

CARACTERIZAÇÃO DO CARBONO EM AMOSTRAS DE AÇO

Thaís Cristina Prado, Sérgio Moura, André Sassine e José Oscar Vega Bustillos

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares IPEN/CNEN-SP
Travessa R nº 400 CEP05508-900 C.P.11049 Pinheiros São Paulo Brasil

RESUMO

O presente trabalho tem como objetivo analisar o carbono em amostras de aço. Na indústria nuclear o aço é utilizado tanto no reator nuclear como nas usinas do ciclo do combustível nuclear. Enfim, é o material estrutural predominante na indústria nuclear. Os experimentos foram realizados em um analisador que analisa o carbono a níveis de ppm. O analisador tem como detector uma célula de Infra Vermelho acoplado a um forno de Radio Freqüência onde o carbono é extraído na forma de CO₂. Amostras com teores de carbono entre 0,09 % e 0,5 % foram analisadas. O limite mínimo de detecção atingido é de 0,5 ppm e o desvio padrão é de 10% para o carbono.

INTRODUÇÃO

A presença do carbono no aço caracteriza este material para sua futura utilização na indústria. Há diferentes tipos de aços manufaturados. De um lado temos aço doce usado como pára-lamas de automóveis. De outro lado, temos aços duros e tenazes usados na fabricação de esteiras para tratores e outros aços não-magnéticos para aplicações tais como componentes de relógio. Na indústria nuclear o aço é utilizado tanto no reator nuclear como nas usinas do ciclo do combustível nuclear. Enfim, é o material estrutural predominante na indústria nuclear.

No estado sólido, os átomos dos metais se agrupam de forma geometricamente ordenada, dando origem a reticulados cristalinos. Os reticulados cristalinos apresentam-se como: cúbico de corpo centrado (ccc), cúbico de faces centradas (cfc) e hexagonal compacto (hc). Os átomos de carbono ocupam espaços nestes reticulados cristalinos.

O objetivo deste trabalho é analisar o carbono em amostras de aço, caracterizando este material para sua futura utilização na indústria nuclear. Parâmetros analíticos, como limite mínimo de determinação e detecção, desvios quadráticos médios, precisão e exatidão da técnica são detalhadamente estudados.

Os experimentos foram realizados em um analisador de carbono que analisa carbono em níveis de ppm. O analisador utilizado é de marca LECO modelo CS 400, cujo princípio analítico é absorção da radiação Infra Vermelho. A amostra é colocada em um cadinho de cerâmica onde é adicionado um fundente e aquecido no forno de rádio-freqüência na presença de atmosfera de

oxigênio. O carbono contido na amostra é liberado na forma de uma mistura de gases CO/CO₂, que passam por filtros, que convertem todo o CO em CO₂. A seguir, os gases passam por células de infravermelho, onde se procede a análise.

Os átomos podem ser agrupados dentro do sistema cúbico, em três diferentes tipos de repetição: cúbico simples (cs), cúbico de corpo centrado (ccc) e cúbico de faces centradas (cfc).

Cúbica simples

Além das três dimensões axiais a, serem iguais e os três eixos mutuamente perpendiculares, há posições equivalentes em cada célula. Por exemplo, o centro de uma célula tem vizinhanças idênticas ao centro da célula seguinte e ao de todas as células unitárias do cristal. Analogamente, os cantos direitos inferiores (ou qualquer outra posição específica) de todas as células unitárias são idênticos.

Cúbica de corpo centrado

A estrutura cristalina cúbica de corpo centrado é aquela que apresenta 1 átomo posicionado no centro do cubo e 8 átomos posicionados nos vértices. Exemplo de metal que se cristaliza segundo este sistema: ferro (até 910 °C).

Cúbica de face centrada

A estrutura cristalina cúbica de face centrada é aquela que apresenta 6 átomos posicionados no centro das faces de um cubo e 8 átomos posicionados nos vértices. Exemplo de metal que se cristaliza segundo esse sistema: ferro (de 910 °C e 1400 °C).

O DIAGRAMA DE FASES Fe-C. O ferro puro sofre uma mudança na sua estrutura cristalina, de cúbica de corpo

centrado para cúbica de faces centradas, quando é aquecido além de 910°C. Essa transformação e uma subsequente a 1400°C estão indicadas abaixo.

Ferrita ou ferro- α - A modificação estrutural do ferro puro em temperatura ambiente, é denominada ferrita ou ferro- α . É um material ferro-magnético em temperaturas abaixo de 766°C.

Como a ferrita possui uma estrutura cúbica de corpo centrado, os espaços interatômicos são pequenos e pronunciadamente alongados, de forma que não podem acomodar com facilidade mesmo pequenos átomos esféricos como o de carbono. O átomo de carbono é muito pequeno para formar uma solução sólida substitucional e muito grande para formar uma intersticial.

