

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
SECRETARIA DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
CURSO DE MESTRADO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

MARCELLY QUINTÃO OLIVEIRA

**ANÁLISE DOS PRECIPITADOS EM UM AÇO ELÉTRICO DE
GRÃO ORIENTADO SOB EFEITO DA VARIAÇÃO DA
TENSÃO DE TRAÇÃO E DO ESTIRAMENTO**

Rio de Janeiro

2019

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

MARCELLY QUINTÃO OLIVEIRA

**ANÁLISE DOS PRECIPITADOS EM UM AÇO ELÉTRICO DE GRÃO
ORIENTADO SOB EFEITO DA VARIAÇÃO DA TENSÃO DE TRAÇÃO
E DO ESTIRAMENTO**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão - D.C.
Co-orientadora: Prof^ª. Maj. Simone Izabel Vieira de Santana - D.C.

Rio de Janeiro

2019

c2019

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro – RJ CEP: 22.290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmар ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

XXX.X Oliveira, Marcelly Quintão

XXXXX Análise dos precipitados em um aço elétrico de grão orientado sob efeito da variação da tensão de tração e do estiramento / Marcelly Quintão Oliveira; orientada por Luiz Paulo Mendonça Brandão e Simone Izabel Vieira de Santana – Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2019.

110 p.: il.

Dissertação (Mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2019.

1. Curso de Ciência dos Materiais – teses e dissertações. 2. Aços elétricos. 3. Caracterização de Partículas. I. Brandão, Luiz Paulo Mendonça. II. Santana, Simone Izabel Vieira de. III. Instituto Militar de Engenharia.

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

MARCELLY QUINTÃO OLIVEIRA

**ANÁLISE DOS PRECIPITADOS EM UM AÇO ELÉTRICO DE GRÃO
ORIENTADO SOB EFEITO DA VARIAÇÃO DA TENSÃO DE TRAÇÃO
E DO ESTIRAMENTO**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão - D.C.

Co-orientadora: Prof^a. Maj. Simone Izabel Vieira de Santana - D.C.

Aprovada em 12 de fevereiro de 2019 pela seguinte Banca Examinadora:

Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão - D.C. do IME - Presidente

Prof^a. Maj. Simone Izabel Vieira de Santana - D.C. do IME

Prof^a. Andersan dos Santos Paula - D.C. do IME

Rodrigo Félix de Araujo Cardoso – D.C. do CBPF

Sebastião da Costa Paolinelli – D.C. da Aperam South America

Rio de Janeiro
2019

Aos meus pais, Maria Cristina e Ronaldo, que sempre me incentivaram incondicionalmente.

AGRADECIMENTOS

Com todo o carinho e de coração eu agradeço:

- À minha família, em especial, aos meus pais, Maria Cristina e Ronaldo e, aos meus irmãos, Marco Túlio e Mardem, por acreditarem em mim quando nem eu acreditava, por todo apoio e cuidado dedicados quando por muitas vezes eu senti medo de continuar. O incentivo de vocês foi fundamental para que eu chegasse até aqui. Obrigada!;

- Às minhas avós, Maria e Nelza, e avô Waldir, que tanto oram por mim, ao meu avô Juvenal (in memoriam), que intercede por mim junto ao Pai;

- Ao meu Deus, pai eterno e todo poderoso, que sempre me guarda e me governa, que me disciplina e me dá sabedoria para enfrentar os momentos difíceis;

- Ao meu namorado, Robson, pelo apoio e compreensão;

- Ao professor Luiz Paulo Brandão, pela orientação e confiança;

- À Major Simone, por seus ensinamentos e amizade;

- Aos demais professores do Instituto Militar de Engenharia, que colaboraram com o meu aprendizado, em especial, à professora Andersan, que se destaca pelo carinho, comprometimento e dedicação aos seus alunos;

- À amiga Náhrima Chambela, que desde a minha mudança para o Rio de Janeiro me acolheu e sempre se fez companheira;

- Aos amigos que o IME me proporcionou, Larissa, Luana, Michelle, Suzane, Luiza, Napo, Yume, Flavio, Raphael, Wesley, Bruna, Renato, Andrey, Géssica, Camila's, Mônica, Francielly, Paula, Talita, Rodolfo, Gabriel, Matheus, Anderson e João, obrigada pelos ensinamentos compartilhados e, também, pelos momentos de descontração;

- À Aperam South America, em especial, ao Dr. Sebastião Paolinelli, pelo apoio a este estudo, pelos materiais e informações concedidos; à toda equipe do Centro de Pesquisas, que sempre estiveram dispostos a ajudar;

- Ao Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, CBPF, que contribuiu para a realização desta pesquisa permitindo a utilização de equipamentos e utilização do laboratório, em especial à Mariana, que foi muito gentil ao me receber;

- À Capes, pelo auxílio financeiro.

“A menos que modifiquemos a nossa maneira de pensar, não seremos capazes de resolver os problemas causados pela forma como nos acostumamos a ver o mundo”.

ALBERT EINSTEIN

SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES	10
LISTA DE TABELAS.....	16
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS	17
LISTA DE SIGLAS	18
1 INTRODUÇÃO.....	21
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	23
2.1 O Comportamento Magnético dos Materiais	23
2.1.1 Materiais Ferromagnéticos.....	25
2.1.2 A curva de Histerese	25
2.1.3 Permeabilidade Magnética	27
2.1.4 Perdas Magnéticas	28
2.2 Transformador de Tensão.....	29
2.3 Ligas de Ferro-Silício	30
2.3.1 O Aço Elétrico HGO.....	30
2.3.2 Processo de Produção do Aço Elétrico de Grão Orientado.....	32
2.4 Crescimento Anormal dos Grãos.....	34
2.5 A Importância da Orientação Cristalográfica dos Aços Elétricos Siliciosos.....	34
2.6 Tamanho de Grão Primário	36
2.7 Precipitação de Partículas de Segunda Fase.....	38
2.8 Estado da Arte	39
2.9 Principais Técnicas de Caracterização.....	49
2.9.1 Captação, Caracterização e Quantificação de Precipitados por MET	50
2.9.2 Difração de Raios X para Obtenção de Textura e Orientação Cristalográfica.....	51
3 MATERIAL E MÉTODOS	53

3.1	Material	53
3.2	Métodos.....	53
3.2.1	Processamento	54
3.2.1.1	Equipamentos	56
3.2.1.2	Estiramento.....	57
3.2.1.3	Amostragem	58
3.2.2	Testes Magnéticos.....	59
3.2.3	Microscopia Eletrônica de Transmissão	60
3.2.3.1	Réplicas de Carbono	61
3.2.3.2	Filmes Finos	62
3.2.4	Microscopia Eletrônica de Varredura	62
3.2.5	Microscopia Óptica.....	63
3.2.5.1	Tamanho de Grão	63
3.2.6	Ensaio Macrográfico.....	64
3.2.7	Difração de Raios X.....	65
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	68
4.1	Estiramento.....	68
4.2	Propriedades Magnéticas	70
4.3	Análise Via Microscopia Eletrônica de Transmissão	74
4.3.1	Resultado Via Réplica da Amostra Laminada a frio	75
4.3.2	Resultado Via Réplica da Amostra com 0,0% de Estiramento	77
4.3.3	Resultado Via Réplica da Amostra com 13,2% de Estiramento	80
4.3.4	Análise Via Filme Fino da Amostra com 0,0% de Estiramento.....	83
4.3.5	Análise Via Filme Fino da Amostra com 13,2% de Estiramento.....	84
4.4	Análise Via Microscopia Eletrônica de Varredura	85
4.4.1	Resultado da Amostra Laminada a Frio.....	86
4.4.2	Resultado da Amostra com 0,0% de Estiramento	87
4.4.3	Resultado da Amostra com 13,2% de Estiramento	89
4.5	Tamanho de Grão Primário	91
4.6	Textura Primária.....	94

4.7	Estrutura Secundária.....	96
5	CONCLUSÕES.....	101
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	103
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	104

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG. 2.1	Momento magnético angular do elétron associado (a) ao movimento orbital; (b) ao spin (CALLISTER; RETHWISCH, 2009).....	24
FIG. 2.2	Curva de histerese (LEITE, 2002).....	26
FIG. 2.3	Modelo esquemático da curva de histerese para um material magnético mole e um material magnético duro (CALLISTER; RETHWISCH, 2009).	27
FIG. 2.4	Princípio de Funcionamento de um transformador (MAFRA, 2017).....	29
FIG. 2.5	Representação esquemática da textura de laminação (110)[001] para uma estrutura cúbica de corpo centrado (SANTOS, 2005).	31
FIG. 2.6	Fluxograma ilustrando o processamento metalúrgico para obtenção do aço HGO (TOLEDO, 2007; MIRANDA, 2012).	33
FIG. 2.7	Curvas de magnetização para os três principais eixos do monocristal de ferro (Adaptado de CULLITY, 1972).	35
FIG. 2.8	Efeito do ângulo de desvio da orientação Goss (110)[001] no valor da indução magnética a 800 A/m. Curvas calculadas por Craik e McIntyre (Littmann, 1971).	36
FIG. 2.9	Efeito da temperatura de recristalização primária na força motriz para crescimento de grão (USHIGAMI <i>et al.</i> , 1996).	37
FIG. 2.10	Relação entre a indução magnética a 800 A/m e o tamanho médio de grão primário para duas temperaturas de recozimento de um aço 3%Si, (A) 1150 °C e (B) 1300 °C (Adaptado de CICALÈ <i>et al.</i> , 1998).....	38
FIG. 2.11	Coerência dos precipitados na matriz: (a) coerente; (b) semi coerente; (c) incoerentes (REIS, 2010).	39
FIG. 2.12	Distribuição de partículas em grão com orientação de Goss (GUO e MAO, 2010).	40
FIG. 2.13	Micrografia de MET mostrando partícula de Si ₃ N ₄ precipitado no aço nitretado por 60 s. (a) imagem de campo claro; (b) espectro de difração de elétrons (EDS), composição química; (c) padrão de difração de elétrons; (d) análise do precipitado (LIAO e HOU, 2010).....	41
FIG. 2.14	Micrografia de MET mostrando partícula de MnSiN ₂ precipitado no aço nitretado por 60 s. (a) imagem de campo claro; (b) EDS, análise de composição	

	química; (c) padrão de difração de elétrons; (d) análise do precipitado (LIAO e HOU, 2010).....	42
FIG. 2.15	Micrografias de MET mostrando forma e tamanho dos sulfetos na amostra com 0,4% estiramento (CESAR, 2012).....	43
FIG. 2.16	Imagens de MET mostrando forma e tamanho dos sulfetos na amostra com 3,8% estiramento (CESAR, 2012).....	43
FIG. 2.17	Distribuição de tamanho dos precipitados de sulfetos das amostras com 0,4 e 3,8% de estiramento (CESAR, 2012).	44
FIG. 2.18	Micrografias de réplicas de carbono via MET mostrando a precipitação de Cu_xS+AlN e Cu_xS a 900°C (a), 1000°C (b), 1100°C (c) e 1200°C (d) com 1000s entre deformações (ALCÂNTARA, <i>et al.</i> , 2013).	45
FIG. 2.19	Micrografia do precipitado Cu_xS+AlN (a), espectro EDS (b) e padrão de difração (c) e (d) da amostra processada a 900 °C (ALCÂNTARA, <i>et al.</i> , 2013).	46
FIG. 2.20	Micrografias de réplica de carbono via MET (a) do precipitado (Al,Si,Mn)N e (b) do coprecipitado (Cu,Mn)S+(Al,Si)N (BERNIER <i>et al.</i> , 2013).....	47
FIG. 2.21	Micrografia de réplica de carbono via MET do precipitado (Al,Si,Mn)N e imagens EFTEM de Al, Si, Mn e N. Os perfis de intensidade de a a b indicados na micrografia de MET estão inseridos nas imagens EFTEM (BERNIER <i>et al.</i> , 2013).	47
FIG. 2.22	Micrografias de MET da dispersão dos precipitados após recozimento de descarbonetação para as amostras (a) H1 (b) H2 e (c) H3 (LING <i>et al.</i> , 2014).	48
FIG. 2.23	Macroestruturas de aço elétrico de grão orientado em altas temperaturas de recozimento (LING <i>et al.</i> , 2014).	49
FIG. 2.24	Sequência para remoção de réplica de carbono (WILLIANS; CARTER, 1996).	50
FIG. 2.25	Posicionamento e movimentos da amostra na câmara de textura do aparelho de raios X, para obtenção da figura de pólo (CARDOSO, 2010).....	52
FIG. 2.26	Ângulos de Euler ψ θ e ϕ de acordo com o sistema de Roe (CARDOSO, 2010).	52
FIG. 2.27	Ângulos de Euler ϕ_1 , ϕ e ϕ_2 de acordo com a notação de Bunge (CARDOSO, 2010).	52

