

# AVALIAÇÃO DA LIGA Fe-Si (1% WT.) OBTIDA POR MECANO-SÍNTESE PARA APLICAÇÃO EM NÚCLEO DE MÁQUINAS ELÉTRICAS

## *EVALUATION OF Fe-Si (1% WT.) ALLOY OBTAINED BY MECHANICAL ALLOYING APPLIED IN ELECTRICAL MACHINES CORE*

LEANDRO PELEGRINI <sup>1\*</sup>, SÉRGIO DEITOS BITTENCOURT <sup>1</sup>, DIOGO KAORU ITO <sup>1</sup>, PHILIPPE PAULETTI <sup>1</sup>, MOISÉS DE MATTOS DIAS <sup>2</sup>, LÍRIO SCHAEFFER <sup>3</sup>

<sup>1</sup>Grupo de Desenvolvimento em Energias Renováveis – GDER, Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS,

Av. Bento Gonçalves, 9500, 91501-970 Porto Alegre – RS, Brasil

<sup>2</sup>Instituto de Ciências Exatas e Tecnológicas – ICET – Departamento de Engenharia Elétrica FEEVALE – Novo Hamburgo/RS – Brasil

<sup>3</sup>Laboratório de Transformação Mecânica – LdTM, Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS,

Av. Bento Gonçalves, 9500, CP 15021, 91501-970 Porto Alegre, RS, Brasil

\*leandro.pelegrini@ufrgs.br

**RESUMO:** Neste trabalho foi obtida a liga magnética macia Fe-1%Si (wt.) por mecano-síntese, através da metalurgia do pó. O processamento englobou a formulação do pó metálico, moagem a seco durante 8h em moinho atritor, sob atmosfera inerte de Argônio, utilizando ácido esteárico (1% wt.) como lubrificante. Na sequência realizou-se a compactação a frio em matriz flutuante sob pressão de 600 MPa e, por fim, a sinterização dos corpos de prova anelares a 1250°C por 1h em patamar. Em seguida, analisaram-se as propriedades mecânicas, elétricas, físicas e magnéticas através de ensaios de: granulometria a Laser, densidade, metalografia, curva de histerese e permeabilidade AC, resistividade e DRX. Os resultados mostraram uma densificação na ordem de 88%. Na análise de DRX, verificou-se que o Si foi introduzido em solução sólida no ferro ( $\alpha$ -Fe(Si)). A curva de histerese resultante foi típica de materiais magnéticos macios e a permeabilidade relativa máxima foi de 3090. Por fim, abordou-se sobre os principais parâmetros a serem aperfeiçoados para a aplicação desejada.

**Palavras-chave:** Metalurgia do pó. Mecano-Síntese. Materiais Magnéticos Macios. Máquinas Elétricas

**ABSTRACT:** In this paper was obtained the soft magnetic alloy Fe-1%Si (wt.) by mechanical alloying, throughout of powder metallurgy. The process included the formulation of metal powder, dry milling for 8h in attritor mill under inert atmosphere of Argon using stearic acid lubricant (1% wt.). Then was performed the cold compaction in floating matrix under pressure of 600 MPa and finally sintering the ring specimens at 1250°C by 1h in steep. Next, the properties were analyzed by testing: LASER granulometry, density, metallography, hysteresis curve and AC permeability, resistivity and XRD. The results showed a reasonable densification at around 88%. It was noted by XRD analysis that the Si was introduced in solid solution in iron ( $\alpha$ -Fe(Si)). Still, a typical hysteresis curve of soft magnetic materials and a maximum permeability of 3090 were established. Finally, main parameters were analyzed to be optimized for desired application.

**Keywords:** Powder metallurgy. Mechanical Alloying. Soft Magnetic Materials. Electrical Machines.

## 1. INTRODUÇÃO

Na construção do núcleo de rotores e estatores de máquinas elétricas, normalmente são utilizadas chapas de aço laminadas e isoladas eletricamente. Uma forma de construção alternativa às tradicionais chapas laminadas são os núcleos produzidos por metalurgia do pó. Algumas das vantagens deste

modo construtivo são os menores: tempos de produção, custos, desperdício de material e impacto das correntes parasitas nos núcleos sinterizados.<sup>1</sup>

As características importantes de materiais magnéticos macios são sua alta permeabilidade, alta indução de saturação, baixa coercitividade, baixa perda energética por histerese e

baixa perda por correntes de Foucault em aplicações de fluxo alternado<sup>2</sup>. Durante as últimas décadas os aspectos diferentes do processamento (efeito do tamanho de partícula, temperatura e tempo de sinterização), propriedades, efeito dos aditivos e elementos de liga para esses materiais foram discutidos por vários pesquisadores.

