

# IDENTIFICAÇÃO E ANÁLISE DE INCLUSÕES NÃO METÁLICAS EM AÇOS INOXIDÁVEIS FERRÍTICOS VIA ESPECTROMETRIA DE EMISSÃO ÓPTICA COM SISTEMA SPARK-DAT\*

LúrimaUane Soares Faria<sup>1</sup>  
Jaqueline Lacerda da Silva<sup>2</sup>  
Valdeci Paula Alvarenga<sup>3</sup>  
Robson Chateaubriand Monteiro<sup>4</sup>  
Márcio Nascimento Cunha<sup>5</sup>

## Resumo

A detecção rápida do surgimento de inclusões durante a produção do aço permite controle e correções ainda na Aciaria, garantindo a qualidade e aplicação final do produto. Diante disso, este trabalho teve como propósito desenvolver e verificar a efetividade de métodos de análise de inclusões via espectrometria óptica com sistema Spark-DAT, que permite a determinação rápida dos tipos, número e tamanho das inclusões, simultaneamente às análises de composição química, já realizadas pela espectrometria óptica tradicional. Por conseguinte, essa técnica representa avanço na área, complementando métodos convencionais de microscopia, não aplicáveis em linhas de produção, devido principalmente ao longo tempo requerido de análise. A pesquisa foi realizada em parceria com a Aperam South America, sendo utilizado o Espectrômetro Thermo ARL iSpark 8860, e analisadas amostras de aços inoxidáveis ferríticos. Para validação dos métodos, comparou-se os resultados com análises por microscopia eletrônica de varredura, sendo confirmada a confiabilidade do programa Spark-DAT em caracterizar as inclusões presentes no aço. Houve compatibilidade entre as técnicas, quanto à composição química, tamanho e número de inclusões, possibilitando o uso do método para análises qualitativas de inclusões não metálicas no aço.

**Palavras-chave:**Inclusões; Espectrometria; Spark-DAT; Aços Inoxidáveis Ferríticos.

## IDENTIFICATION AND ANALYSIS OF NON-METALLIC INCLUSIONS IN FERRITIC STAINLESS STEELS THROUGH OPTICAL EMISSION SPECTROMETRY WITH SPARK-DAT SYSTEM

### Abstract

The quick detection of the appearance of inclusions during the steel production allows control and corrections still in the Melt Shop, guaranteeing the quality and final application of the product. The purpose of this work was to develop and verify the effectiveness of methods of inclusion analysis using optical spectrometry with Spark-DAT system, which allows quick determination of the types, number and size of the inclusions simultaneously with the analyzes of chemical composition, already performed by traditional optical spectrometry. Therefore, this technique represents advance in the field, complementing conventional microscopy methods, not applicable in production lines, mainly due to the long time required for analysis. The research was made in partnership with Aperam South America, using the Thermo ARL iSpark 8860 Spectrometer, and samples of ferritic stainless steels were analyzed. For the validation of the methods, the results were compared with scanning electron microscopy analysis, confirming the reliability of the Spark-DAT system in characterizing the inclusions present in steel. There was compatibility

\* Contribuição técnica ao 18º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, parte integrante da ABM Week, realizada de 02 a 04 de outubro de 2018, São Paulo, SP, Brasil.

between the techniques, regarding the chemical composition, size and number of inclusions, making possible the use of the method for qualitative analysis of nonmetallic inclusions in steel.

**Keywords:** Inclusions; Spectrometry; Spark-DAT; Ferritic Stainless Steels.

- <sup>1</sup> *Graduanda em Engenharia Química, Iniciação Científica, Controle de Processo da Aciaria- PACC, Aperam South America e Centro Universitário do Leste de Minas Gerais, Timóteo, MG, Brasil.*
- <sup>2</sup> *Engenheira Química pela UFRGS- Universidade Federal do Rio Grande do Sul, especialista em Gestão Ambiental e de Projetos, mestranda do departamento de Engenharia Química da UFMG, professora do departamento de Engenharia Química do Centro Universitário do Leste de Minas Gerais, campus Coronel Fabriciano, MG, Brasil.*
- <sup>3</sup> *Engenheiro Industrial Mecânico- ICMG, Mestre em Engenharia de Materiais- UFOP, Engenheiro Metalurgista, Controle de Processo da Aciaria, Aperam South America, Timóteo, MG, Brasil.*
- <sup>4</sup> *Bacharel em Administração, Supervisor de Laboratório da Aciaria, Controle de Processo da Aciaria- PACC, Aperam South America, Timóteo, MG, Brasil.*
- <sup>5</sup> *Engenheiro de Materiais, Mestre em Engenharia Metalúrgica, Engenheiro do Produto Inox, Metalurgia Integrada, Aperam South America, Timóteo, MG, Brasil.*

## 1 INTRODUÇÃO

A elaboração de aços compreende processos de desoxidação e refino do banho metálico, a fim de garantir sua limpidez, minimizando a ocorrência de porosidades e inclusões. A falta de controle sobre esses fatores pode prejudicar as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão do material, comprometendo sua qualidade e aplicação final [1].