FIG. 3.1	Ilustração do corte das lâminas de aço GO a serem processadas após condição recebida.	54
FIG. 3.2	Parâmetros do processamento de descarbonetação e nitretação.....	55
FIG. 3.3	Ilustração do método de medição do estiramento.	57
FIG. 3.4	Amostras de aço GO 3,2% Si fornecidas e processadas pela Aperam South America em Timóteo/MG.	59
FIG. 3.5	MET JEOL JEM-2010, LaB6, IME	60
FIG. 3.6	Tamanho de partícula por diâmetro de Feret.	61
FIG. 3.7	Imagens da preparação das amostras de réplicas de carbono para MET.....	62
FIG. 3.8	Processo de decapagem a quente em solução de HCl para revelar macroestrutura de recristalização secundária.	64
FIG. 3.9	Ábacos de $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$ para interpretar as FDOC's em termos de ângulos de Euler e índices (hkl)[uvw] (BUNGE, 1987).....	65
FIG. 3.10	Representação esquemática da orientação de grãos macro.....	66
FIG. 3.11	Amostra inserida no DRX X'PERT PRO MRD, PANalytical do IME para análise da orientação dos grãos em estrutura secundária do aço Si GO.....	67
FIG. 4.1	Efeito da tensão de tração no estiramento de amostras de aço 3,2% Si.....	69
FIG. 4.2	Efeito do estiramento na largura das amostras de aço 3,2% Si.....	69
FIG. 4.3	Efeito do estiramento na espessura das amostras de aço 3,2% Si.	70
FIG. 4.4	Variação da perda magnética a 1,7 T/60 Hz em função do estiramento para as amostras nitretadas com 0,30 Nm ³ /h de NH ₃	72
FIG. 4.5	Efeito do estiramento na indução magnética a 800 A/m (B8).	72
FIG. 4.6	Comparação das curvas de histerese medidas com frequência de 60 Hz e campo magnético de 1,7 T para as amostras 2M e 9M.....	73
FIG. 4.7	Imagens de réplica de carbono dos precipitados na amostra laminada a frio, observadas por MET. Foram identificados Cu _x S+AlN com tamanho médio de (a) 162 e (b) 187 nm; (c) AlN de 105 nm; e (d) coprecipitado com tamanho de 76 nm.	75
FIG. 4.8	Espectros EDS via MET da amostra após a etapa de laminação a frio, identificando a presença de (a) Cu _x S+AlN, (b) coprecipitado (Cu,Al,Ti) e (c) AlN.....	76
FIG. 4.9	Imagens de réplica de carbono dos precipitados na amostra sem estiramento, observadas por MET com aumento de 100Kx. Foram identificados	

	(Cu,Mn)S+AlN com tamanho médio de (a) 95 e (d) 67 nm; (b) (Cu,Mn)S de 90 nm; e (c) MnS com tamanho de 84 nm.....77
FIG. 4.10	Imagens de réplica de carbono dos precipitados na amostra com 0,0% de estiramento, observadas por MET. Foram identificados (a) precipitado MnS com tamanho médio de 155 nm, aumento de 50Kx (b) Cu _x S de 144 nm, aumento de 40 K; e (c) MnS de 210 nm, aumento de 50Kx (d) Cu com tamanho de 100 nm, aumento de 50Kx.78
FIG. 4.11	Espectros EDS via MET da amostra sem estiramento após recozimento e descarbonetação, identificando a presença de (a) Cu _x S, (b) (Cu,Mn)S+AlN (c) Cu e (d) MnS.79
FIG. 4.12	Imagens de réplica de carbono dos precipitados na amostra com 13,2% de estiramento, observadas por MET. Foram identificados (a) precipitado (Cu,Mn)S+AlN com tamanho médio de 148 nm (b) grande precipitado (Cu,Mn)S+AlN de 1,2 µm (c) MnS de 548 nm e (d) (Cu,Mn)S com 118 nm de diâmetro equivalente.....80
FIG. 4.13	Imagens de réplica de carbono indicando a dispersão de partículas na amostra com 13,2% de estiramento, observadas por MET com aumento de 10Kx.81
FIG. 4.14	Imagens de filme fino da amostra com 0,0% de estiramento, observadas por MET.....83
FIG. 4.15	Imagens de filme fino da amostra com 13,2% de estiramento, observadas por MET.....84
FIG. 4.16	(a) MEV, via elétrons retroespalhados, da amostra descarbonetada a 850 °C e PO 63 °C; (b) localização dos óxidos (SILVEIRA, 2011).....85
FIG. 4.17	Micrografias da amostra deformada após laminação a frio apresentando (a) grãos de ferrita e SG, com aumento de 20000x e (b) SG, com aumento de 15000x, observadas por MEV, no plano da chapa.86
FIG. 4.18	Micrografia da amostra após laminada a frio mostrando precipitado AlN e coprecipitados, observada por MEV com aumento de 30000x, com respectivos espectros EDS indicados na imagem por P1 e P2.87
FIG. 4.19	Micrografias da amostra após recristalização primária com 0,0% de estiramento apresentando grãos de ferrita e dispersão de partículas, observadas por MEV, com aumentos de (a) 30000x e (b) 20000x.87

FIG. 4.20	Micrografia da amostra após recristalização primária com 0,0% de estiramento mostrando precipitados (Al,Si,Mn)N, observadas por MEV com aumento de 60000x, e respectivos espectros EDS referentes as setas indicados na imagem por P1, P2 e P3.	88
FIG. 4.21	Micrografias da amostra após recristalização primária com 13,2% de estiramento apresentando grãos de ferrita e dispersão de partículas, observadas por MEV, com aumentos de (a) 20000x e (b) 10000x.	89
FIG. 4.22	Micrografia da amostra após recristalização primária com 13,2% de estiramento mostrando SiC e (Al,Si,Mn)N, observadas por MEV com aumento de 40000x, e respectivos espectros EDS.....	90
FIG. 4.23	(a) micrografia da amostra após recristalização primária com 13,2% de estiramento mostrando precipitados AlN, observadas por MEV, com aumento de 80000x, (b) respectivos espectro EDS e (c) mapeamento dos elementos. ...	90
FIG. 4.24	Micrografias da amostra após recristalização primária com 13,2% de estiramento mostrando coprecipitados e AlN, observadas por MEV, e respectivos espectros EDS.	91
FIG. 4.25	Micrografias ópticas das amostras após (a) laminação a frio (b) recristalização primária com 0,0% de estiramento e (c) recristalização primária com 13,2% de estiramento, fotografadas com aumento de 100x.	92
FIG. 4.26	Efeito do estiramento no tamanho de grão após recristalização primária.....	93
FIG. 4.27	ODF's do aço laminado a frio, em seções no espaço de Euler para $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$, segundo notação de Bunge.	94
FIG. 4.28	ODF's do aço após recristalização primária com 0,0% de estiramento, em seções no espaço de Euler para $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$, segundo notação de Bunge.	95
FIG. 4.29	ODF's do aço após recristalização primária com 13,2% de estiramento, em seções no espaço de Euler para $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$, segundo notação de Bunge.	95
FIG. 4.30	ODF's com $\phi_2 = 0^\circ$, $\phi_2 = 45^\circ$ da matriz primária da amostra com 0,6% de estiramento (CESAR, 2012).....	96
FIG. 4.31	ODF's com $\phi_2 = 0^\circ$, $\phi_2 = 45^\circ$ da matriz primária da amostra com 13% de estiramento (CESAR, 2012).....	96

FIG. 4.32	Macrografias da estrutura secundária das amostras após recozimento final com a) 0,0% de estiramento e b)13,2% de estiramento	97
FIG. 4.33	Amostra com 13,2% de estiramento com identificação numérica dos grãos para análise de textura secundária.....	97
FIG. 4.34	Figuras de pólo (110) de cada grão da amostra de aço GO com 13,2% de estiramento após recristalização secundária.....	98
FIG. 4.35	Efeito do ângulo de desvio da orientação Goss (110)[001] no valor da indução magnética a 800 A/m. Curvas calculadas por Craik e McIntyre (Littmann, 1971).....	100

LISTA DE TABELAS

TAB. 3.1	Composição química (% em peso) do aço em estudo fornecido pela Aperam South América.	53
TAB. 3.2	Composição química de nitrogênio para cada condição de estiramento após a nitretação e após recozimento secundário (Adaptado de CRUZ, 2019).....	56
TAB. 3.3	Tensão equivalente à carga aplicada durante recozimento e descarbonetação.	58
TAB. 4.1	Parâmetros de recozimento e descarbonetação com consequente estiramento.	68
TAB. 4.2	Resultado do ensaio magnético por chapa única para as amostras que não receberam tratamento de nitretação (APERAM).....	70
TAB. 4.3	Resultado do ensaio magnético por chapa única para as amostras que foram nitretadas com 0,30 Nm ³ /h de NH ₃ (APERAM).	71
TAB. 4.4	Resultado via extração de réplica para os principais precipitados encontrados nas amostras 2M e 9M.	82
TAB. 4.5	Área e ângulos de desvio do plano (110) equivalentes a cada grão selecionado da amostra com 13,2% de estiramento.	99

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

ABREVIATURAS

Maj.	-	Major
un.	-	unidade

SÍMBOLOS

φ, ϕ_1 e ϕ_2	-	ângulos que definem o espaço de Euler
μ	-	permeabilidade magnética
μ_0	-	permeabilidade no vácuo
\bar{P}_L	-	número de contornos médio
P_i	-	número de contornos interceptados
\bar{l}	-	tamanho de grão médio
Ψ	-	ângulo de rotação em torno do eixo Z
λ	-	comprimento de onda
S	-	saturação magnética
B	-	indução magnética
H	-	campo magnético
H_c	-	campo coercitivo
Br	-	fluxo magnético remanescente
V_1	-	número de voltas no enrolamento primário
V_2	-	número de voltas no enrolamento secundário
N_1	-	número de espiras no enrolamento primário
N_2	-	número de espiras no enrolamento secundário
B_8	-	indução magnética a 800 A/m
$P_{15/50}$	-	perda magnética medida na condição 1,5 T e 50 Hz

LISTA DE SIGLAS

AGG	<i>Abnormal Goss Grain</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CCC	Cúbico de Corpo Centrado
CFC	Cúbico de Face Centrada
CGO	<i>Conventional Grain Oriented</i>
CSL	<i>Coincidence Site Lattice</i>
DL	Direção de Laminação
DN	Direção Normal
DRX	Difração de Raios X
DT	Direção Transversal
EBSD	<i>Electron Backscatter Diffraction</i>
EDS	<i>Energy Dispersive X-ray Spectroscopy</i>
EFTEM	<i>Energy-Filtered Transmission Electron Microscopy</i>
FDOC	Função de Distribuição de Orientações Cristalográficas
FEG	<i>Field Emission Gun</i>
GNO	Grão Não Orientado
GO	Grão Orientado
HC	Hexagonal Compacta
HE	<i>High Energy</i>
HGO	<i>High Permeability Grain-Oriented</i>
IME	Instituto Militar de Engenharia
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
SE	<i>Secondary Electron</i>
SEM	<i>Scanning Electron Microscopy</i>
WD	<i>Work Distance</i>

RESUMO

Os aços elétricos são usados na geração, transmissão e utilização de energia elétrica, pois apresentam como propriedade a capacidade de amplificação de um campo magnético externamente aplicado. Entretanto, no uso de eletricidade como forma de energia há perdas relacionadas com a transmissão e distribuição. Equipamentos como transformadores de potência, alternadores e motores elétricos exigem o desenvolvimento de tecnologias e materiais que lhes permitam maior desempenho e menores perdas. Neste trabalho, foram avaliados os efeitos do estiramento sobre a formação de precipitados, tamanho de grão, textura e propriedades magnéticas de aços siliciosos de grão orientado com 3,2% Si, através da variação da tensão de tração durante o recozimento e descarbonetação. O material foi fornecido pela Aperam South America em Timóteo, MG, onde foram processadas amostras de aço elétrico de grão orientado variando a carga de tensão de tração de 0 a 35 Kgf, com o objetivo de provocar o estiramento da tira de aço durante o recozimento e descarbonetação. A análise dos precipitados foi feita utilizando um microscópio eletrônico de transmissão com fonte LaB_6 e um microscópio eletrônico de varredura com fonte de emissão de campo e espectroscopia de energia dispersiva para identificação dos elementos. Para o estudo da textura cristalográfica utilizou-se a técnica de difração de raios X. Com base no resultado do teste magnético, feito através do medidor Chapa Única, pela Aperam, foram selecionadas as situações extremas para as análises propostas. Os precipitados encontrados foram identificados como $(\text{Al,Si,Mn})\text{N}$, MnS , $(\text{Cu,Mn})\text{S}$, $(\text{Cu,Mn})\text{S}+\text{AlN}$, Cu_xS , AlN e $\text{Cu}_x\text{S}+\text{AlN}$.