Existem diferentes métodos para a produção de ligas magnéticas ferrosas, um dos métodos mais importantes é a *mechanical alloying*. A síntese mecânica de ligas magnéticas a base de Fe leva à formação de solução sólida supersaturada, multifásica ou estrutura amorfa. A mecâno-síntese é uma técnica funcional de processamento de pós que pode produzir uma variedade de ligas com fases em equilíbrio ou não-equilíbrio. A vantagem desta tecnologia é que o pó pode ser produzido em grandes quantidades e os parâmetros de processamento podem ser facilmente controlados, assim, é um método adequado para aplicações comerciais<sup>3</sup>.

Materiais magnéticos macios podem ser magnetizados por campos de baixa tensão magnética relativa, e quando a aplicação do campo é removida, o material apresenta um baixo magnetismo residual. Este comportamento é importante em algumas aplicações que envolvem uma mudança na indução magnética. A faixa de propriedades magnéticas disponível desses materiais está sendo continuamente expandida<sup>2</sup>. Assim sendo, a necessidade de estudos mais aprofundados neste tema é de grande relevância para a consolidação destes materiais para a aplicação desejada.

## 2. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

### 2.1. Processamento

Para a obtenção da liga ferrosa com 1% (wt.) de Silício procedeu-se a formulação dos pós metálicos *Hoganas*<sup>®</sup> que consistiram em Fe puro (200 MESH) de alta pureza (>99.9%) e Si correspondendo a uma composição de 75% wt. em Fe. Em seguida, efetuou-se a moagem a uma velocidade de 600 RPM durante 8 horas em um moinho atritor (figura 1) que possui uma camisa com água circulante para resfriamento. O processo foi conduzido sob atmosfera inerte de Argônio para mini-

mizar a oxidação e evitar a ignição do pó e com lubrificante de ácido esteárico 1% wt. para evitar soldagem das partículas. Adicionou-se 5 kg de esferas de aço inoxidável ( $\Phi=6\text{mm}$ ) que corresponde a 30% da capacidade do moinho e 1kg de pó na razão de 1:5 (pó/esferas).



Fig. 1. Moinho Atritor

Nas composições de Fe-Si, a fragilidade transmitida pelo Si limita o seu teor em até 4,5% nestas composições.<sup>4,5</sup> A velocidade e o tempo de moagem são as principais variáveis a serem controladas para se obter as propriedades magnéticas desejadas de ligas ferro-magnéticas.<sup>6</sup>

A compactação do pó foi realizada a frio em uma prensa mecânica marca EKA (figura 2a) com capacidade de 40 toneladas. A pressão utilizada foi de 600 MPa ou 34 (kgf/cm<sup>2</sup>) para a produção de corpos de prova anelares (anel de Rowland). Adicionou-se ao processo estearato de zinco (1% wt.) como lubrificante. As peças foram sinterizadas em um forno tubular (figura 2b) sob atmosfera inerte de Argônio para limitar a formação de óxidos superficiais nas peças.



Fig. 2 (a) Prensa Mecânica Eka e (b) Forno tubular de sinterização.

Seguiu-se o ciclo térmico apresentado na figura 3, com resfriamento no forno. Manteve-se durante 20 minutos em patamar a 600°C para a eliminação/calцинаção do lubrificante (ácido esteárico e estearato de zinco) utilizado no processo de moagem a seco e compactação, respectivamente.

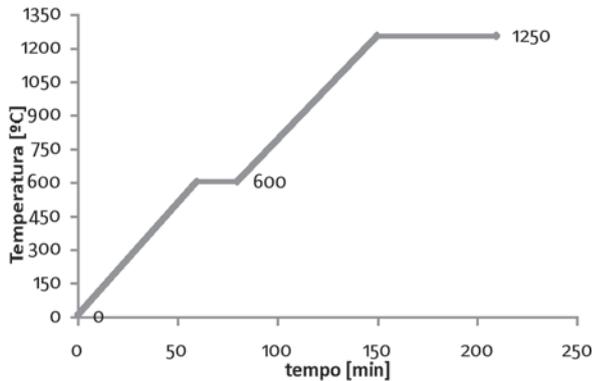


Fig. 3. Curva de calcinação (600°C) seguido de sinterização (1250°C) por 1h.