As inclusões não metálicas são impurezas presentes nos aços que alteram suas propriedades, e podem ser classificadas como endógenas ou exógenas, conforme sua origem. As endógenas são aquelas resultantes das reações químicas do processo, e as exógenas são formadas a partir da incorporação mecânica de escória, refratários, ou de outros materiais em contato com o aço líquido [2]. Sua presença pode ser desejável ou não, de acordo com as características pretendidas para o produto final [3].

Para caracterização das inclusões em aço, os métodos comumente utilizados são a microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Entretanto, essas técnicas não são utilizadas em linhas de produção, para controle do processo, devido principalmente ao longo tempo de preparação e análise da amostra. Em razão disso, avanços têm sido desenvolvidos, como a aplicação do sistema Spark-DAT, complementar à espectrometria de emissão óptica, a qual fornece apenas dados de composição química [4].

A espectrometria de emissão óptica baseia-se na medição da radiação emitida pelos átomos dos elementos após receberem energia de uma fonte externa, sendo a análise iniciada com a aplicação de uma descarga elétrica entre um eletrodo e a superfície da amostra [5]. No software Spark-DAT estão instalados os algoritmos de cálculo utilizados para fornecer informações quanto aos tipos, número e tamanho das inclusões, a partir dos sinais de intensidade gerados devido às centelhas. A análise é feita simultaneamente à análise de composição química usual, não havendo acréscimos no custo, nem no tempo de operação [6].

Nesse método, quando a centelha atinge uma área que contém inclusão, é gerado um pico de intensidade, já que o teor dos elementos nessa região é maior do que a sua concentração na matriz. A intensidade dos picos dependerá da quantidade de átomos contidos nas inclusões, estando relacionada com o tamanho da inclusão e com a concentração do elemento analisado na mesma. A partir da contagem dos picos gerados para cada elemento, o Spark-DAT quantifica as inclusões, além de permitir a identificação da correspondência dos picos que aparecem simultaneamente em diferentes elementos, tornando possível a determinação da composição química das inclusões [7].

Os aços inoxidáveis ferríticos são ligas de ferro e cromo, com teor de cromo entre 11 e 27%, e baixos teores de carbono e nitrogênio. São estabilizados pela adição de titânio e/ou nióbio, e nessa condição, não há carbono e nitrogênio livres para formação de martensita, e as propriedades de resistência à corrosão, soldabilidade e formabilidade são melhoradas. Os aços estabilizados ao titânio são submetidos a rigorosos controles nos processos de refino, mas ainda assim, apresentam índice

elevado de ocorrência de defeitos na laminação, devido às inclusões formadas na Aciaria [8].

O desenvolvimento de um método de caracterização eficiente, associado ao conhecimento das etapas de produção do aço, torna-se indispensável para a identificação das inclusões e suas possíveis fontes, permitindo a detecção e solução mais rápida de problemas operacionais, e garantindo a qualidade final do produto. Nesse contexto, o presente trabalho teve como propósito desenvolver e validar metodologias de análise de inclusões em aços inoxidáveis ferríticos, via espectrometria de emissão óptica com sistema Spark-DAT, em parceria com a empresa Aperam South America.

## 2 DESENVOLVIMENTO

### 2.1 Materiais e Métodos

Inicialmente, foi feita a exploração dos recursos disponíveis do Espectrômetro Thermo ARL 8860, acoplado ao software Spark-DAT, seguida do desenvolvimento de um programa de análise para aços inoxidáveis da série 400. Além de utilizar os algoritmos desenvolvidos pelo fabricante, foram criados e inseridos novos algoritmos, para identificação de diferentes tipos de inclusões, comumente formadas, de acordo com o aço estudado.