ABSTRACT

Electric steels are used in the generation, transmission and for use of electric energy due have the amplification capacity of an externally applied magnetic field. However, in the use of electricity as energy there are losses related to transmission and distribution. Equipment such as power transformers, alternators and electric motors require the development of technologies and materials that allow them to perform better and lower losses. The effects of stretching on the formation of precipitates, grain size, texture and magnetic properties of 3.2% grain oriented steels were evaluated by varying the tensile stress during annealing and decarburization. The material was supplied by Aperam South America in Timóteo, MG. Samples of grain oriented electrical steel were processed in a continuous annealing furnace with a variable tensile stress in order to promote stretching. The precipitates were analyzed using a transmission electron microscope with LaB₆ source and scanning electron microscope with energy dispersive X-Ray spectroscopy coupled. The X-ray diffraction technique was used to study the crystallographic texture. Based on this result of magnetic test, extreme situations were selected for the proposed analyzes. The precipitates were identified as (Al,Si,Mn)N, MnS, (Cu,Mn) S, (Cu,Mn) S + AlN, Cu_xS, AlN and Cu_xS + AlN.

1 INTRODUÇÃO

O crescente consumo de equipamentos elétricos provocado pela necessidade de desenvolvimento tecnológico e melhoria no padrão de vida da sociedade resulta em um maior consumo de energia. Com isso, torna-se necessário a construção de novas usinas hidrelétricas que, além do alto investimento, as obras para a sua construção causam danos irreversíveis ao meio ambiente. Por isso, o elevado consumo de energia elétrica é motivo de preocupação. Diante dessa situação, a busca por produtos de boa qualidade e tecnologia, com alto desempenho na condução de energia, tem se mostrado cada vez mais importante.

Os aços elétricos são usados na geração, transmissão e utilização de energia elétrica, pois apresentam como propriedade a capacidade de amplificação de um campo magnético externamente aplicado. Entretanto, no uso de eletricidade como forma de energia há perdas relacionadas com a transmissão e distribuição. Equipamentos como transformadores de potência, alternadores e motores elétricos exigem o desenvolvimento de tecnologias e materiais que lhes permitam maior desempenho e menores perdas.

A adição de silício ao aço com baixo teor de carbono aumenta a resistividade do ferro e contribui para a redução das perdas causadas pelas correntes parasitas (perda de potência em forma de calor). Essa contribuição confere ao material boas propriedades magnéticas. Por isso, ligas de ferro contendo o silício como principal elemento de liga têm sido desenvolvidas e o desempenho desses aços em relação a obter boa permeabilidade e baixa perda magnética desencadeia infinitos estudos e pesquisas. O objetivo é encontrar a composição química e o processamento mecânico ideais relacionados à boa eficiência e baixo custo de produção.

Existem os aços siliciosos de grão orientado (GO), os de grão não orientado (GNO) e mais recentemente produzidos, os aços de grão superiorientado (HGO). O novo aço HGO possui aplicações em transformadores elétricos de geração e distribuição, apresenta alta permeabilidade magnética, baixa perda e maior eficiência energética em comparação aos aços convencionais, o que resultará em equipamentos mais eficientes e menores em tamanho. Essa classe de aços elétricos apresenta componente de textura definido, ou seja, o fluxo magnético transita em um único sistema de plano e direção, conferindo ao material, excelentes propriedades magnéticas em apenas uma direção. Por outro lado, os aços GNO são destinados

ao uso em motores elétricos e apresentam propriedades magnéticas mais homogêneas em todas as direções.

A orientação dos grãos nos aços GO e HGO referem-se a uma forte textura cristalográfica, induzida durante os processos operacionais, que permite que quase todos os cristais tenham seus planos {110} paralelos à superfície da chapa, com direção [001] paralela à direção de laminação. Essa textura é obtida na estrutura recristalizada através do crescimento anormal dos grãos.

A dispersão de partículas finas que se precipitam na laminação a quente ou durante os recozimentos do aço GO possui considerável importância no desenvolvimento da textura final e nas propriedades magnéticas, pois podem inibir o crescimento de grão a partir do momento em que coalescem e dissolvem nos contornos. Por isso, deseja-se controlar o crescimento anormal dos grãos na fabricação desse aço através da precipitação de partículas de segunda fase.

1.1 Objetivos

Este trabalho tem como principal objetivo estudar os precipitados sob efeito do estiramento resultante da tensão de tração durante a decarbonetação do aço elétrico de grão orientado produzido com baixa temperatura de reaquecimento de placa.

1.1.1 Objetivos Específicos

Avaliar o tamanho e a morfologia dos precipitados como consequência do estiramento;

Analisar os precipitados inerentes que se formaram durante a laminação a quente e os precipitados adquiridos após nitretação;

Avaliar o efeito do estiramento no tamanho de grão de recristalização primária e secundária, textura cristalográfica e propriedades magnéticas;

Correlacionar os precipitados ao crescimento anormal dos grãos durante a recristalização secundária.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo é apresentada inicialmente uma breve discussão sobre o comportamento magnético dos materiais, com ênfase para o processo de magnetização baseado na evolução da estrutura de domínios. Contextualiza-se a natureza das ligas de ferro e silício em estudo, abordando o processo de produção e o uso em transformadores. Em seguida, descrevem-se os principais estudos realizados no Brasil e no mundo sobre os aços elétricos de grão orientado, com intuito de mostrar a importância deste material na eficiência energética e para as indústrias siderúrgicas, considerando as melhorias nas propriedades magnéticas dos aços elétricos nas últimas décadas, ajustes no processo produtivo e redução de custos. E, por fim, disserta-se sobre as principais técnicas de caracterização utilizadas neste trabalho: microscopia eletrônica de varredura e de transmissão; e difração de raios X para obtenção de textura e orientação cristalográfica.

2.1 O Comportamento Magnético dos Materiais

Matéria, sob determinadas circunstâncias, gera campo magnético, pois elétrons são cargas em movimento. O que define as propriedades magnéticas dos materiais é a maneira como eles se comportam na presença de outro campo magnético, sendo este comportamento resultado da estrutura eletrônica dos átomos. O modelo apresentado por Rutherford e Bohr para explicar o átomo delineia a ideia de que os elétrons estão em orbitais girando ao redor do núcleo atômico, organizados de modo a ocupar o menor estado de energia possível. Segundo o princípio de exclusão de Pauli, cada orbital comporta no máximo dois elétrons que, por sua vez, giram ao redor do próprio eixo e em sentidos opostos, chamados spins. O movimento de rotação dos elétrons gera dois momentos angulares intrínsecos, o momento angular orbital e o de spin, que são equivalentes a um momento de dipolo magnético, conforme FIG. 2.1 (CALLISTER; RETHWISCH, 2009; HEWITT, 2015).

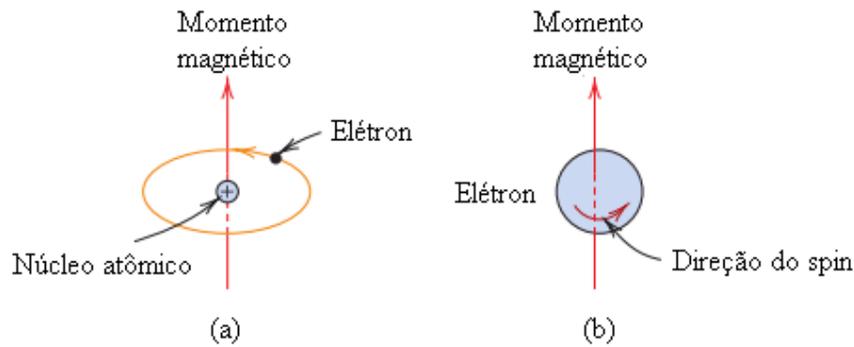


FIG. 2.1 Momento magnético angular do elétron associado (a) ao movimento orbital; (b) ao spin (CALLISTER; RETHWISCH, 2009).

Para o átomo como um todo, deve-se considerar a soma dos momentos de dipolo de cada elétron e, geralmente, seus momentos se opõem anulando um ao outro. Nesse caso, o material é dito desmagnetizado. Quando um campo magnético externo é aplicado a este material os momentos de dipolo magnético tendem a se orientar na mesma direção e sentido do campo. Para esse comportamento o material é classificado como paramagnético e exibirá, então, um comportamento de atração quando aproximado a um ímã. Mas, se a magnetização do material tiver sentido oposto ao campo externo aplicado ele é classificado como diamagnético e repelirá o ímã. “Tanto os materiais diamagnéticos quanto os paramagnéticos são considerados não magnéticos, pois exibem magnetização apenas quando estão na presença de um campo externo” (CALLISTER; RETHWISCH, 2009).

A distribuição dos elétrons para que a energia total de um átomo seja a menor possível é estabelecida pela regra de Hund em que o átomo deve ter o número máximo de elétrons desemparelhados, ou seja, o número de elétrons com spin num sentido é diferente do número de elétrons com spin contrário. Assim, os momentos de dipolo de cada elétron não se anulam e o resultado global será diferente de zero. Neste caso, os materiais são ditos ferromagnéticos (FILARDO, 2003).

2.1.1 Materiais Ferromagnéticos

O ferromagnetismo é um fenômeno que está associado ao spin do elétron. Quando o material não apresenta a camada eletrônica completa, os momentos magnéticos dos elétrons não se cancelam totalmente e os dipolos atômicos vizinhos interagem entre si alinhando-se facilmente ao campo magnético externo de modo a estabelecer um campo resultante maior do que o aplicado. Os momentos magnéticos se alinham por regiões, designadas domínios, que estão orientados ao acaso quando o material está desmagnetizado. O alinhamento entre os momentos magnéticos persiste mesmo quando o campo é removido, o que caracteriza os materiais ferromagnéticos (LUZ, 2005; KNIGHT, 2009; PINHO, 2009).

Outras características particulares do material ferromagnético são: alta suscetibilidade magnética; alteração do comportamento magnético acima ou abaixo da temperatura de Curie; magnetostricção, variação das dimensões atingindo a máxima quando alcança a saturação magnética (CULLITY, 1972).

2.1.2 A curva de Histerese

A histerese magnética é uma propriedade das substâncias ferromagnéticas que se caracterizam por conservar a imantação adquirida mesmo na ausência do campo magnético que a gerou. Durante o processo de magnetização ocorre movimentação das paredes de domínios e mudanças na direção dos momentos magnéticos de cada domínio até que todos estejam alinhados na direção do campo, configurando o estado de saturação. À medida que o campo magnético aplicado aumenta, a magnetização do material ferromagnético irá aumentar até alcançar o valor de saturação, S . Se, em seguida, o valor do campo aplicado for diminuído, a densidade de fluxo magnético B diminui com uma taxa menor em relação à intensidade do campo H , de forma que quando H chega à zero, ainda existe no material uma imantação residual, chamada densidade de fluxo magnético remanescente, B_r (LEITE, 2002; LUZ; ÁLVARES, 2005).

Submetendo o material a um campo magnético no sentido contrário, campo coercitivo H_c , os domínios tendem a se alinhar no sentido oposto e se anulam gradativamente até que B

chegue a zero. A saturação na direção oposta é alcançada à medida que se aumenta o campo no sentido negativo. E, então, ao reduzir o campo, atinge-se a remanência negativa (LEITE, 2002; BOHN et al, 2004).

Retornando a direção do campo para a inicial, uma força coercitiva no sentido positivo provocará um aumento dos domínios no mesmo sentido do campo até que o material fique novamente saturado formando, assim, um ciclo de histerese representado pela curva de histerese (FIG. 2.2) (LEITE, 2002).