## 2.2 Medição das propriedades magnéticas

Após a sinterização, a execução do ensaio de histerese baseou-se na norma *ASTM A773 /A773M – 01(2009) Standard Test Method for dc Magnetic Properties of Materials Using Ring and Permeameter Procedures with dc Electronic Hysteresigraphs*. Utilizou-se o isolamento do contato peça/bobina com polipropileno assim como no contato da bobina secundária/primária. A figura 4 apresenta a peça sinterizada de 5 cm de diâmetro (anel de Rowland), o bobinamento e por último o Traçador de Curva de Histerese (*TLMP-TCH*) utilizado.



Fig. 4. Peça sinterizada, bobinamento secundário e traçador de curva de histerese

A permeabilidade ( $\mu$ ) está relacionada com o campo (B(T)) e a indução magnética (H(A/m)) pela equação 1:

$$B = \mu H \quad (1)$$

A permeabilidade relativa máxima, ou permeabilidade máxima ( $\mu_m$ ), é definida a partir de dados experimentais já que não é uma constante e sim uma curva típica para cada material. Assim, pode-se resumir a partir da equação 2, onde  $\mu_0$  é a permeabilidade no vácuo, igual a  $4\pi \times 10^{-7}$  H/m. Para materiais ferromagnéticos, usados em máquinas elétricas, geralmente os valores de  $\mu_m$  estão na faixa de 2000 a 6000.<sup>7,8</sup>

$$\mu_m = \mu / \mu_0 \quad (2)$$

A resistividade elétrica foi determinada a partir da resistência elétrica de um anel, cortado em uma parte do seu perímetro. Este artifício permite obter um corpo de prova de comprimento muito maior que a seção transversal, ou algo como próximo a uma barra curvada. Assim, para medição da resis-

tência elétrica de um corpo, aplica-se uma corrente elétrica a partir de uma fonte de tensão contínua, e mede-se a tensão elétrica a partir de um milivoltímetro (figura 5).



Fig. 5. Aparato para realização do ensaio de resistividade.

Através da equação 3, realiza-se o cálculo de  $\rho$ , resistividade elétrica do material [ $\Omega \cdot m$ ]:

$$R = \frac{V}{I} \Rightarrow \rho = R \frac{A}{l} = \frac{V}{I} \cdot \frac{A}{l} \quad (3)$$

Onde:

R: Resistência Elétrica [ $\Omega$ ]

V: Tensão Elétrica Aplicada [V]

I: Corrente Elétrica Aplicada [A]

A: Área da Seção Transversal da Barra [ $m^2$ ]

l: Comprimento da Barra [m]

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Através do equipamento de Granulometria de raio laser realizou-se o cálculo granulométrico com o pó de FeSi (1% wt.) obtido pelo processo de síntese mecânica. Os resultados da análise revelaram um tamanho médio de partícula na faixa de 118 micrometros, já o D50 e o D90 ficaram na faixa de 85 e 262 micrometros, respectivamente. Nota-se a formação de outro pico no gráfico (figura 6), isso é inerente ao processo de moagem (soldagem/re-soldagem de partículas, aglomerados). Observa-se que a mistura de pós com frações de tamanho distintas melhora a densidade final dos materiais sinterizados.<sup>9</sup>

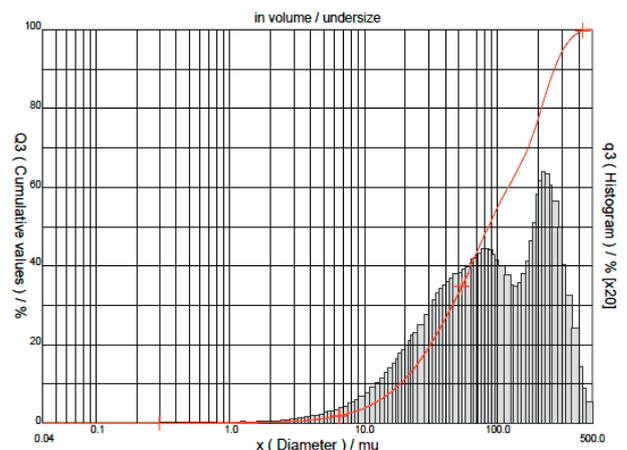


Fig. 6. Distribuição do tamanho de partícula para amostra com 8 horas de moagem.

