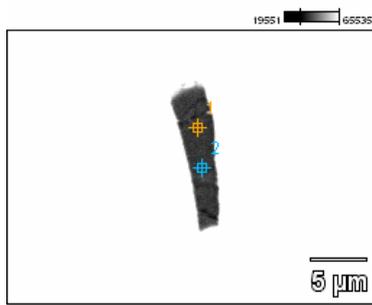
1 - Inclusão de CaS-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 4500x 15kV

1 - Inclusão de MnS – 6000x 15kV

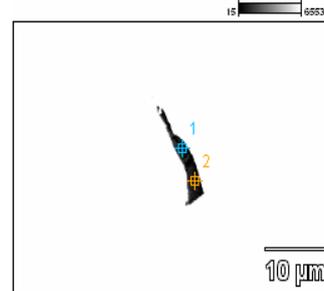
2 - Inclusão de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 6000x 15kV

**Figura 10.** Inclusões encontradas na amostra B3 analisada via MEV.

**Aço C1:** Número de inclusões analisadas: 10 - Inclusões de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 8. Inclusões de  $\text{SiO}_2$ : 2



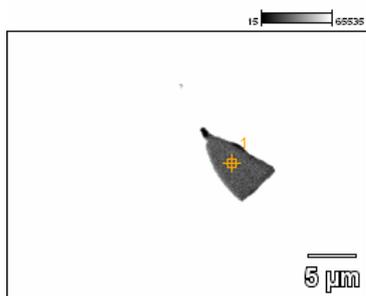
Inclusão de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  – 4000x 15kV



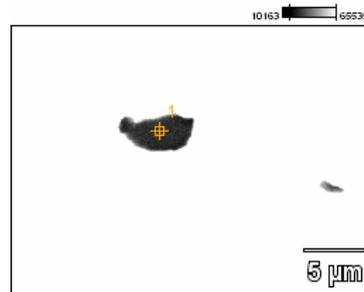
Inclusão de  $\text{SiO}_2$  – 2500x 15kV

**Figura 11.** Inclusões encontradas na amostra C1 analisada via MEV.

**Aço C2:** Número de inclusões analisadas: 10 - Inclusões de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 1. Inclusões de  $\text{SiO}_2$ : 9



Inclusão de  $\text{SiO}_2$  – 3500x 15kV

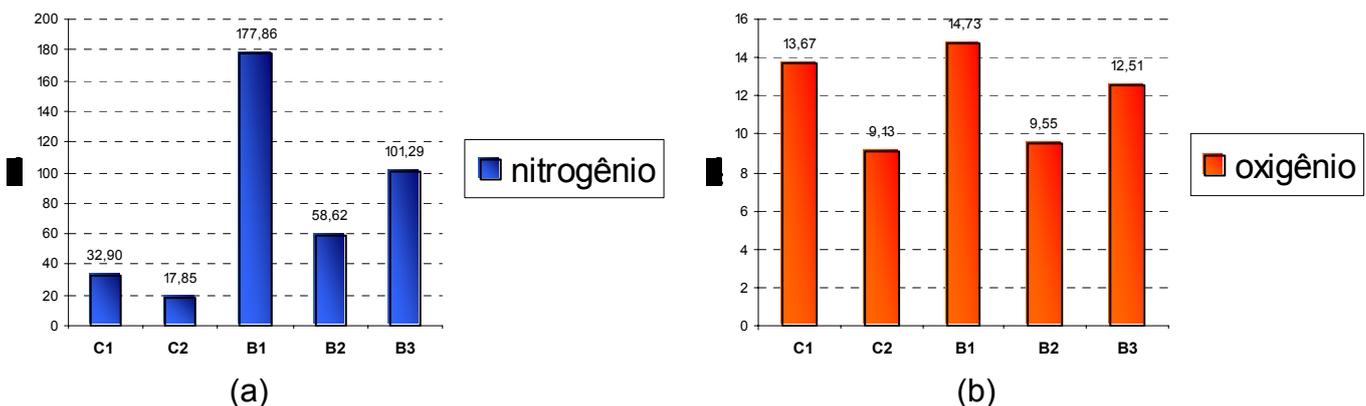


Inclusão de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  – 4000x 15kV

**Figura 12.** Inclusões encontradas na amostra C2 analisada via MEV.

### 3.3 Análise de Oxigênio e Nitrogênio

As Figuras 13a e 13b mostram, respectivamente, as análises de oxigênio e nitrogênio totais das amostras de barras e chapas.



**Figura 13.** Análise de oxigênio (a) e nitrogênio total (b) das amostras de barras e chapas.

## 4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Seguindo o padrão da norma ASTM E45, quando da análise de inclusões ficou claro que em função do aumento utilizado (100x) foi possível apenas de observar óxidos globulares, assim como na análise visual, enquanto via MEV inclusões não globulares ricas em  $\text{Al}_2\text{O}_3$  foram encontradas.

Observou-se boa correlação entre os tamanhos das inclusões analisadas nas técnicas MEV/EDS e MO.

A tendência observada na análise de sulfetos via MO pela norma ASTM é confirmada quando se utiliza a técnica de análise de imagem.

### **Agradecimentos**

Os autores agradecem ao CNPq pelo apoio financeiro ao projeto TECOMAT, e à empresa GERDAU Unidade Aços Especiais Piratini pelas análises de oxigênio e nitrogênio.

### **REFERÊNCIAS**

- 1 R. Kiessling, Metal Science, (1980) 5, 161.
- 2 Holappa, L.E.K.; Helle, A.S. "Inclusion control in high performance steels", Journal of Materials Processing Technology; vol. 53, pág. 177-186, (1995)
- 3 Atkinson, H.V; Shi, G. "Characterization of inclusions in clean steels: a review including the statistics of extreme methods", Progress in Materials Science; vol. 48 pág. 457-520, (2003)
- 4 Zhang, L.; Thomas, B.G. "State of the art in evaluation and control of steel cleanliness", ISIJ International, vol. 43, pág. 271-291, (2003)