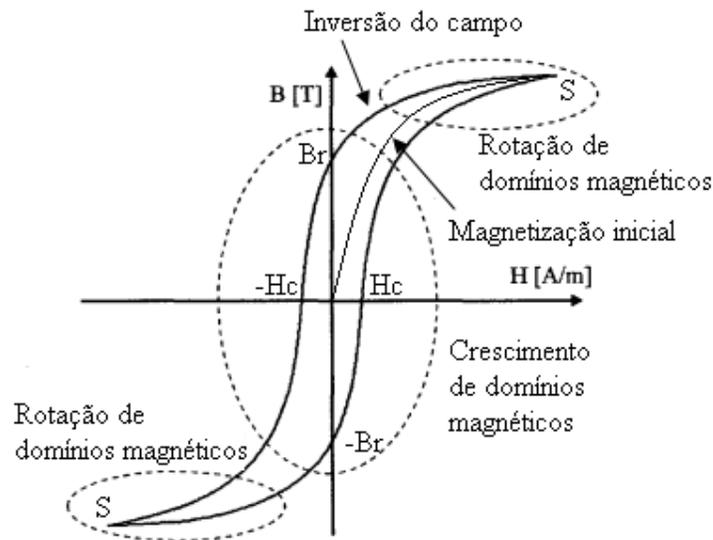


FIG. 2.2 Curva de histerese (LEITE, 2002).

Vários fatores como a estrutura cristalina, a orientação cristalográfica, partículas de segunda fase, temperatura e estados de tensão ao qual o material está submetido influenciam a forma da curva de histerese. E, conforme a característica de histerese, o material é classificado como mole ou duro (FIG. 2.3) (CALLISTER; RETHWISCH, 2009).

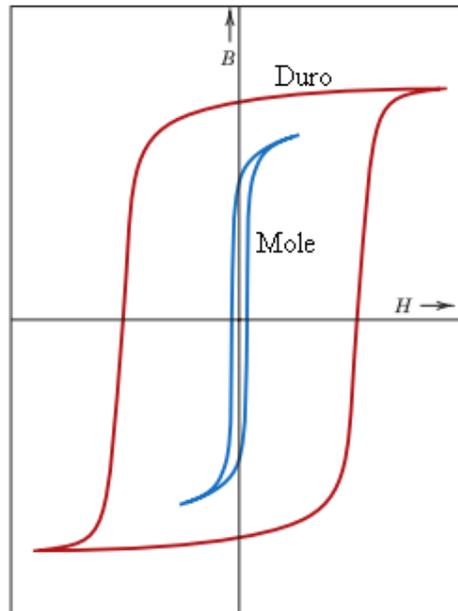


FIG. 2.3 Modelo esquemático da curva de histerese para um material magnético mole e um material magnético duro (CALLISTER; RETHWISCH, 2009).

Materiais magneticamente moles têm uma baixa coercividade, são de fácil magnetização e desmagnetização, além de apresentar intensidade de saturação alta. Por outro lado, os materiais magneticamente duros apresentam maior campo coercitivo e, com isso, maior perda energética, já que a área no interior da curva é proporcional à perda de energia magnética, em cada ciclo de histerese, na forma de calor (CALLISTER; RETHWISCH, 2009).

2.1.3 Permeabilidade Magnética

A permeabilidade magnética é utilizada para definir os materiais ferromagnéticos em relação a um campo magnético e caracteriza a capacidade do material de amplificar o campo externamente aplicado (FARIA e LIMA, 2005). LANDGRAF (2002) exemplifica essa relação: “Se um aço tem permeabilidade magnética de 5.000 quer dizer que ele amplifica 5.000 vezes o campo magnético nele aplicado”. A permeabilidade é adimensional e expressa pela EQ 2.1.

$$\mu = B/\mu_0 H$$

Onde, $\mu_0 = 4\pi * 10^{-7}$ H/m.

2.1.4 Perdas Magnéticas

Também conhecidas como perdas no ferro, as perdas magnéticas ocorrem devido aos fenômenos causados pelo fluxo magnético e pela circulação de corrente no núcleo de máquinas elétricas e são responsáveis pela diminuição de seu rendimento, o que as tornam um importante parâmetro de seleção de aços para fins elétricos (LANDGRAF, 2002; MEURER, 2005; MAFRA, 2017).

São três as parcelas que compõem a perda magnética: perdas por histerese, perdas por corrente de Foucault e as perdas por excesso.

Durante o processo de magnetização do material, a histerese, provocada pela movimentação das paredes e rotação de domínios, ocasiona perda magnética devido à energia que é dissipada na forma de calor. Essa perda energética é decorrência de rotações irreversíveis e/ou aniquilação e nucleação de domínios (BATISTELA, *et al.*, 2002). “Sob o aspecto metalúrgico, as perdas por histerese são função do volume, tamanho, distribuição das impurezas, orientação dos cristais, níveis de estresse do material e de outras características micro estruturais” (MEURER, 2005).

As perdas parasíticas, ou por corrente de Foucault, correspondem à dissipação de energia devido a correntes elétricas induzidas no material ferromagnético por um fluxo magnético em um campo de corrente alternada. A diminuição da espessura em lâminas e a adição de silício para diminuir a condutividade do material dificultam a formação dessas correntes (MEURER, 2005; MAFRA, 2017).

As perdas por excesso, ou anômala, está associada ao movimento não conservativo das paredes dos domínios magnéticos, durante o processo de magnetização. “Quanto maior o tamanho dos domínios presentes na estrutura maior é a velocidade da parede e maior será a perda anômala” (PAOLINELLI, 2008).

2.2 Transformador de Tensão

O transformador é um dos equipamentos mais importantes nos sistemas elétricos, pois é responsável pela transformação de potência elétrica para transportar e distribuir energia em níveis adequados. Baseia-se especialmente nos princípios eletromagnéticos estudados por FARADAY (1831) e LENZ (1833). É constituído por um enrolamento primário e outro secundário com núcleo comum de um material ferromagnético por onde passa um fluxo magnético variável responsável pela corrente induzida (FIG. 2.4). Esse fluxo magnético é devido à voltagem alternada aplicada ao primário (LUZ; ÁLVARES, 2005; MAFRA, 2017).

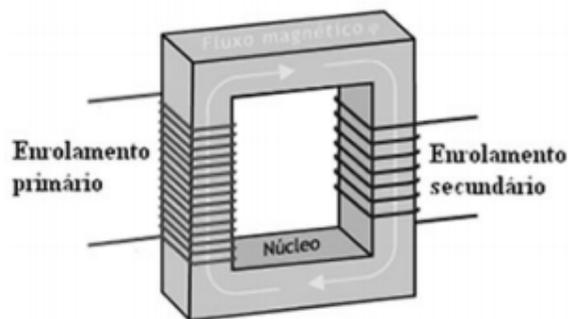


FIG. 2.4 Princípio de Funcionamento de um transformador (MAFRA, 2017).

A razão entre o número de voltas das espiras dos enrolamentos secundário e primário é proporcional à razão da voltagem de correntes que passa pelos respectivos enrolamentos (MAFRA, 2017). Essa relação, dada pela equação EQ. 2.2, define a aplicabilidade do transformador.

EQ 2.2

$$\frac{V_2}{V_1} = \frac{N_2}{N_1}$$

Se o número de espiras no secundário for maior do que no primário o transformador será usado como elevador de tensão, já que a voltagem no secundário será maior. No caso inverso,

ou seja, se o número de espiras no primário for maior, significa que a voltagem será maior no primário e, portanto, o transformador será abaixador de tensão (LUZ; ÁLVARES, 2005).

Os estudos para melhoria da qualidade dos aços elétricos de grão orientado, visando maior permeabilidade e baixa perda no ferro, objetivam a fabricação de transformadores energeticamente eficientes.

2.3 Ligas de Ferro-Silício

A adição de silício ao ferro altera a resistividade elétrica do aço e melhora suas propriedades magnéticas reduzindo as perdas por corrente de Foucault. No entanto, se adicionado mais que 3,5% em peso de Silício à composição da liga o material se torna frágil e dificulta a laminação. As ligas de Fe-Si, também conhecidas como aços elétricos ou aços siliciosos, são excelentes materiais magnéticos moles desenvolvidos para alcançar elevadas propriedades magnéticas e conseqüentemente obter eficiência energética em suas mais diversas aplicações (RUIZ, 2003; FARIA; LIMA, 2005).

Dos aços elétricos existentes, os aços GO apresentam excelentes propriedades magnéticas na direção de laminação relacionadas ao método de produção que foi desenvolvido por Norman Goss em 1934. Esse tipo de aço é usado em transformadores, reatores de potência, hidrogeradores e turbogeradores, equipamentos que necessitam de um material de fácil magnetização e desmagnetização. Por outro lado, os aços GNO não possuem orientação definida e são aplicados na fabricação de motores, compressores e geradores (LANDGRAF, 2002; APERAM, 2012).

2.3.1 O Aço Elétrico HGO

O aço elétrico de grão superiororientado (HGO, sigla de *High Permeability Grain Oriented Steel*) é uma evolução do aço GO convencional (CGO, sigla de *Conventional Grain Oriented*) que apresenta propriedades magnéticas melhoradas e é mais eficiente energeticamente. A

grande melhoria envolve mudanças nos processos produtivos que visam um bom controle da textura cristalográfica além da redução de custos de operação (ZAPAROLLI, 2017).

O aço CGO e o HGO, contendo cerca de 3% Si, apresentam um desvio da orientação ideal de Goss de 7 e 3°, respectivamente. E, a indução magnética medida a 800 A/m subiu de aproximadamente 1,82 T no CGO para mais de 1,92 T no HGO (TAGUCHI *et al.*, 1976).

A direção de fácil magnetização para um monocristal da liga Fe-Si é a [100], se tratando de um cristal cúbico de corpo centrado (CCC), e ela deve estar orientada na mesma direção de aplicação do campo magnético para minimizar perdas energéticas no núcleo dos transformadores, além de aumentar a permeabilidade magnética (CALLISTER; RETHWISCH, 2009).

GOSS (1934) patenteou um método de produção que gera a textura cristalográfica desejada aos aços siliciosos, a textura (110)[001], também chamada de textura ou orientação Goss. Na FIG. 2.5 é representada esquematicamente essa orientação, que é obtida quando quase a totalidade dos grãos tem seu plano diagonal do cubo (110) paralelo à superfície da chapa, e a direção [100] paralela à direção de laminação (LANDGRAF, 2002; SANTOS, 2005).

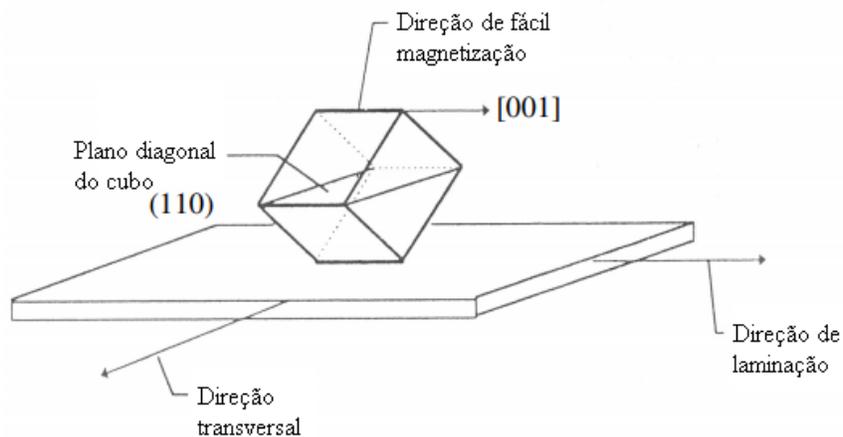


FIG. 2.5 Representação esquemática da textura de laminação (110)[001] para uma estrutura cúbica de corpo centrado (SANTOS, 2005).

Os aços HGO são produzidos de maneira a induzir uma orientação de grãos maior que os aços GO. A laminação é uma maneira de desenvolver a anisotropia em metais policristalinos por deformação plástica. E, o principal processo de desenvolvimento da textura Goss é a

recristalização secundária, que está associada ao controle do tamanho de grão de modo a favorecer a nucleação e crescimento dos grãos com textura (110)[001] (XIA, *et al.*, 2008; CALLISTER; RETHWISCH, 2009).

2.3.2 Processo de Produção do Aço Elétrico de Grão Orientado

O aço elétrico de grão orientado começou a ser produzido comercialmente na década de 30 pela Armco Steel Corporation, um ano após a descoberta feita por Goss. E, desde então, estudos vem sendo desenvolvidos para melhorar suas propriedades magnéticas e estabelecer uma tecnologia de produção mais fácil (XIA, *et al.*, 2008).

O avanço mais importante na linha de produção dos aços de grão orientado foi por volta da década de 60 em que a Nippon Steel Corporation desenvolveu um novo tipo de aço, o HI-B, que apresentou textura mais acentuada em comparação ao produzido pela Armco. Na década seguinte, a Kawasaki Steel desenvolveu o RG-H, com propriedades magnéticas similares. Ambos foram, então, chamados de HGO (TAKAHASHI; SUGA; KOBAYASHI, 1996; REIS, 2010).