A difração de raios-X foi conduzida com radiação Cu K $\alpha$  para amostras compactadas a verde de 4 e 8 horas de moagem. As curvas obtidas podem ser observadas na figura 7a e 7b. Os dois gráficos mostram que os picos obtidos por 4h e 8h de moagem foram iguais ( $2\theta = 44,8; 65,15$  e  $82,45$ ). Nos picos, foi encontrada a forma cristalina  $\alpha$ -Fe(Si) com o silício em solução sólida supersaturada no Ferro. O aumento do

tempo de moagem é acompanhado por alargamento da linha e uma diminuição acentuada da intensidade causada tanto por uma diminuição do tamanho do grão quanto pelo aumento da deformação interna durante a moagem.<sup>3</sup> Os ângulos e os índices de Miller estão representados nos respectivos picos dos gráficos.

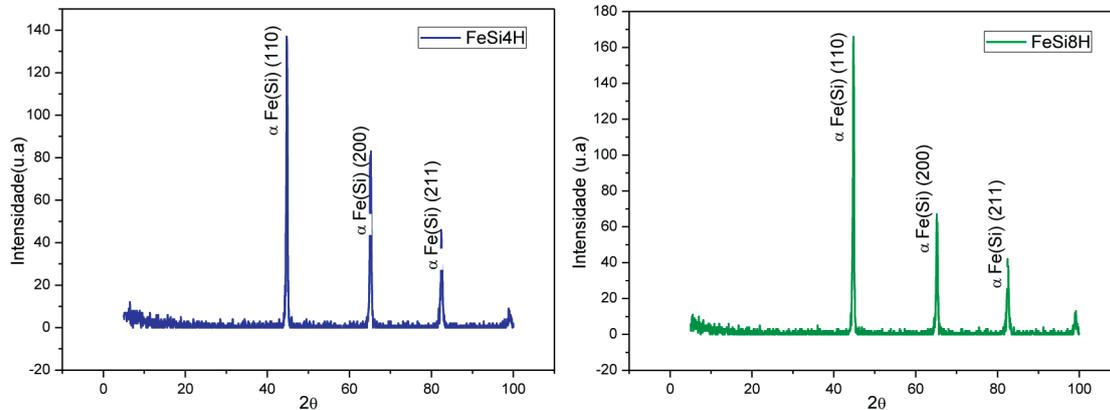


Fig. 7. (a) DRX com 4h e (b) DRX com 8h de moagem

Pode-se notar que 4h de moagem por síntese mecânica é o suficiente para que o Si presente na liga Fe-Si (75% wt.) entre como solução sólida substitucional (SSS) no Fe CCC (fase cúbica de corpo centrado). O Si, como possui um raio atômico menor que o Fe, é introduzido na estrutura do Fe.<sup>10,11,12,13</sup>

Na sequência, realizou-se o ensaio de histerese magnética, com frequência de 0,05Hz e o ensaio de permeabilidade AC, com 0,1Hz de frequência; ambos com corrente de 1A. A curva de histerese magnética (Figura 8) encontrada no ensaio de histerese realizado é característica dos materiais magnéticos macios, com uma faixa estreita do ciclo de histerese (fácil magnetização).

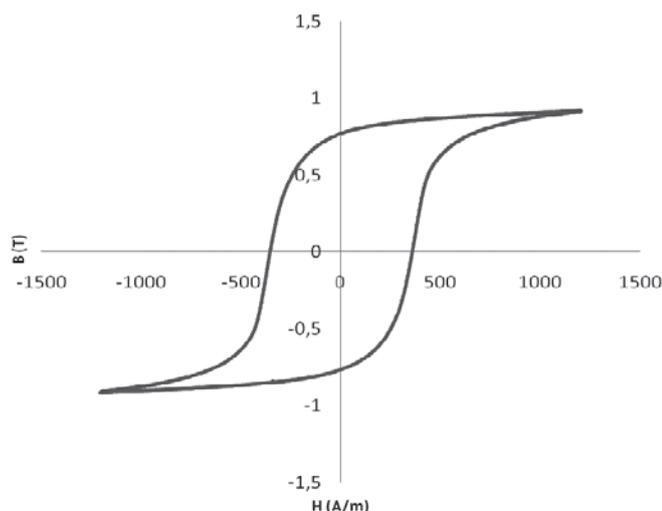


Fig. 8. Curva de histerese magnética

Pelo gráfico, as propriedades magnéticas encontradas foram:

$H_c = 360$ A/m (coercitividade magnética)

$B_r = 0,76$ T (remanência)

$B_s = 0,91$ T (indução de saturação)

Já o ensaio de resistividade elétrica (calculado pela equação 3) foi de:

$$R = \frac{V}{I} \Rightarrow \rho = R \frac{A}{l} = \frac{V}{I} \cdot \frac{A}{l} = \frac{0,0026}{3} \cdot \frac{20 \times 10^{-6}}{0,111} = 0,16 \times 10^{-6} \Omega m = 0,16 \mu \Omega m$$

As perdas por histerese no ensaio de histerese foram de  $1210$  J/m<sup>3</sup> ( $9 \times 10^{-3}$  W/kg). O ensaio de magnetização (Figura 9) mostrou uma permeabilidade relativa máxima de 3090, de acordo com dados literários<sup>14,15</sup>.

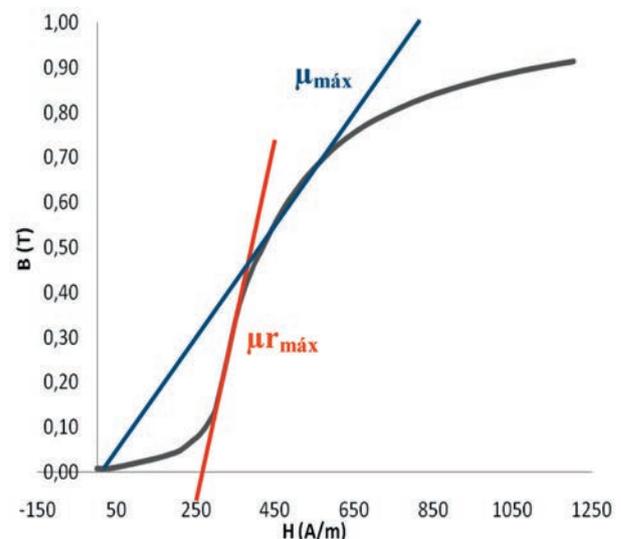


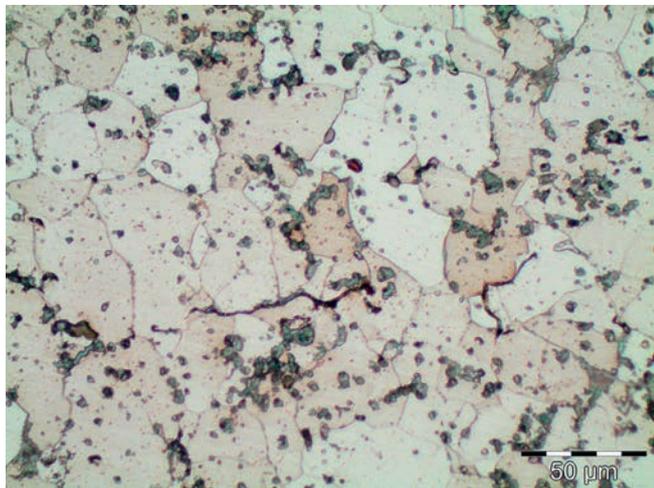
Fig. 9. Permeabilidade AC

A tabela 1 mostra uma análise comparativa das propriedades da liga FeSi relacionada a pressão de compactação imposta.<sup>11</sup>

**Tabela 1 – Propriedades magnéticas da Liga Fe-Si sinterizada a 1260°C em Campo de 25 Oe[5].**

Composição	Pcompactação (Mpa)	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	Permeabilidade máx	Força coerciva (A/m)	B máx (T)
Fe 1%Si wt.	480	7,03	2900	132,89	1,28
	685	7,23	3100	131,30	1,37

Através da análise de imagens realizadas por Microscopia Óptica verificou-se uma densificação da ordem de 86% que é igual a uma densidade de 6,7 g/cm<sup>3</sup> medido pelo Software do Microscópio (Analysis) e através do método de Arquimedes, uma densidade de 6,9 g/cm<sup>3</sup>, ou seja, uma densificação de 88% (sabendo que a densidade teórica do FeSi (1% wt.) = 7,78 g/cm<sup>3</sup>). Assim sendo, a porosidade ficou em torno de 14% em média (critério: fase escura apenas poros abertos a superfície), com poros arredondados. A porosidade observada pela micrografia (Figura 10) impacta de maneira significativa nas propriedades magnéticas do material, sobretudo na permeabilidade.