Foram empregados os algoritmos “Picos”, responsável por informar o número de inclusões presentes nas amostras, o “Solúvel”, que possibilita a detecção da parte normal do gráfico de distribuição de intensidades e, por meio de cálculos específicos, permite a determinação dos teores solúveis e insolúveis do elemento, e o algoritmo “Composição”, que permite a determinação da composição química das inclusões [6], conforme a Figura 1, que mostra os picos coincidentes obtidos nos diagramas de Al e Ca, indicando a presença de inclusões de aluminato de cálcio.

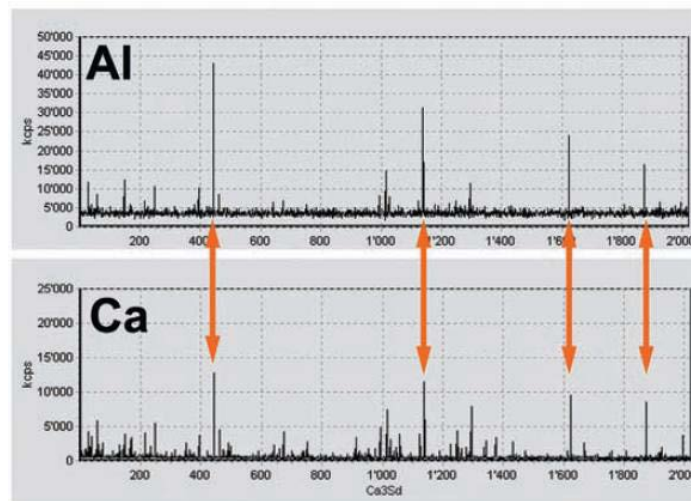


Figura 1. Determinação da composição química das inclusões [9].

Pelo programa Spark-DAT, os algoritmos “Picos” e “Composição” também podem ser usados para fornecer o número de inclusões pertencentes a diferentes classes de tamanhos. Dessa forma, as inclusões presentes na amostra são classificadas em pequenas (P), médias (M) e grandes (G), a partir da definição dos valores de

intensidade que delimitam cada faixa de tamanho. Tais limites são determinados através de cálculos que utilizam o valor médio e o desvio padrão das intensidades obtidas para o elemento dissolvido na matriz [6]. Nesse sentido, foi feita a análise qualitativa do tamanho das inclusões.

Para execução dos testes, foram separadas amostras de aços inoxidáveis ferríticos, coletadas e analisadas previamente nas atividades de rotina da empresa. Esses aços apresentam índice elevado de ocorrência de defeitos na laminação, e por esse motivo foram escolhidos para estudo.

São produzidos na Aperam por meio da rota definida como Triplex, na qual se utiliza, além do convertedor AOD-L (ArgonOxigenDescarburization) para descarburização parcial (carbono até 0,35%), dois equipamentos para o refino secundário, o Desgaseificador VOD (Vacum OxigenDescarburization) e o Forno Panela (FP). No VOD é feita a descarburização final sob vácuo (carbono menor que 0,0060%), e o ajuste final de composição química, adição de titânio e refino são realizados no Forno Panela, antes do envio para o Lingotamento Contínuo (LC). O gusa é tratado no PTG (Estação de Pré-tratamento de Gusa) para desfosforação e dessiliciação, antes do AOD-L [8]. A Figura 2 apresenta o fluxo de produção:

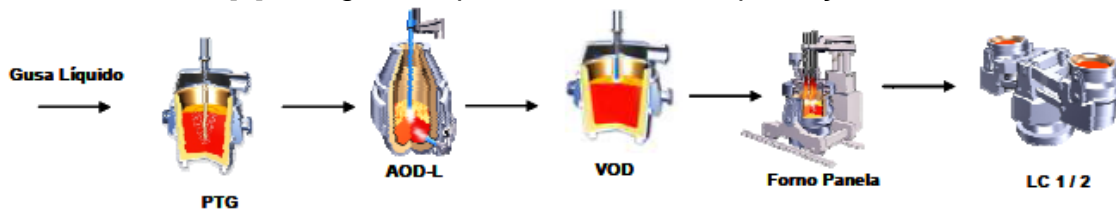


Figura 2. Fluxo de produção dos aços 4XX na Aperam [10].

O Quadro 1 identifica as amostras, apresentando o tipo de aço e a etapa na qual a amostragem foi feita:

Quadro 1. Identificação das amostras

Amostra	Identificação da corrida	Tipo de Aço	Momento de amostragem
1	800974H02	P441A	Última preliminar do FP
2	800974HFI	P441A	Aos 20 min do LC
3	704430HFI	P409A	Aos 20 min do LC
4	704432DFI	P409A	Aos 20 min do LC

As amostras foram fresadas no torno Transmab 350, da marca SOMAB, e em seguida analisadas no espectrômetro óptico, a partir do método criado. Essa etapa do trabalho foi executada no Laboratório Instrumental da Aciaria na Aperam.