As principais mudanças nos processos produtivos envolveram os inibidores e as etapas de laminação. TAKAHASHI *et al.* (1996) compararam os três métodos de produção do aço elétrico de grão orientado. No método Armco para produção do aço CGO o principal inibidor utilizado é o MnS e, a laminação a frio, feita em dois estágios com um recozimento intermediário. Já na produção do aço HI-B, a Nippon Steel adotou como inibidor principal o AlN e redução de 87% da espessura em apenas uma etapa de laminação a frio. O método Kawasaki para a produção do aço RG-H, em 1973, foi similar ao da Armco, com dois estágios de laminação a frio, porém, com redução de 65% na segunda laminação.

“No município de Timóteo (MG), a siderúrgica Aperam mantém a única unidade produtora de aço GO, e agora HGO, na América Latina e uma das 15 em atividade no mundo, que estão instaladas em 10 países” (ZAPAROLLI, 2017). O aço elétrico HGO está sendo fabricado pela Aperam desde 2017. As principais etapas de fabricação estão ilustradas no fluxograma da FIG. 2.6.

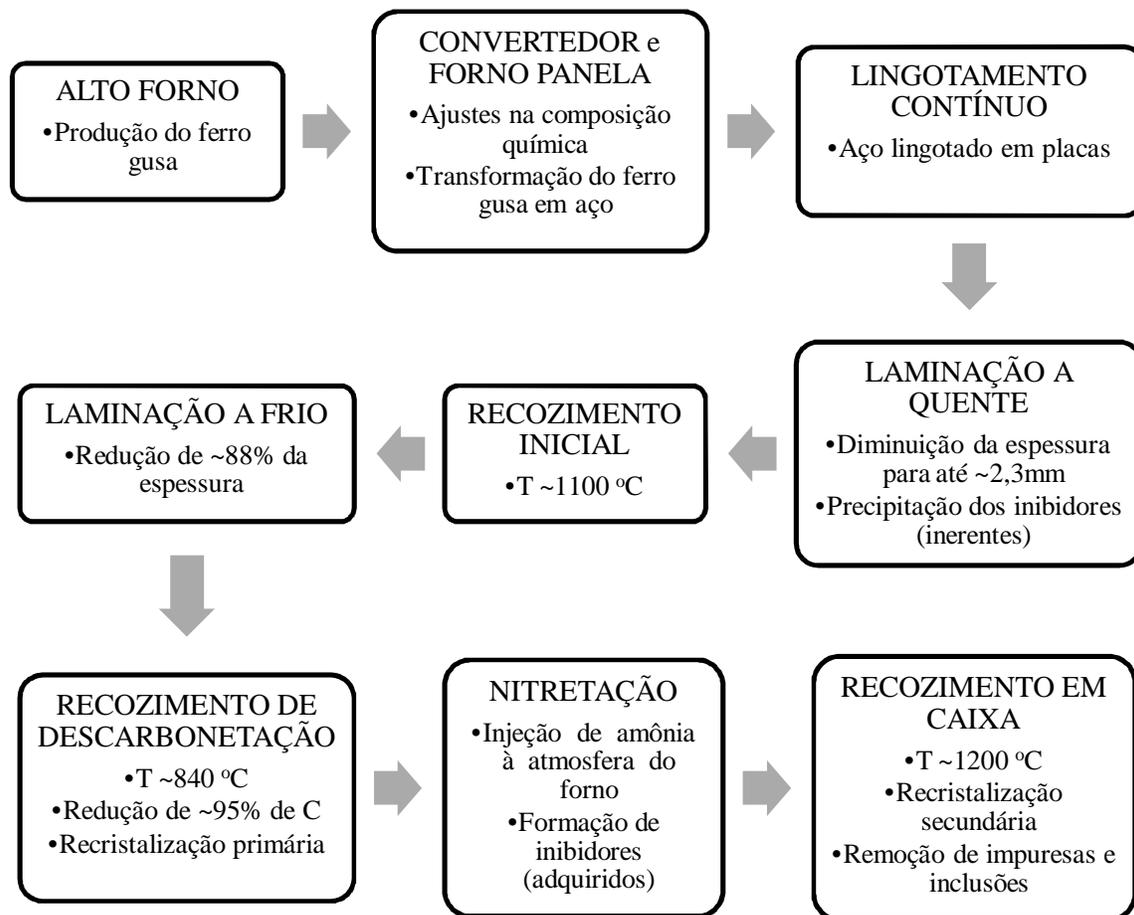


FIG. 2.6 Fluxograma ilustrando o processamento metalúrgico para obtenção do aço HGO (TOLEDO, 2007; MIRANDA, 2012).

Cada etapa deste processo é relevante para obter um aço silício de alta permeabilidade magnética, mas a principal é a etapa de recristalização secundária em que é obtida a textura Goss. Partículas de segunda fase dispersas na matriz primária inibem o crescimento normal de grãos durante o recozimento final e propiciam o crescimento anormal do tamanho de grão com textura Goss por um mecanismo que não é bem entendido (CESAR, 2012).

2.4 Crescimento Anormal dos Grãos

O crescimento anormal dos grãos ocorre durante o processo de recristalização secundária e é um fenômeno de grande importância para o estudo dos aços elétricos de grão orientado, pois permite o desenvolvimento da textura Goss.

As propriedades magnéticas desejadas, como alta permeabilidade e baixa perda, estão intimamente relacionadas com a textura Goss obtida na recristalização secundária. No entanto, diversas teorias relacionadas ao crescimento anormal dos grãos vêm sendo discutidas a fim de descrever o mecanismo de produção da orientação Goss em aços siliciosos (MORAWIEC, 2000).

Existem duas teorias de desenvolvimento de textura de recristalização muito citadas a respeito, as teorias de “nucleação seletiva” e “crescimento seletivo”.

A primeira, proposta por HILLERT (1965), assume que os grãos com orientação Goss se formam na recristalização primária, favorecidos pelo coalescimento, com tamanho acima do médio e capacidade termodinâmica dos contornos para crescerem durante a recristalização secundária (ALCÂNTARA, 2012). A segunda teoria baseia-se em dois modelos de contornos, CSL (*Coincidence Site Lattice*) e o modelo dos contornos de alta energia HE (*High Energy*). LIN *et. al.*(1996) acredita que grãos Goss com contornos CSL crescem mais rapidamente em relação aos demais pelo fato de apresentarem baixa energia e maior mobilidade.

Porém, MORAWIEC (2000) fez um levantamento das duas hipóteses e concluiu que nenhuma apresenta evidências experimentais que expliquem o fenômeno completo.

2.5 A Importância da Orientação Cristalográfica dos Aços Elétricos Siliciosos

Na estrutura do ferro, CCC, existem as direções de mais fácil magnetização, onde a saturação magnética pode ser alcançada com menor campo magnético. Na FIG. 2.7 é mostrado que as direções de mais fácil magnetização para um cristal de ferro são as do eixo cristalográfico $\langle 100 \rangle$ enquanto as direções $\langle 111 \rangle$ são as de mais difícil magnetização. Direções $\langle 110 \rangle$ são ditas de média dificuldade de magnetização (CULLITY, 1972).

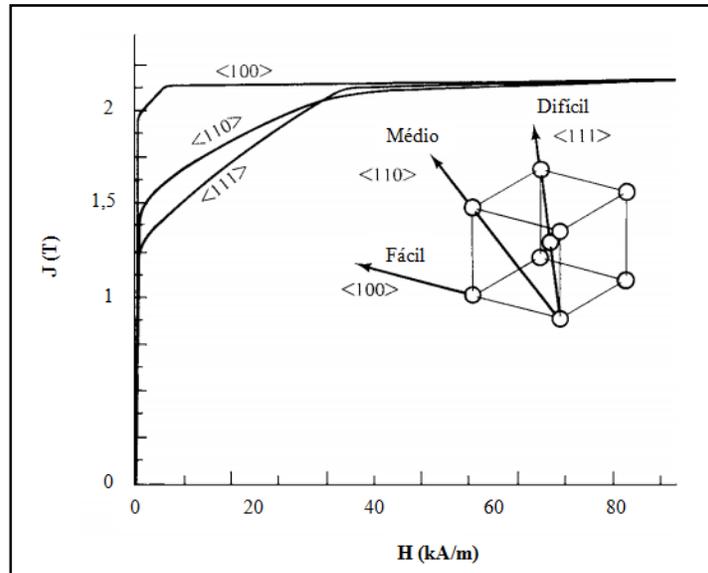


FIG. 2.7 Curvas de magnetização para os três principais eixos do monocristal de ferro (Adaptado de CULLITY, 1972).

O grande interesse para os aços siliciosos é obter a textura Cubo (100)[001]. No entanto, esta é uma textura muito difícil de alcançar industrialmente e, por isso, o método patenteado por Goss para obtenção da textura (110)[001] ainda é o mais utilizado (LITTMANN, 1967).

A textura tem forte influência no valor da perda magnética e na permeabilidade. Craik e McIntyre (1969, apud LITTMANN, 1971) estabeleceram uma correlação entre o desvio da orientação de Goss e a indução a 800 A/m (B_8) para um aço 3,15% Si (FIG. 2.8). O ângulo de desvio foi calculado em função do ângulo entre a direção [001] da chapa e a direção [011] do cristal e do ângulo entre a direção [100] do cristal no plano da chapa e a direção de laminação (LITTMANN, 1967).

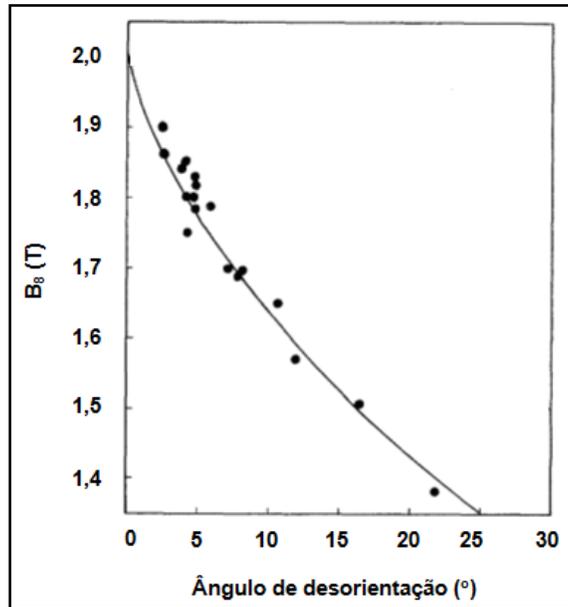


FIG. 2.8 Efeito do ângulo de desvio da orientação Goss (110)[001] no valor da indução magnética a 800 A/m. Curvas calculadas por Craik e McIntyre (Littmann, 1971).

2.6 Tamanho de Grão Primário

O tamanho de grão primário também interfere nas propriedades magnéticas dos aços siliciosos, devido à redução do espaçamento dos domínios magnéticos com a diminuição do diâmetro médio dos grãos. USHIGAMI *et al.* (1996) estudou a influência da estrutura de recristalização primária na recristalização secundária em ligas de Fe – 3% Si variando a temperatura de recozimento primário e verificou que a distribuição uniforme dos grãos de recristalização primária também é importante para o desenvolvimento da estrutura de recristalização secundária com orientação de Goss. A temperatura de recozimento pode interferir na força motriz para o crescimento anormal dos grãos primários (FIG. 2.9). E a diminuição da força motriz resulta em uma instável recristalização secundária de grãos Goss (USHIGAMI *et al.*, 1996).

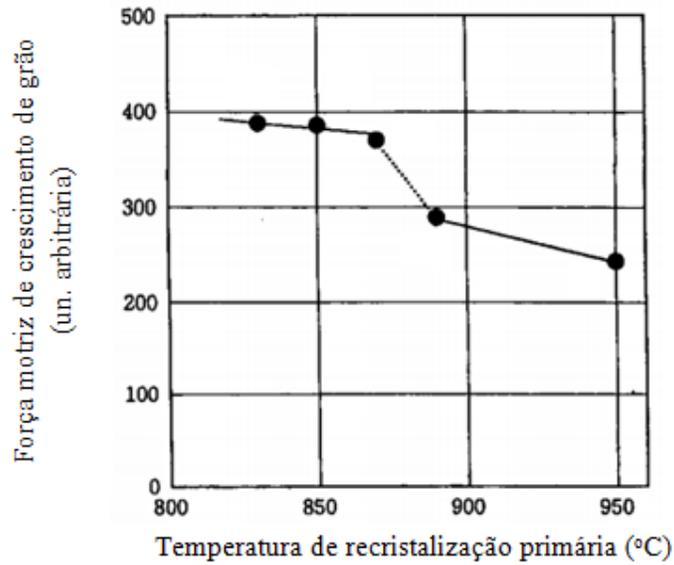


FIG. 2.9 Efeito da temperatura de recristalização primária na força motriz para crescimento de grão (USHIGAMI *et al.*, 1996).

