



**VI CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA**  
**VI NATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING**  
**18 a 21 de agosto de 2010 – Campina Grande – Paraíba - Brasil**  
*August 18 – 21, 2010 – Campina Grande – Paraíba – Brazil*

## **EFEITOS DO TRATAMENTO TÉRMICO EM LIGAS Fe-6,5%Si OBTIDAS POR CONFORMAÇÃO POR SPRAY PARA APLICAÇÕES ELETROMAGNÉTICAS**

Mário Cezar Alves da Silva, [cezar@ifba.edu.br](mailto:cezar@ifba.edu.br)<sup>1</sup>  
Jean Carlos Reis Muniz<sup>1</sup>, [jeo\\_muniz@hotmail.com](mailto:jeo_muniz@hotmail.com)<sup>1</sup>  
Rodrigo Estevam Coelho; [roesco@ifba.edu.br](mailto:roesco@ifba.edu.br)<sup>1</sup>  
Maria Dorotéia Costa Sobral, [dorotéia@ifba.edu.br](mailto:dorotéia@ifba.edu.br)<sup>1</sup>;  
Claudemiro Bolfarini, [cbolfa@ufscar.br](mailto:cbolfa@ufscar.br)<sup>2</sup>

<sup>1</sup>IFBA , Rua Emídio dos Santos S/N Barbalho Salvador-Bahia – Brasil CEP 40301-015

<sup>2</sup>UFSCar , Rodovia Washington Luís, km 235 - SP-310 São Carlos - São Paulo – Brasil CEP 13565-905

**Resumo:** 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 500 $\mu m$  e de tamanho dos domínios de antifase  $B_2$  na faixa de 100-500nm.

**Palavras-chaves:** Fe-6,5%Si; Conformação por Spray; 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 e Fiorillo, 1996). Para a composição acima e depois de tratada termicamente esta liga apresenta a combinação das melhores propriedades magnéticas (Arai, 1984; Chang, 1984 e 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  $B_2$  e  $D0_3$  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 e 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 e 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 e 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 e 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; 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; 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; 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; 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; 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 na tabela 1.

**Tabela 1. Parâmetros de processos utilizados na obtenção da liga Fe-6.5%Si.**

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

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.

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.

Medidas das 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.

Tratamentos térmicos de recozimento foram realizados na faixa de temperatura de 900-1300°C sob vácuo durante 1h. Um grupo de 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 1 e 2a. 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 (Silva, 2000; Silva, 2001).

As propriedades magnéticas podem ser vistas na figura 2b. Observa-se uma dependência com relação aos valores da razão gás/metal GMR e da distância de vô 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 e Silva, 2001). O valor da GMR e da distância de vô 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 vô, 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 $\mu\text{m}$ , 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 vôo 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 3. 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.

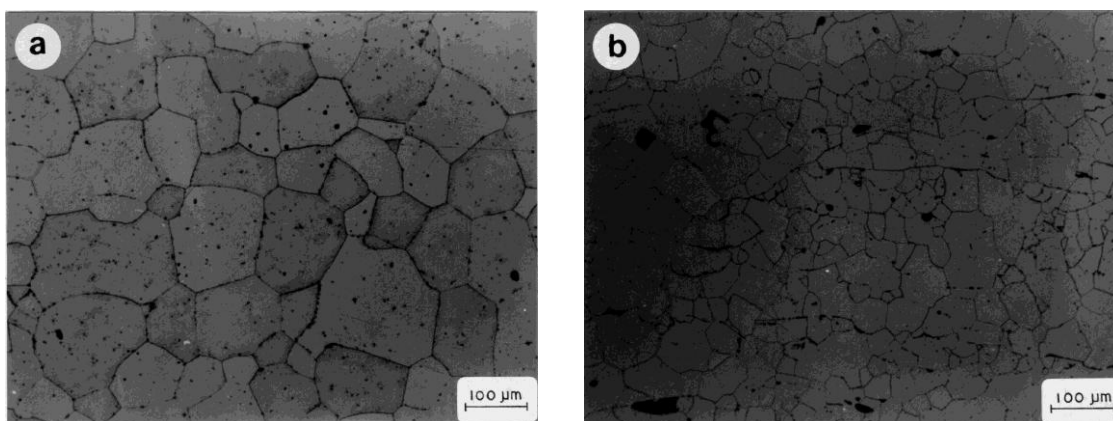


Figura 1. Microestrutura dos depósitos, nas regiões: a) no centro; b) no início.