Para prosseguir com as análises no MEV, preparou-se novamente as amostras, utilizando o procedimento conforme a norma ASTM E45 (2005), seguindo as etapas de corte, embutimento, lixamento e polimento. Essa etapa foi realizada nos laboratórios do Centro de Pesquisas da Aperam. Utilizou-se o Microscópio Eletrônico de Varredura com EDS da marca PHILIPS, modelo XL-30.

A área selecionada para análise por microscopia foi a área de queima demarcada após análise por espectrometria, com diâmetro aproximado de 8 mm, e pode ser visualizada pela Figura 3, que mostra um exemplo de amostra de imersão de aço inoxidável, com duas queimas.





**Figura 3.** Amostra de imersão de aço inoxidável após análise por espectrometria.

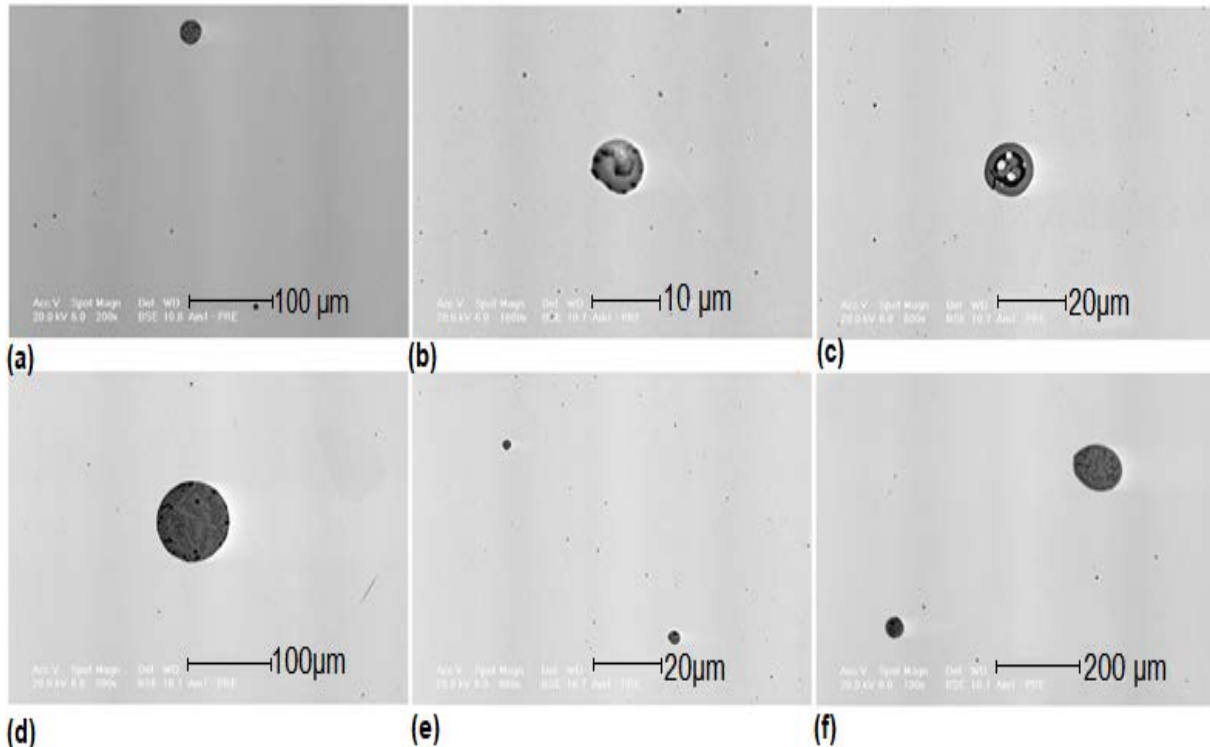
Os resultados obtidos quanto à composição, tamanho e número de inclusões, a partir das técnicas de microscopia e espectrometria, foram comparados, a fim de validar o método criado pelo programa Spark-DAT.