Na FIG. 2.10 é mostrada a relação entre o tamanho médio de grão, medido após recristalização primária, em um aço 3% Si, e a indução magnética B_8 , para duas temperaturas de reaquecimento de placas, indicando um tamanho de grão ótimo, cerca de 23 μm de diâmetro médio, para se obter boas propriedades magnéticas finais (CICALÈ *et al.*, 1998).

O crescimento anormal de grão na recristalização secundária tem início próximo a superfície do aço, nos maiores grãos formados na recristalização primária com orientação próxima à orientação de Goss $\{110\}$. A nucleação desses grãos acontece onde os primeiros grãos com orientação de Goss foram formados na laminação a quente, devido a uma memória estrutural (INOKUTI *et al.*, 1983).

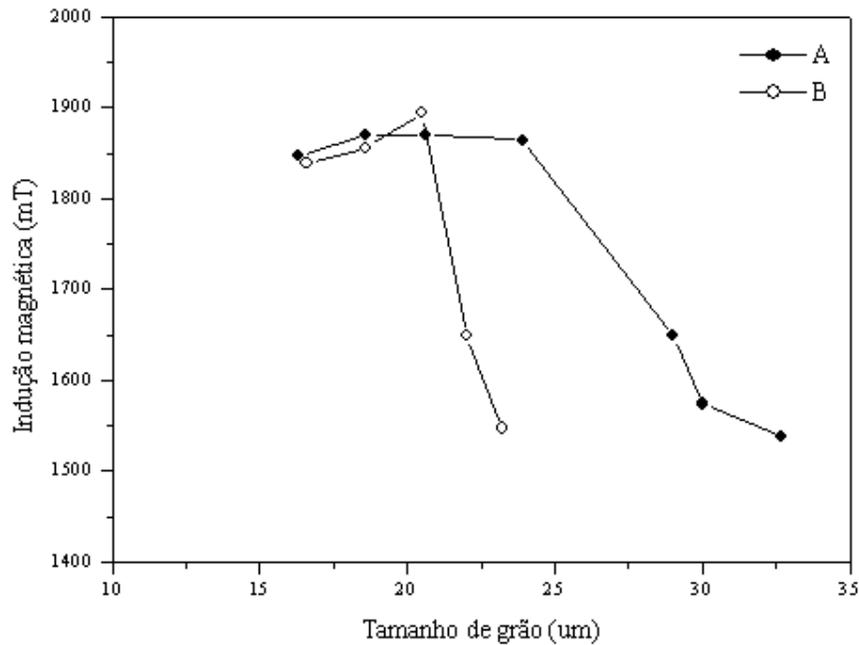


FIG. 2.10 Relação entre a indução magnética a 800 A/m e o tamanho médio de grão primário para duas temperaturas de recozimento de um aço 3% Si, (A) 1150 °C e (B) 1300 °C (Adaptado de CICALÈ *et al.*, 1998).

2.7 Precipitação de Partículas de Segunda Fase

Partículas de segunda fase são precipitadas na matriz primária do aço elétrico e desempenham um papel fundamental na inibição do crescimento normal de grãos.

A formação dos precipitados depende da temperatura na produção metalúrgica e da concentração dos elementos formadores de nitretos, carbeto ou sulfetos. O sulfeto de manganês (MnS), sulfeto de cobre (CuS) e o nitreto de alumínio (AlN) são os tipos de precipitados mais utilizados nos aços elétricos e podem exibir tamanhos variados, de 10 nm a 400 nm. Precipitados menores que 50 nm são os mais favoráveis para inibir o crescimento normal do grão, pois se fixam nos contornos e, quando atingem tamanhos de 100 nm, inicia-se a recristalização secundária (JENKINS; LINDENMO, 2008; ALCÂNTARA; BARBOSA; CUNHA, 2013; BERNIER, *et al.*, 2013).

Os precipitados se relacionam com a matriz de forma coerente, semi coerente ou incoerente (FIG. 2.11) sendo os defeitos de rede como discordâncias, contornos de grão e

falhas de empilhamento sítios de nucleação favoráveis para precipitação, pois são regiões de alta energia e diminuem a energia necessária no processo de nucleação (REIS, 2010).

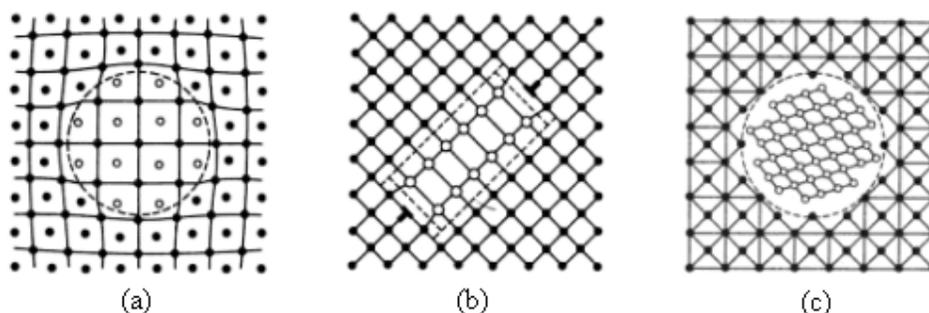


FIG. 2.11 Coerência dos precipitados na matriz: (a) coerente; (b) semi coerente; (c) incoerentes (REIS, 2010).

A difusão e consequentemente o crescimento dos grãos nucleados acontece ao mesmo tempo em que os núcleos com tamanhos menores diminuem e são consumidos na matriz através do coalescimento para minimizar a energia do sistema. A precipitação acontece em um determinado intervalo de tempo que pode variar devido a alguns fatores como temperatura, deformação, recristalização e elementos de liga (REIS, 2010; ALCÂNTARA, 2012).

2.8 Estado da Arte

Melhorias no processo de produção do aço silício de grão orientado e no mecanismo de recristalização secundária têm como principal objetivo promover a redução das perdas no núcleo dos transformadores. Alguns progressos recentes envolvem, principalmente, melhorias na orientação cristalográfica do aço Si GO.

GUO e MAO (2010) estudaram o crescimento anormal de grãos Goss em um aço GO 3% Si. As amostras foram processadas em duas etapas de laminação a frio até a espessura de 0,3 mm e o recozimento final foi interrompido a 875 °C para analisar o início do processo de recristalização secundária. Através de um Microscópio Eletrônico de Varredura com fonte de

emissão de campo (MEV-FEG) e da técnica de difração de elétrons retro-espalhados (EBSD) foram observadas partículas de segunda fase, orientação dos grãos e distribuição dos ângulos de misorientação. Como resultado, os grãos com orientação de Goss com ângulos de misorientação entre 25 e 40 graus eram em maior quantidade que os demais grãos da matriz; enquanto os contornos de grãos de baixo ângulo de misorientação (abaixo de 15°) eram em frações maiores nos grãos da matriz. Contornos de grãos com grandes ângulos de misorientação possuem maior energia interna e por isso se deslocam mais rápido durante a recristalização secundária (DUNN, 1950). Na FIG. 2.12 a imagem capturada de um MEV-FEG permite visualizar a distribuição de partículas em uma parte do grão com orientação de Goss, *Abnormal Goss Grain* (AGG), no contorno de grão e em um grão vizinho.

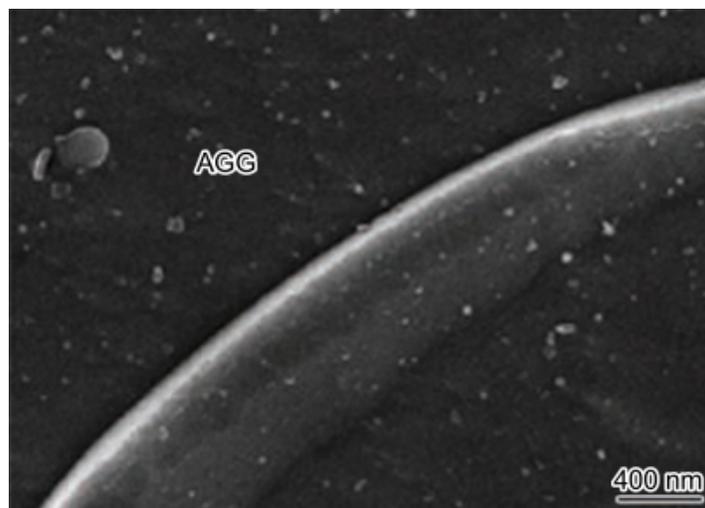


FIG. 2.12 Distribuição de partículas em grão com orientação de Goss (GUO e MAO, 2010).

Com maior densidade de partículas no interior dos grãos com orientação de Goss e maior mobilidade dos contornos durante a recristalização secundária os autores concluíram que os grãos Goss anormais crescem mais do que os outros grãos da matriz porque consomem os grãos vizinhos mais facilmente. No entanto, por não esclarecer o que causa a diferença de densidade dos precipitados nos grãos de Goss foi sugerido mais estudos nesta área.

LIAO e HOU (2010) estudaram o comportamento de recristalização secundária e das propriedades magnéticas em aço elétrico de grão orientado variando o tempo de nitretação de 0 a 240 s. O tamanho e a fração volumétrica dos nitretos precipitados nas amostras após

recozimento de recristalização primária foram observados por MEV e, o tipo do precipitado por Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET). Também foi estudado o efeito do tempo de nitretação no tamanho de grão, na textura cristalográfica e nas propriedades magnéticas. A fração volumétrica de nitretos precipitados aumentou conforme aumentava o tempo de nitretação enquanto o tamanho médio das partículas diminuiu. O tamanho de grão primário também diminuiu com o aumento do tempo de nitretação, o que pôde ser explicado pelo retardamento de crescimento de grão causado pelos precipitados. Foram identificados dois tipos de nitretos, Si_3N_4 (FIG. 2.13) e MnSiN_2 (FIG. 2.14).

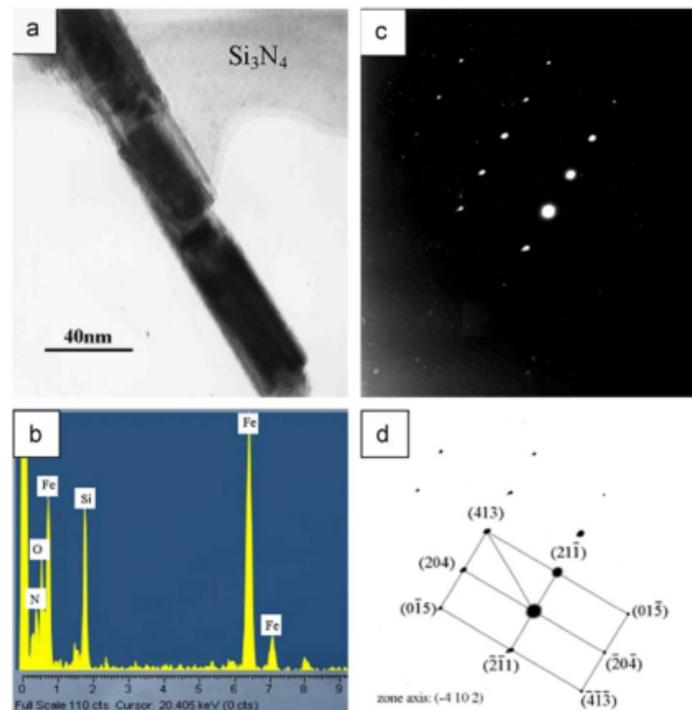


FIG. 2.13 Micrografia de MET mostrando partícula de Si_3N_4 precipitado no aço nitretado por 60 s. (a) imagem de campo claro; (b) espectro de difração de elétrons (EDS), composição química; (c) padrão de difração de elétrons; (d) análise do precipitado (LIAO e HOU, 2010).