**Fig. 10. FeSi 1% aumento de 50x – ataque Nital 2%.**

A produção de peças pela NDT (*Normal Density Technology*) utiliza a compactação convencional e processos de sinterização, ou seja, pressões de compactação em torno de 600-800 MPa e temperaturas de sinterização entre 1120°C e 1250°C, que produz densidades de cerca de 92-94% em relação ao material forjado. A indução de saturação de um material magnético macio é função linear da densidade. Além disso, o aumento da porosidade pode elevar as perdas por histerese, pois restringe a circulação de domínios magnéticos. Isto significa que, a fim de melhorar as propriedades magnéticas é necessário aumentar a densidade material.<sup>16</sup> Com o aumento da porosidade ocorre a diminuição da permeabilidade magnética, a diminuição da indução de saturação e o aumento da coercitividade.<sup>17</sup>

Para limitar possíveis contaminações, a oxidação e a recarburização excessiva requer-se o emprego do vácuo. No entanto, este processo é custoso para implementação e manutenção na indústria. Por este motivo, emprega-se uma atmosfera com mistura de gases (N, Ar, H) em distintas proporções. Já o processo de sinterização é mais ativo quanto menor o tamanho de partícula. Porém, pós finos são difíceis de conformar e as

peças cruas resultantes estão sujeitas a deformações difíceis de controlar. Estas razões motivam o emprego de partículas com tamanho entre 40 e 150 micrômetros para a maior parte das ligas de ferro.<sup>9</sup>

O controle das dimensões do produto final pode requerer uma segunda operação de prensagem (dupla-compactação). Ainda, a dupla-compactação permite alcançar uma melhor densidade e definição dos detalhes superficiais das peças sinterizadas<sup>9</sup>. Uma compactação a morno mantendo o pó e a matriz sob 170°C, além de eliminar a deformação proveniente da moagem, resulta em um aumento da densificação e consequente melhoria das propriedades magnéticas da peça para a aplicação desejada.<sup>19,20</sup>

#### 4. CONCLUSÃO

Verificou-se que o Si foi introduzido no Fe em solução sólida:  $\alpha$ -Fe(Si) durante o processo de síntese mecânica. Foram obtidas, também, a permeabilidade de 3090 e uma resistividade de 0,16  $\mu\Omega\text{m}$ . Já para diminuir a coercitividade magnética ( $H_c$ ), que é um importante fator para a identificação do comportamento do material magnético macio, deve-se diminuir a microdeformação interna, impurezas, poros e defeitos do material, que são introduzidos sobretudo durante a etapa de moagem.<sup>18</sup>

Por fim, a liga Fe-1%Si (wt.) utilizada neste trabalho se mostra potencialmente apropriada para a aplicação na substituição aos atuais núcleos de rotores e estatores, produzidos por chapas de aço elétrico. Porém, testes de perdas (W/kg) x frequência (Hz) devem ser realizados para determinar a dada aplicação em determinada frequência para estes materiais, bem como a confecção de novos protótipos visando à implementação desta tecnologia em escala industrial.

#### AGRADECIMENTOS

*Os autores agradecem a CAPES, CNPq, FAPERGS e FINEP pelas bolsas e financiamento dos projetos. Ao LACER na pessoa do Prof. Dr. Carlos Bergmann pelas análises de DRX. Ao LAPROM pelas análises de granulometria a laser. Também, a Hoganas® do Brasil pelo apoio, oferecendo pós metálicos para a realização deste trabalho.*

#### REFERÊNCIAS

- Rodrigues, D. **Materiais Magnéticos Produzidos por Metalurgia do Pó**. São Paulo – Divisão de Metalurgia – IPT, 2008. 4p.