## 2.2 Resultados e discussões

### 2.2.1 Análise da composição química das inclusões

Para avaliar qualitativamente a metodologia desenvolvida, foram comparados os resultados obtidos entre as análises por microscopia eletrônica de varredura e pelo método criado a partir do programa Spark-DAT. Por se tratar de uma matriz de Fe-Cr, no caso em que os teores de cromo nas inclusões foram próximos ao seu teor na matriz e o teor de ferro foi muito elevado, esses elementos foram desconsiderados do conteúdo das inclusões, nas análises de microscopia. A Figura 4 apresenta as principais imagens obtidas pelo MEV, que caracterizam as inclusões presentes na Amostra 1:

**Figura 4.** Inclusões observadas via MEV- Amostra 1.



Observa-se pela Figura 4 a prevalência de óxidos globulares e óxidos complexos com titânio, de tamanhos maiores. Esse resultado, considerando o tipo de aço e o momento de amostragem, também foi obtido por Cunha [8], o qual afirma ter

encontrado a presença de inclusões maiores e mais arredondadas de óxido de titânio modificadas com cálcio, magnésio e alumínio, em amostra do aço 409.

Na Figura 4 (a) estão incluídos óxidos do sistema Al-Mn-Si-Ti-O, com traços de Nb, e do sistema Al-Mg-Ti-O, com traços de Zr. Em (b) foi identificada uma inclusão complexa contendo Al-Ca-Mg-Si-Ti-Zr-O-Fe-Cr, e inclusões pequenas de Ti e Si, com traços de Nb. Em (c), três pontos distintos da inclusão foram analisados, estando os seguintes elementos presentes em cada ponto: Si-Mn-Ti-Nb-Cr-Fe, e Si-Mn-Al-Ti-Nb-O-Cr-Fe, que se repetiu em dois pontos. Em (d), os elementos constituintes da inclusão foram Al-Ca-Mg-Ti-Si-Mn-S-O-F, sendo notada a presença incomum de F. Em (e) observou-se inclusões de Al-Mg-Ti-O-C e Al-Ca-Mg-Ti-O-S, ambas com traços de Zr. Em (f), a inclusão maior apresentava Al-Ca-Mg-Ti-Si-Mn-O-F, também havendo F em sua composição, e a menor, Al-Ca-Ti-Si-Mn-O, tendo ambas traços de Nb.

O Quadro 2 apresenta os elementos identificados por cada método, e os principais formatos de respostas obtidos pelo Spark-DAT, para a Amostra 1:

**Quadro 2.** Comparação de resultados entre MEV e Spark-DAT- Amostra 1

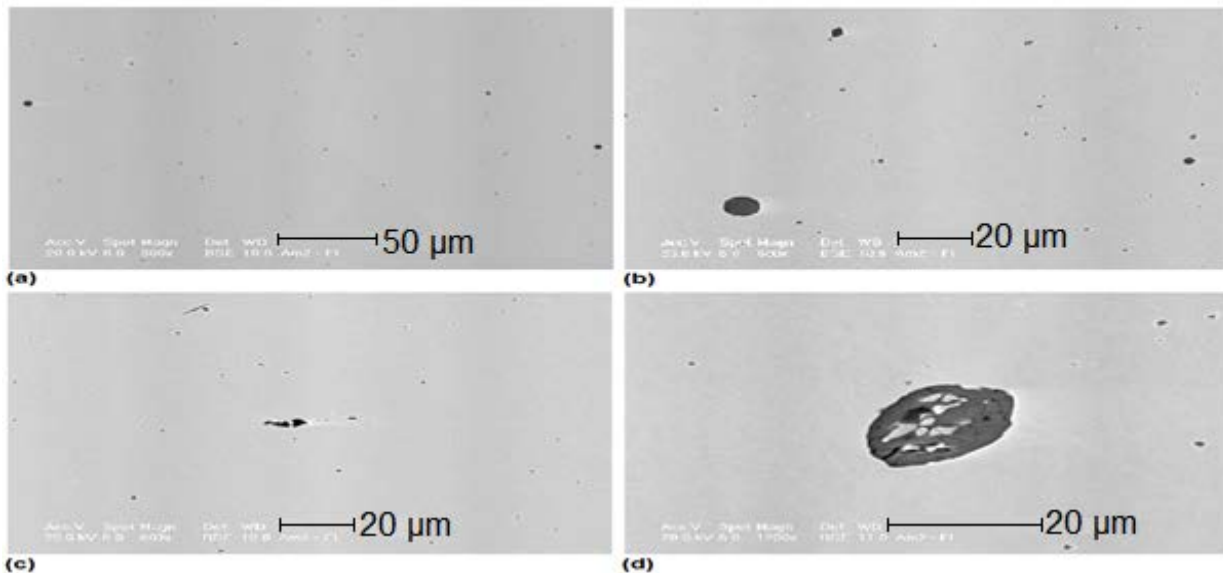
MEV	SPARK-DAT	Compostos Spark-DAT
O	O	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>MgO</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>CaO</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>CaOMgO</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>CaOMgOCaS</b> <b>CaS</b> <b>MnS</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>CaOSiO<sub>2</sub></b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>MnOSiO<sub>2</sub>*</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Ti(C,N)</b> <b>TiC*</b> <b>NbC*</b> <b>Zr_insol*</b>
Al	Al	
Mg	Mg	
Ca	Ca	
S	S	
Mn	Mn	
Si	Si	
Ti	Ti	
Nb	Nb	
C	C	
Zr	Zr	
F		