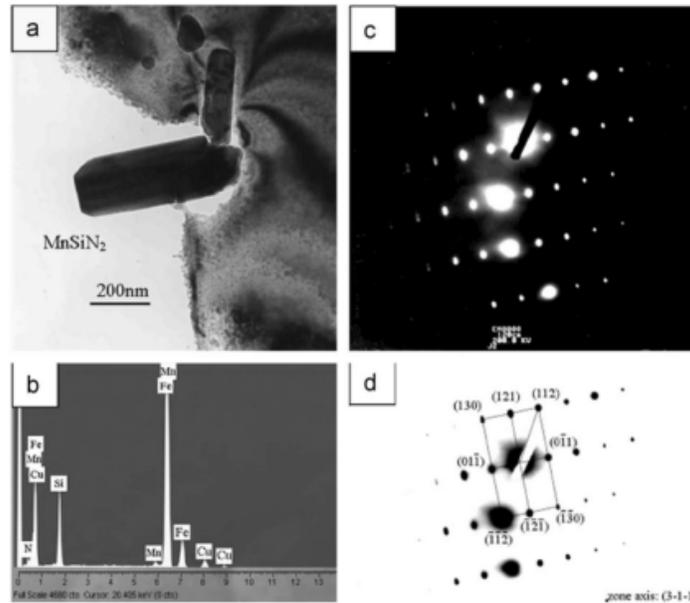


FIG. 2.14 Micrografia de MET mostrando partícula de MnSiN_2 precipitado no aço nitretado por 60 s. (a) imagem de campo claro; (b) EDS, análise de composição química; (c) padrão de difração de elétrons; (d) análise do precipitado (LIAO e HOU, 2010).

A conclusão deste trabalho foi que o tempo ótimo de nitretação para obter a melhor propriedade magnética foi de 30 s e a quantidade ótima de nitrogênio foi de 150 ppm. A amostra que foi nitretada por 30 s apresentou recristalização secundária quase completa e maior percentual de grãos com orientação de Goss.

CESAR (2012) estudou o aço silício variando a tensão de tração da tira de 7 até 25 MPa durante a etapa de descarbonetação obtendo o estiramento da tira, variou também a temperatura do forno. O material foi recozido em altas temperaturas. Em um dos seus resultados ela avaliou a dispersão de sulfetos na estrutura primária. Imagens de MET mostram o tamanho e o formato de alguns sulfetos (FIG. 2.15 e FIG. 2.16).

As micrografias apresentadas na FIG. 2.15 (a) mostra que a amostra com 0,4% de estiramento apresentou principalmente precipitados contendo Cu e S de formato arredondado ou irregular; (b) mostra precipitados maiores de Mn, S de formato alongado.

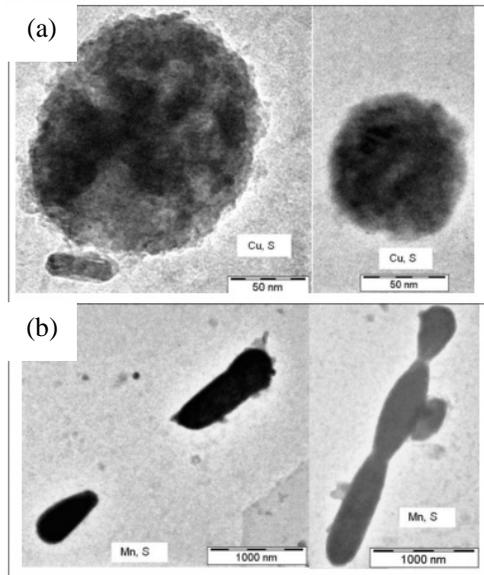


FIG. 2.15 Micrografias de MET mostrando forma e tamanho dos sulfetos na amostra com 0,4% estiramento (CESAR, 2012).

Na FIG. 2.16 são mostrados os tipos de sulfetos encontrados na amostra com 3,8% de estiramento (a) Cu,Mn,S com formato arredondado; Cu,S com formato alongado e coprecipitado Ti,C (b) Cu,S com formato alongado e Cu(Fe)S com formato arredondado.

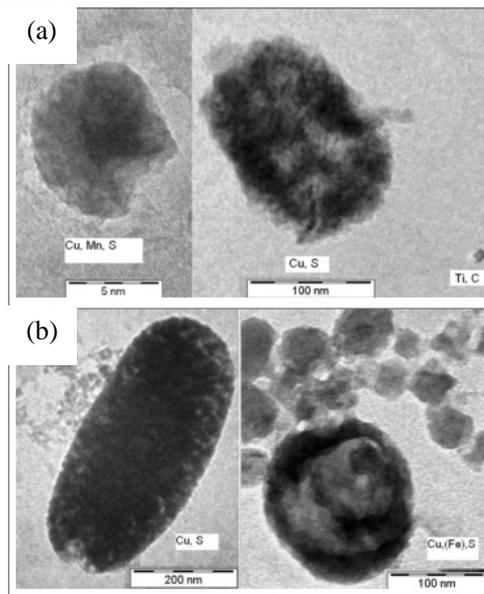


FIG. 2.16 Imagens de MET mostrando forma e tamanho dos sulfetos na amostra com 3,8% estiramento (CESAR, 2012).

Observando em um gráfico de distribuição por tamanho dos precipitados (FIG. 2.17) encontrados nessas duas amostras, é possível perceber que a amostra com 3,8% de estiramento apresentou precipitados de sulfetos mais finos que a amostra com 0,4% de estiramento. Cerca de 70% dos sulfetos apresentaram tamanhos de até 80 nm para a amostra com maior estiramento, enquanto que para a amostra com 0,4% de estiramento apenas 32% dos sulfetos tinham tamanhos até 80 nm.

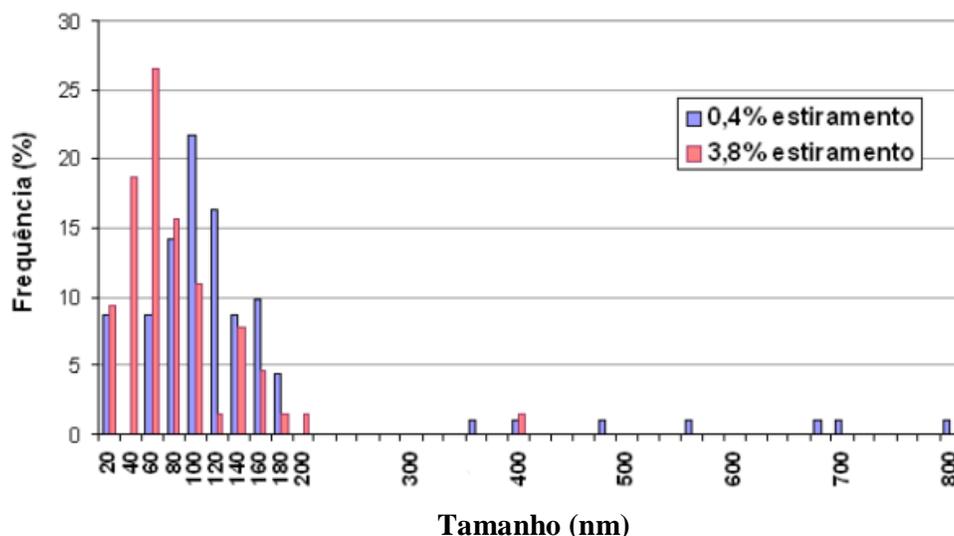


FIG. 2.17 Distribuição de tamanho dos precipitados de sulfetos das amostras com 0,4 e 3,8% de estiramento (CESAR, 2012).

A autora concluiu, com base nos seus resultados, que o recozimento de descarbonetação das tiras sob uma tensão de tração de 20-22 MPa afeta a nucleação e o crescimento dos grãos primários e que o estiramento na faixa de 4-6 % modifica favoravelmente o tamanho dos precipitados, favorecendo o crescimento anormal dos grãos.

ALCÂNTARA, *et al.* (2013), estudou a precipitação de AlN durante a laminação a quente de um aço elétrico HGO 3% Si. As amostras foram aquecidas até 1350 °C para dissolver os precipitados e resfriadas até as temperaturas de: 900 °C, 1000 °C, 1100 °C e 1200 °C, nas quais foram aplicadas duas deformações de 40%, com quatro tempos de encharque entre elas: 1 s, 10 s, 100 s e 1000 s. Foram identificados por réplica de carbono via MET precipitados do tipo sulfeto de cobre (Cu_xS) com morfologia esférica e Cu_xS+AlN com

morfologia esférica correspondente ao Cu_xS e morfologia cúbica referente ao AlN (FIG. 218). O tamanho médio de partícula foi de 50 nm.

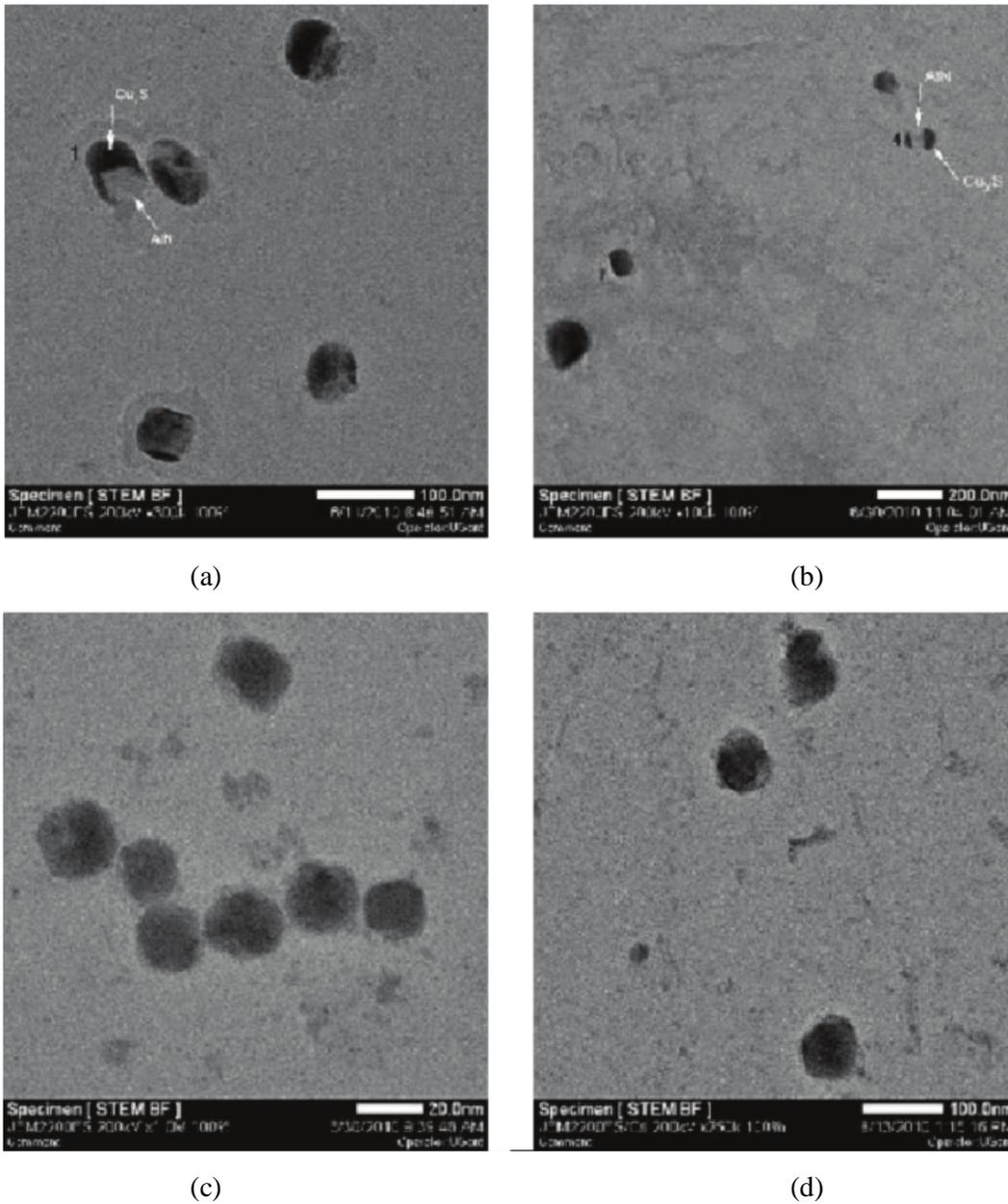


FIG. 2.18 Micrografias de réplicas de carbono via MET mostrando a precipitação de $\text{Cu}_x\text{S}+\text{AlN}$ e Cu_xS a 900°C (a), 1000°C (b), 1100°C (c) e 1200°C (d) com 1000 s entre deformações (ALCÂNTARA, *et al.*, 2013).

Difração de elétrons de área selecionada via MET mostraram que partículas de Cu_xS apresentam estrutura cristalina Hexagonal Compacta (HC) e partículas de AlN são Cúbicas de Face Centrada (CFC) (FIG. 2.19)(ALCÂNTARA, *et al.*, 2013).