2. JILES, D.c.. Recent advances and future directions in magnetic. **Acta Materialia**, Ames, n. 51, p.5907-5939, 31 ago. 2003.
3. SHOKROLLAHI, H.. **The magnetic and structural properties of the most important alloys of iron**. Materials And Design, Shiraz, p. 3374-3387. 05 abr. 2009.
4. HEN, Chih-wen. **Magnetism and metallurgy of soft magnetic materials**: Dover Books on Physics. N.a: Courier Dover Publications, 1986. 571 p. Disponível em: < [http://books.google.com/books?id=ufGdyu24X2EC&dq=treatment+soft+magnetic+material&lr=&hl=pt-BR&source=gbs\\_navlinks\\_s](http://books.google.com/books?id=ufGdyu24X2EC&dq=treatment+soft+magnetic+material&lr=&hl=pt-BR&source=gbs_navlinks_s) >. Acesso em: 19 jul. 2010.
5. Q. SHEN et al. Powder reaction mechanism in fabrication of high silicon iron alloy. **Powder Metallurgy**, Wuhan, p. 336-340. dez. 2007.
6. VIANA, Silvana Garcia et al. **Obtenção da liga FeSi através do processo de mechanical alloying**.
7. NASAR, S.A. **Outline of Theory and Properties of Electric Machines and Electromechanics**, 1ª ed., São Paulo (Brasil) 1984, McGraw Hill do Brasil, 217p.
8. HÖGANÄS. 2007. **Soft Magnetic Material Handbook**. Suécia, 7 volumes, 94 p. (Fundamentos Magnéticos e SMC).
9. PAGNOLA, Marcelo Rubén. **Desarrollo de Composites Ferromagneticos**. 2009. 157 f. Tesis de Doctorado En Ingeniería (Doctorado) – Curso de Facultad de Ingeniería, Departamento de Física, Univerdidad de Buenos Aires, 2009. Disponível em: <<http://www.calameo.com/books/000087843f8d210fc5164>>. Acesso em: 26 ago. 2010.
10. J. Dinga et al. Microstructure and soft magnetic properties of nanocrystalline Fe–Si powders. **Journal of Alloys and Compounds**, Singapore, p. 262-267. set. 2000.
11. B. Zuo, T. Sritharan. Ordering and grain growth in nanocrystalline Fe<sub>75</sub>Si<sub>25</sub> alloy. **Acta Materialia**, p. 1233-1239. 9 nov. 2004.
12. M.P.C. Kalita, A. Perumal, A. Srinivasan . Structure and magnetic properties of nanocrystalline Fe<sub>75</sub>Si<sub>25</sub> powders prepared by mechanical alloying. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, p. 2780-2783. 19 jun. 2008.
13. M P C Kalita, A Perumal and A Srinivasan. Evolution of atomic order and soft magnetism in mechanically alloyed nanocrystalline Fe–Si powders subjected to heat treatment. **J. Phys. D: Appl. Phys**, 6 p. India. 24 abr. 2009.
14. HANEJKO, Francis; HANEJKO, Francis; MARUCCI, Michael L.. **Growth Opportunities with Soft Magnetic Materials**. Washington D.c: Hoeganaes Corporation, 2008. 9 p. Growth Opportunities with Soft Magnetic Materials.
15. HANEJKO, Francis G.; ELLIS, George W.; HALE, Timothy J.. **Application of High Performance Material Processing**: Eletromagnetic Products. Las Vegas: Hoeganaes Corporation, 1998. 16 p. Presented at PM2TEC.
16. J.A. Bas, J.A. Calero, M.J. Dougan.. Sintered soft magnetic materials. Properties and applications. **Journal Of Magnetism And Magnetic Materials**, Barcelona, p. 391-398. jan. 2003.
17. Esswein, J.A. L. Jr., Schaeffer, L., Dias, M.M., Cerva, L.L., Barboza, J.S.; “**Estudo comparativo de ligas magnéticas através de simulação por elementos finitos**” – 18º CBECiMat (Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – 24 a 28 de Novembro de 2008 – Porto de Galinhas/PE.
18. R. Koohkan. Preparation of nanocrystalline Fe–Ni powders by mechanical alloying used in soft magnetic composites. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, p. 1089-1094. nov. 2007.
19. VLASOVA, O. V.; PANASYUK, O. A.; MASLYUK, V. A.. Preparation and properties of magnetically soft powder metallurgy alloy 79NM. **Powder Metallurgy And Metal Ceramics**, Kiev, p. 497-500. 25 jul. 2000.
20. LI Yuan-yuan, et al. Study on mechanical properties of warm compacted iron-base materials. **J. Cent. South Univ. Technol.** p. 154-158. China. Set. 2002.