(\*) Algoritmos criados, em fase de testes; (\_insol) Teor insolúvel do elemento.

Pode-se observar pelo Quadro 2 que ambos os métodos identificaram os principais elementos, havendo uma pequena diferença para o F. A identificação desse elemento para o tipo de aço estudado não é comum, tanto para o conteúdo de inclusões, quanto na matriz (concentração desprezível). Além disso, o espectrômetro óptico não possui canal para análise do F, não podendo esse ser analisado pelo método.

O programa Spark-DAT permite a detecção de inclusões que contém até cinco elementos, sendo quatro elementos distintos e o oxigênio. Logo, inclusões complexas, com número de elementos superior a esse, como as que foram mostradas na Figura 4, não são exatamente representadas pelo método criado, mas os compostos avaliados no Spark-DAT apresentam seus principais constituintes.

A Figura 5 apresenta as principais imagens obtidas pelo MEV, que caracterizam as inclusões presentes na Amostra 2:



**Figura 5.** Inclusões observadas via MEV- Amostra 2.

Pode-se observar pela Figura 5 a presença majoritária de óxidos globulares menores (a e b), se comparados com os encontrados na Amostra 1. Tal fato está relacionado com o momento de amostragem, visto que as amostras 1 e 2 são da mesma corrida, mas retiradas em etapas diferentes do processo. Em (a), a composição desses óxidos foi de Al-Ca-Mg-Ti-O, com traços de Nb e Zr, e Al-Ca-Mg-Ti-Si-Nb-O-S, além de inclusões pequenas de Si e Ti. Em (b), foram encontradas inclusões de Al-Mg-Ti-Zr-O, Ti-Si-Mg-Nb, e novamente, inclusões menores de Ti e Si. Também foi identificada a presença de silicato em (c), com traços de Ti, e um óxido complexo maior em (d), formado por Al-Mn-Si-Ti-Nb-O-Cr-Fe.

O Quadro 3 apresenta os elementos identificados por cada método, e os principais formatos de respostas obtidos pelo Spark-DAT, para a Amostra 2:

**Quadro 3.** Comparação de resultados entre MEV e Spark-DAT- Amostra 2

MEV	SPARK-DAT	Compostos Spark-DAT
O	O	
Al	Al	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Mg	Mg	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> MgO
Ca	Ca	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> CaO
S	S	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> CaOMgO
Mn	Mn	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> CaOMgOCaS
Si	Si	MnS
Zr	Zr	CaS
Ti	Ti	SiO <sub>2</sub> *
Nb	Nb	CaOSiO <sub>2</sub> *
	N	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> MnOSiO <sub>2</sub> *
	C	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> CaOSiO <sub>2</sub>
		Zr_insol*
		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Ti(C,N)
		TiN
		NbN*
		TiC*
		NbC*

(\*) Algoritmos criados, em fase de testes; (\_insol) Teor insolúvel do elemento.



Observa-se a correspondência da maioria dos elementos, diferindo apenas quanto ao N e C, que não foram identificados pelo MEV, possivelmente devido à baixa concentração. Além disso, obteve-se resposta para esses elementos no programa Spark-DAT através de algoritmos novos, em fase de testes.

WANG et al. [11] apresenta em seus resultados que as inclusões formadas em aços inoxidáveis ferríticos estabilizados, com 0,31% de Ti, são partículas de TiN, inclusões complexas do sistema Al-Ti-O-N e poucas inclusões de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Esse resultado também foi obtido pela análise por espectrometria a partir do método desenvolvido, como pode ser observado no Quadro 3, que apresenta os compostos Spark-DAT que deram resultados para a Amostra 2. As mesmas respostas foram observadas por Cunha [8] em amostra do aço 409, nessa etapa do processo.