Austenita ou ferro- γ - A modificação cúbica de faces centradas do ferro é denominada austenita ou ferro- γ . É a forma estável do ferro puro entre 910 °C e 1400 °C. Na faixa de temperaturas na qual é estável, a austenita é mole e dútil e, conseqüentemente se presta bem para processos de fabricação. Muitos aços são laminados ou forjados em temperaturas de 1100 °C ou acima, com o ferro na forma cúbica de faces centradas. A austenita não é ferro-magnética em nenhuma temperatura.

A estrutura cúbica de faces centradas do ferro possui espaços interatômicos maiores que a ferrita. Mesmo assim, na estrutura cfc, os vazios são ligeiramente menores que os átomos de carbono, de forma que a dissolução de carbono na austenita introduz deformações na estrutura. Isso faz com que nem todos os vazios possam ser preenchidos simultaneamente. Por definição, os aços contém menos de 2% de carbono; conseqüentemente todo o carbono dos aços acha-se dissolvido na austenita em temperaturas elevadas.

Ferro- δ - Acima de 1400 °C, a austenita deixa de ser a forma mais estável, pois a estrutura volta a ser novamente cúbica de corpo centrado, denominado ferro- δ . O ferro- δ é análogo ao ferro- α , com exceção da faixa de temperatura na qual é estável, por isso, muitas vezes é chamado ferrita- δ . A solubilidade do carbono na ferrita- δ é pequena, embora seja apreciavelmente maior que no ferro- α , em virtude da temperatura ser mais elevada.

PARTE EXPERIMENTAL

As análises foram realizadas em um analisador de carbono, marca LECO modelo CS 400. Este equipamento é constituído por duas unidades: 1) Unidade de extração de gases, que é composta por forno de Radio Freqüência (18MHz) e 2200 W de potencia com fluxo de oxigênio puro; 2) Unidade analítica composta por filtros de purificação e separação dos gases CO₂ e de uma celula Infra Vermelha.

A amostra é colocada em um cadinho de cerâmica onde é adicionado um fundente de Tungstenio/ Estanho e aquecida no forno de Radio Freqüência na presença de atmosfera de oxigênio. O carbono contido na amostra é liberado na forma de gases CO/CO₂, e passam por filtros de Silica gel platinizada que convertem todo o CO em CO₂. A seguir os gases passam por celulas de Infra Vermelho onde se procede a análise. A vantagem deste método reside no fato da radiação de Infra Vermelho possuir comprimento de onda bem definido para uma atmosfera de CO₂, ontemdo-se

desta forma, resultados com alta precisão (3%) com limite mínimo de detecção da ordem de 0,5 ppm.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Utilizou-se amostras de aço contendo teores de carbono de 0,09% a 0,5%. Os parâmetros analíticos tais como o acelerador fundente, quantidade de amostra e parâmetros de calibração foram testados com objetivo de se atingir o melhor performance analítica. Os resultados demonstram que é necessário introduzir uma grama de acelerador fundente de Tungstênio, utilizar 200 miligramas de amostra no cadinho de cerâmica e calibrar diariamente o analisador com teores próximos ao teor analisado, em torno de 50 % de desvio.

Por meio destes parâmetros analíticos os resultados do carbono em amostra de aço foram os seguintes:

$$C = 0,086 \pm 0,002$$

$$C = 0,469 \pm 0,014$$

Estes resultados demonstram uma precisão em torno de 2 a 3% e testes do limite mínimo de detecção demonstram níveis de até 0,5 ppm de carbono em aços.

CONCLUSÕES

As principais conclusões deste trabalho são as seguintes:

- 1) A ordem entre o acelerador fundente e a amostra de aço é de vital importância. Sendo que deve-se adicionar primeiro o acelerador fundente e depois a amostra de aço.
- 2) A quantidade de amostra com teores em torno de 0,09 % e 0,5 % é de 200 mg. Evitando desta forma o efeito memória.
- 3) Os resultados demonstram uma precisão de 2 a 3% para teores de carbono entre 0,09 a 0,5 % de Carbono, respectivamente.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 - Silva, A., Mei, P. "Tecnologia do aço". São Paulo, Ed. Hamburg, 1981.
- 2 - Panossian, Z. "Corrosão e proteção contra corrosão em equipamentos e estruturas metálicas" IPT. 1993.
- 3 - Van Vlack, L. "Principio de ciencia dos materias". Ed. Edgard Blucher, 1970.
- 4 - Rodrigues, A.M. "Caracterização do Carbono em UO₂" IX Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciencia dos Materiais. Aguas de São Pedro, SP, 1990.

ABSTRACT

The scope of this work is to analyse the total carbon in steel samples. In the nuclear industry, the metal

steel are very useful, from the nuclear reactor to the fuels factories, in this way the quality control of this metal is very important. The total carbon in the steel give the utility of this metal in the nuclear industry. The carbon analyser used in this work, has a Infrared cell to measure the CO₂ gas released from the metal sample when it is heat up in a Radio Frequency furnace with a oxygen carry gas flux. The results show a minimum detection limit of 0,5 ppm and a precision of 2 % and 3 % for samples range from 0.09 % to 0.5 % of carbon in the metal seel.