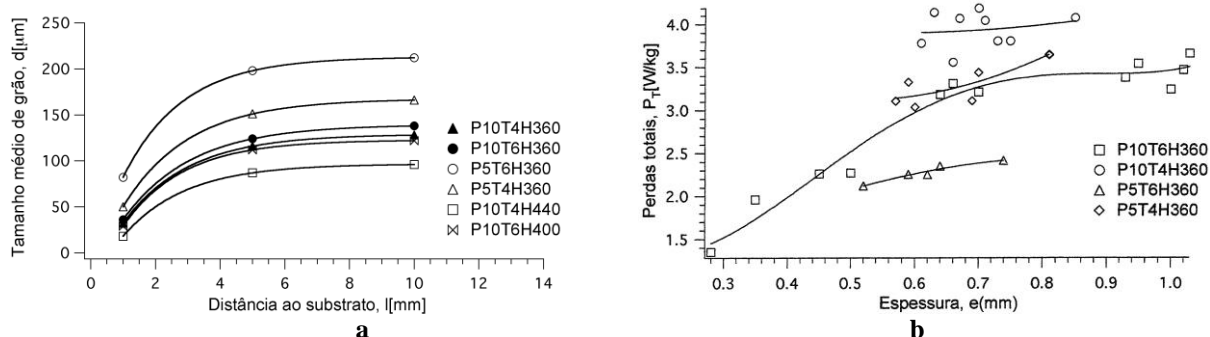


Figura 2. a) Curvas de tamanho de grão em função da distância ao substrato para vários parâmetros de processo; b) Curvas de variação das perdas totais, em função dos parâmetros de processo, na condição de  $B=1T$ ,  $f=60\text{Hz}$ .

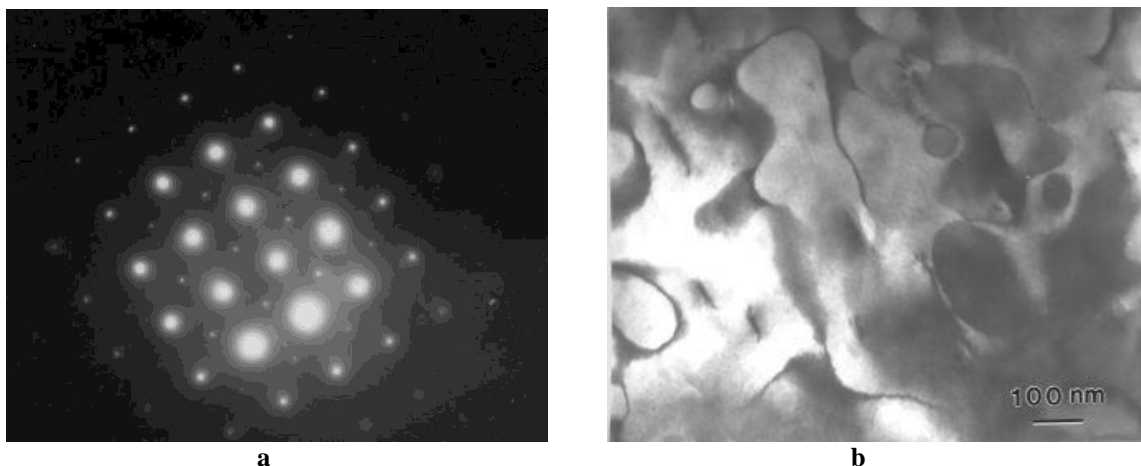


Figura 3. Micrografias de MET: a) Padrão de difração da estrutura ordenada  $B_2$  (001) e f) Tamanho dos domínios de antifase  $B_2$ , obtida utilizando a reflexão de super-rede 200.

O recozimento à alta temperatura tem como conseqüência 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 conseqüentemente, aumentando a energia necessária para movimentá-las. A figura 4 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  $B=1T$ ,  $f=60Hz$ , na temperatura de 1250°C. O tamanho médio de grão foi 500µm e o tamanho médio dos domínios de antifase foi 100-700nm, conforme pode ser visto na fig. 5.