O Quadro 4 apresenta os resultados obtidos para as Amostras 3 e 4:

**Quadro 4.** Comparação de resultados entre MEV e Spark-DAT- Amostra 3 e 4

Amostra 3			Amostra 4		
MEV	SPARK-DAT	Compostos Spark-DAT	MEV	SPARK-DAT	Compostos Spark-DAT
O	O	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>MgO</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>CaO</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>CaOMgO</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>CaOSiO<sub>2</sub></b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>CaOMgOCaS</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Ti(C,N)</b> <b>TiN</b> <b>NbN*</b> <b>Zr_insol*</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> <b>CaS</b> <b>MnS</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>MnS</b>	O	O	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>MgO</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>CaO</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>CaOMgO</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>CaOCaS</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>CaOMgOCaS</b> <b>CaS</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>CaOSiO<sub>2</sub></b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Ti(C,N)</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> <b>Zr_insol*</b> <b>MnS</b> <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>MnS</b>
Al	Al		Al	Al	
Mg	Mg		Mg	Mg	
Ca	Ca		Ca	Ca	
Si	Si		S	S	
Ti	Ti		Si	Si	
Nb	Nb		Ti	Ti	
N	N		N	N	
Zr	Zr		Cr	Cr	
Cr	Cr		Zr	Zr	
	S			Mn	
	Mn				

(\*) Algoritmos criados, em fase de testes; (\_insol) Teor insolúvel do elemento.

Novamente, os principais elementos constituintes das inclusões foram identificados. As pequenas diferenças podem estar associadas a baixas concentrações de alguns elementos, às variações entre a composição das inclusões em diferentes áreas analisadas, já que a distribuição dessas não é perfeitamente homogênea na matriz, e ao limite de elementos distintos que compõem as inclusões determinadas pelos algoritmos Spark-DAT. Segundo Böhlen [9], também há casos em que a concentração do elemento presente na inclusão é elevada na matriz, podendo alguns picos serem ocultados, e dificultar a detecção da inclusão. Tais diferenças não são significativas, sendo o método eficiente em identificar o conteúdo das inclusões no aço, assim como foi concluído por Murta [4] em seu trabalho, para aços carbono.

### 2.2.2 Análise qualitativa do tamanho e número de inclusões

Foram comparados os resultados obtidos quanto ao tamanho e número de inclusões pelo método criado, com as análises por microscopia. Foi feita a relação

proporcional entre os dados, em função do formato de alguns resultados entre as técnicas serem diferentes. A Tabela 1 apresenta a porcentagem do número de inclusões nas amostras para cada classe de tamanho, de acordo com cada método. Essas porcentagens foram calculadas a partir do número total de inclusões encontrado na área analisada por cada método.

**Tabela 1.** Porcentagem do número de inclusões por tamanho (%)

Amostra	Método Spark-DAT			Microscopia		
	G	M	P	>5 $\mu\text{m}$	2-5 $\mu\text{m}$	<2 $\mu\text{m}$
1	6,25	5,21	88,54	4,86	7,03	88,11
2	2,51	2,51	94,98	1,40	2,34	96,26
3	12,91	4,80	82,29	8,11	5,40	86,49
4	2,62	7,89	89,49	1,92	5,77	92,31

Considerando as inclusões pequenas (P) sendo menores que 2  $\mu\text{m}$ , as médias (M) entre 2 e 5  $\mu\text{m}$ , e as grandes (G) maiores do que 5  $\mu\text{m}$ , as proporções do número de inclusões por tamanho, encontradas pelo método Spark-DAT, em relação aos resultados por microscopia, são semelhantes entre si. Pode-se observar pela Tabela 1 que os desvios entre os métodos, em relação às inclusões médias e pequenas, foram menores do que para inclusões grandes. A amostra 1, por exemplo, apresentou um desvio inferior a 0,5% para inclusões menores, sendo 88,54% do número total de inclusões classificadas como pequenas pelo método criado, e 88,11% determinado por microscopia.

As diferenças entre as técnicas podem estar relacionadas a alguns fatores apontados por Böhlen [9] e citados por Murta [4], os quais são:

- Na espectrometria, cada centelha remove um pequeno volume da amostra, permitindo melhor alcance em profundidade e, conseqüentemente, melhor avaliação do tamanho das inclusões que a microscopia. Nessa última, elas podem ser consideradas menores do que realmente são, caso o corte da amostra se dê em uma seção superficial.
- O sistema Spark-DAT favorece a detecção de inclusões maiores que o MEV, e de acordo com Pandeet al. [12], isso pode significar que duas ou mais inclusões muito pequenas podem estar sendo identificadas em uma única centelha, dando a impressão de ter sido encontrada uma inclusão de tamanho maior que o real. Tal fato pode estar relacionado às maiores porcentagens de inclusões grandes identificadas pelo método desenvolvido, em relação aos resultados da microscopia.
- Também por esse programa, inclusões muito grandes podem dar origem a vários sinais. Por exemplo, quando várias centelhas são necessárias para a extração completa da inclusão, o sistema pode indicar a presença de mais de uma, o que pode ser verificado nos resultados da tabela 1, onde há um maior desvio nas proporções médias e grandes em relação a microscopia, mas equivalendo-se na soma total entre elas.

Tais resultados confirmam a metodologia desenvolvida apropriada para avaliação do número e tamanho das inclusões. É possível uma análise quantitativa, pela contagem de inclusões e também quanto a determinação do tamanho, a partir da estimativa do diâmetro esférico equivalente das inclusões, através do sistema Spark-DAT, porém não foi abordada no presente trabalho.

### 3 CONCLUSÃO

Os testes efetuados comprovaram a eficiência do programa Spark-DAT como uma ferramenta capaz de avaliar a composição química dos aços e identificar as inclusões presentes e seus constituintes, de forma rápida e com boa confiabilidade, além de fornecer informações quanto ao número e tamanho das mesmas. Quanto à composição química, houve maior coerência entre as técnicas aplicadas, se comparado à análise qualitativa do tamanho e número de inclusões. Entretanto, as diferenças não são significativas para impedir a aplicação do método. Com a metodologia desenvolvida, a avaliação de micro impurezas no aço poderá ser realizada juntamente com a análise química do material, tornando viável sua utilização, sem prejuízo algum para as análises de rotina já realizadas pela empresa.

### Agradecimentos

Ao Programa Parceria com as Escolas (PAR) da Aperam South America, em conjunto com a UBEC, pelo financiamento do projeto de pesquisa e concessão da bolsa de Iniciação Científica, no período de agosto de 2017 a junho de 2018, e aos colegas de trabalho, pelo apoio durante a execução das atividades.

### REFERÊNCIAS

- 1 FACHINI, F. L. Estudo da desoxidação de aços inoxidáveis CF8M (AISI 316) em forno de indução convencional com adições variáveis de CaSi e CaSiMn. Joinville: Instituto Superior Tupy, 2009. 68p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Mecânica).
- 2 KIESSLING, R.; LANGE, N. *Non-metallic Inclusions in steel*. London: The Metals Society, 1978.
- 3 HAHNE C. Otimização do processo de desoxidação do aço e tratamento de inclusões com cálcio para fundição no lingotamento contínuo. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais, 1998. 124p. (Dissertação de mestrado em Engenharia Metalúrgica).
- 4 MURTA, M. C. J. Análise de inclusões não metálicas em aço por espectrometria de emissão óptica associada ao sistema Spark-DAT. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas, 2013. 107p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas).
- 5 MARTINS. Espectrometria para usuários. Belo Horizonte: DAC Instrumentos, 2006.
- 6 THERMO FISCHER SCIENTIFIC. Ultra-fast analysis of micro inclusions in steel with Thermo Scientific ARL iSpark Metal Analyzers – Standard Inclusion Analysis: Application Note: 41243, Ecublens, Suíça, 4p. 2013.
- 7 LI, K.; HALÁSZ, E.; BÖHLEN, J. M. Ultra-fast quantitative analysis of non-metallic inclusions in steel. Millennium Steel, Londresp. 179-182, maio 2011.
- 8 CUNHA, M. N. Análises de Inclusões não Metálicas no Aço Inoxidável Ferrítico 409. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas, 2015. 98p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas).
- 9 BÖHLEN, J. M. Latest Developments in Optical Emission Spectroscopy. In: MEETING SPARK-DAT & AUTOMATION, 2011, Belo Horizonte: Thermo Fisher Scientific, 2011. p.71.
- 10 APERAM, Relatórios internos. Relatórios e dados não divulgados, Aperam South America, Timóteo, 2008.
- 11 WANG, H.; SUN, L.; PENG, B.; JIANG, M. Inclusions for ultra-pure ferritic stainless steels containing 21% chromium. Journal of Iron and Steel Research, International. v. 10, p. 70-74, 2013.

- 12 PANDE M. M.; GUO M.; DUMAREY R.; DEVISSCHER S; BLANPAIN B. Determination of steel cleanliness in ultra low carbon steel by pulse discrimination analysis optical emission spectroscopy technique. ISIJ International. Vol. 51, Nº 11, pp. 1778–1787, 2001.