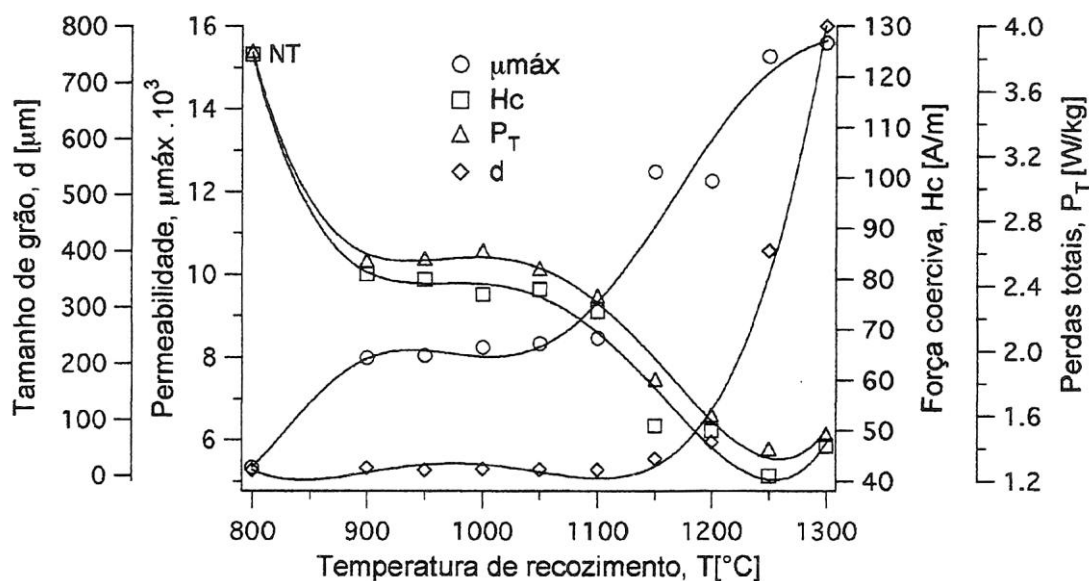


Figura 4. Curvas do tamanho de grão, perdas totais, força coerciva e permeabilidade máxima, em função da temperatura de recozimento, para  $B=1T$ ,  $f=60Hz$  e  $e=0,60mm$ .



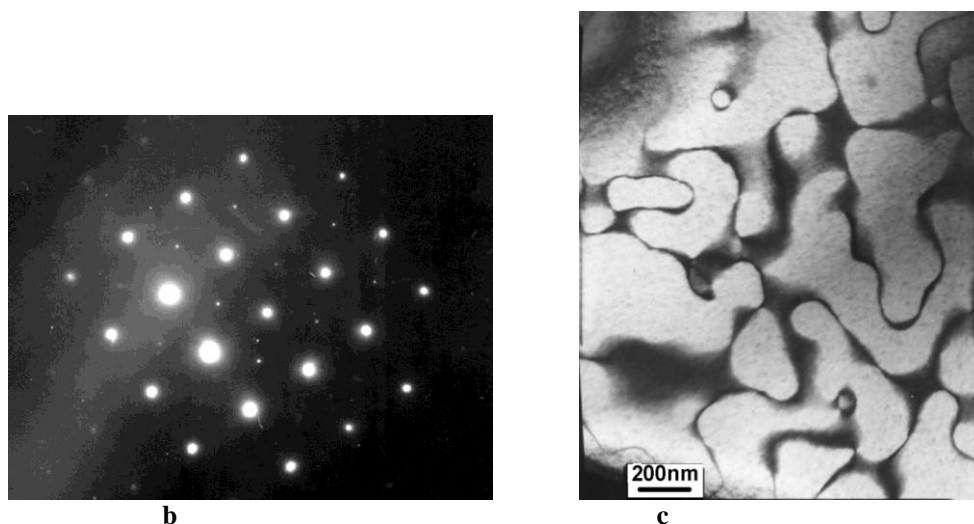


Figura 5. Micrografias de MET: b) Padrão de difração B2 com eixo de zona (001); c) Domínios de antifase B<sub>2</sub> na condição recozida a 1250 °C, obtida utilizando a reflexão de super-rede 200.

#### 4. CONCLUSÃO

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°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 faz deste material ser atrativo para aplicações eletromagnéticas em núcleos de transformadores e motores de pequena e média potência.

#### 5. REFERÊNCIAS

- Arai, K., Ohmori, K, Miura, H and Tsuya, N., 1984, “ Effect of order-disorder transition on mechanical and magnetic properties of high silicon-iron alloys”, IEEE Trans. Mag., Vol. 20, No. 5, pp.1469-1471.
- Chang, C.F. et al., 1984, “ Texture and magnetic properties of rapidly quenched Fe-6.5%Si ribbon”, IEEE Trans. Mag., Vol. 20, No. 4, pp.553-558.
- Fiorillo, F., 1996, “ Magnetic and mechanical properties of rapidly solidified Fe-Si 6.5wt% alloys and their interpretation”, JMMM, Vol. 157-158, pp. 428-431.
- Yu, J.H. et al., 2001, Materials Science and Engineering Vol. 307, pp. 29–34.
- Singer, A.R.E., 1970, Metals and Materials, Vol. 4, pp. 246-249.
- Hienemann, W.A., 1985, 5<sup>th</sup> International Conference Rapidly Quenched Metals, Vol. 1, pp. 27-29.
- Santos, R.J., Bolfarini, C. e Kiminami, C.S., 1999, Materials Science Forum, pp. 389-391.
- Silva, M.C.A. Silva, Bolfarini, C. e Kiminami, C.S., 2000, “Magnetic properties of the Fe-6wt%Si alloy obtained by spray forming process”, Euromat’99 - Steels and Materials for Power Plants, Vol. 7, pp.100-106.
- Silva, M.C.A., Machado, R., Bolfarini, C., Kiminami, C.S. e Kaufman, M. J., 2001, “Magnetic properties of the Fe-6wt%Si alloy obtained by spray forming process”, PTECH’99 - Key Engineering Materials, pp.640-646.

#### 6. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.



## **EFFECTS OF HEAT TREATMENT ON Fe-6,5% Si ALLOY OBTAINED BY SPRAY FORMING FOR ELECTROMAGNETIC APPLICATIONS**

Mário Cezar Alves da Silva, [cezar@ifba.edu.br](mailto:cezar@ifba.edu.br)<sup>1</sup>  
Jean Carlos Reis Muniz<sup>1</sup>, [jeo\\_muniz@hotmail.com](mailto:jeo_muniz@hotmail.com)<sup>1</sup>  
Rodrigo Estevam Coelho; [roesco@ifba.edu.br](mailto:roesco@ifba.edu.br)<sup>1</sup>  
Maria Dorotéia Costa Sobral, [dorotéia@ifba.edu.br](mailto:dorotéia@ifba.edu.br)<sup>1</sup>;  
Claudemiro Bolfarini, [cbolfa@ufscar.br](mailto:cbolfa@ufscar.br)<sup>2</sup>

<sup>1</sup>IFBA , Rua Emídio dos Santos S/N Barbalho Salvador-Bahia – Brasil CEP 40301-015

<sup>2</sup>UFSCar , Rodovia Washington Luís, km 235 - SP-310 São Carlos - São Paulo – Brasil CEP 13565-905

**Abstract:** Alloys of iron containing between 6-7% Si have been known for some time as excellent materials for electromagnetic applications. However, when processed by conventional techniques, these alloys have low ductility, which complicates the fabrication of thin sheets required in electromagnetic applications. Melt Spinning process is able to handle satisfactorily these alloys in the form of micro-crystalline ribbons with relative ductility. However, the low stacking the tapes results in the increase of magnetic losses. The process of spray forming is a method of rapid solidification able to process these alloys in the form of thin sheets. In this work, deposits of the alloy Fe-6.5% Si were processed directly from the liquid by the spray forming process. The improvement of magnetic properties was achieved after annealing at 1250 ° C, the magnetic loss was 1.30 W / kg conditions:  $B = 1T$ ,  $f = 60$  Hz, and  $t = 0.60$  mm. The microstructure observed showed average grain size of 500 $\mu$ m and B2 antiphase domains in the range size of 100-500nm.

**Palavras-chaves:** Fe-6,5%Si; Spray Forming; Magnetic Materials.