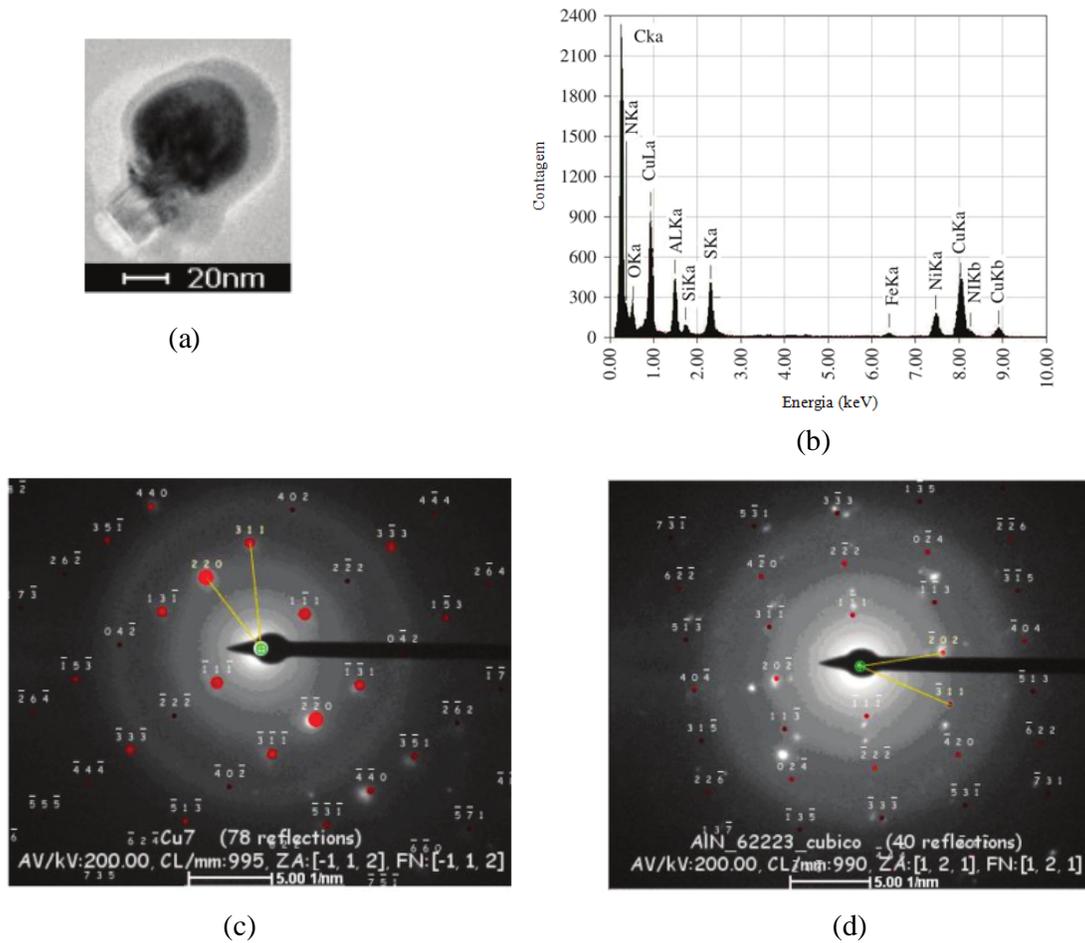


FIG. 2.19 Micrografia do precipitado $\text{Cu}_x\text{S}+\text{AlN}$ (a), espectro EDS (b) e padrão de difração (c) e (d) da amostra processada a $900\text{ }^\circ\text{C}$ (ALCÂNTARA, *et al.*, 2013).

Foi estudado por BERNIER *et al.* (2013) as características químicas e estruturais dos precipitados $(\text{Al},\text{Si},\text{Mn})\text{N}$ que agem como inibidores do crescimento de grão em aços elétricos de grão orientado. As amostras de aço GO 3% Si recozidas a $840\text{ }^\circ\text{C}$ e com 0,30 mm de espessura foram amostradas pelo método de extração de réplicas de carbono para análise no MET. Os autores encontraram em maiores quantidades precipitados de $(\text{Al},\text{Si},\text{Mn})\text{N}$ e

coprecipitados de $(\text{Cu},\text{Mn})\text{S}+(\text{Al},\text{Si})\text{N}$ em menores quantidades. Na FIG. 2.20 são apresentadas imagens de micrografias via MET dos dois tipos de precipitados encontrados.

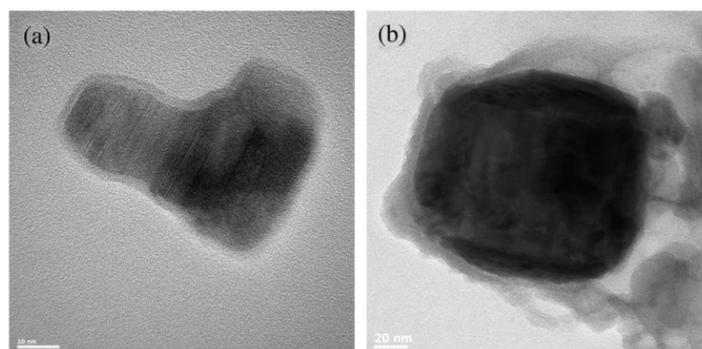


FIG. 2.20 Micrografias de réplica de carbono via MET (a) do precipitado $(\text{Al},\text{Si},\text{Mn})\text{N}$ e (b) do coprecipitado $(\text{Cu},\text{Mn})\text{S}+(\text{Al},\text{Si})\text{N}$ (BERNIER *et al.*, 2013).

Na FIG. 2.21 é mostrada micrografia obtida via microscopia eletrônica de transmissão por filtração de energia (EFTEM, do inglês *Energy-Filtered Transmission Electron Microscopy*) onde foi possível estabelecer uma relação direta entre as concentrações de Si e Mn ($\text{Si}/\text{Mn}\sim 4$) e a distribuição desses constituintes no precipitado. Nota-se que o Al diminui de intensidade no núcleo e o contrário acontece com o Si e Mn, por outro lado, a distribuição do N é uniforme ao longo do precipitado (BERNIER *et al.*, 2013).

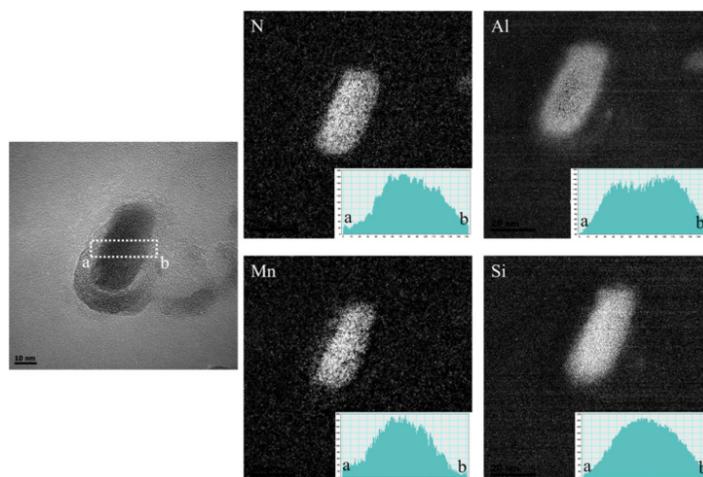


FIG. 2.21 Micrografia de réplica de carbono via MET do precipitado $(\text{Al},\text{Si},\text{Mn})\text{N}$ e imagens EFTEM de Al, Si, Mn e N. Os perfis de intensidade de a a b indicados na micrografia de MET estão inseridos nas imagens EFTEM (BERNIER *et al.*, 2013).

Geralmente, apenas precipitados menores que 50 nm são efetivamente inibidores de crescimento de grão (1995, apud Bernier *et al.*, 2013) e os resultados encontrados por BERNIER *et al.* (2013) indicaram que os precipitados (Al,Si,Mn)N são eficientes inibidores e os coprecipitados encontrados em menor quantidade com tamanhos acima de 100 nm não são capazes de inibir o crescimento de grãos durante o recozimento. “A composição química dos inibidores pode ser descrita como $(AlN)_x(SiMn_{0.25}N_yO_z)_{1-x}$, com x variando de 0 a 1” (BERNIER *et al.*, 2013).

Por último, o trabalho de LING *et al.* (2014) envolve o estudo da microestrutura, da orientação de Goss, da temperatura de início da recristalização secundária e dos contornos de grão $\Sigma 3$, $\Sigma 5$ e $\Sigma 9$ de um aço elétrico de grão orientado com 3%Si e diferentes concentrações de Al e N ($H1 < H2 < H3$) com objetivo de caracterizar a recristalização secundária. As imagens da FIG. 2.22 mostram que finos precipitados aumentam com o aumento da concentração de Al e N.

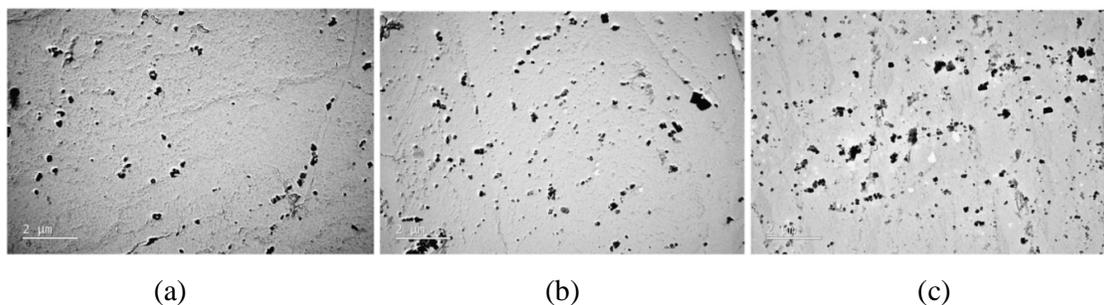


FIG. 2.22 Micrografias de MET da dispersão dos precipitados após recozimento de decarbonetação para as amostras (a) H1 (b) H2 e (c) H3 (LING *et al.*, 2014).

Na FIG. 2.23 é mostrada a macroestrutura parcial das amostras extraídas durante o processo de recozimento em altas temperaturas. Os autores encontraram as temperaturas de recristalização secundária indicando que ela inicia em 840 °C para a amostra H1, 950 °C para H2 e 1000 °C para H3 concluindo, portanto, que a temperatura de recristalização secundária sobe com o aumento da capacidade inibitória dos precipitados (LING *et al.*, 2014).

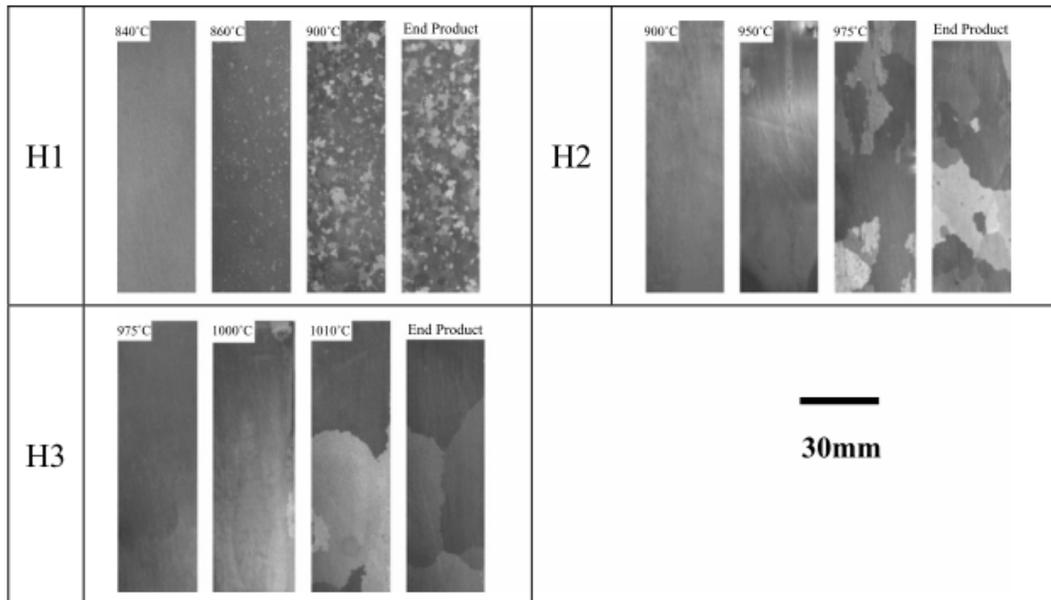


FIG. 2.23 Macroestruturas de aço elétrico de grão orientado em altas temperaturas de recozimento (LING et al., 2014).

Outras conclusões deste trabalho, por LING *et al.* (2014), foram: com o aumento de finas partículas precipitadas contendo AlN, grãos com desvio ± 5 e ± 10 de Goss aumentam conforme aumenta a temperatura de recozimento; contornos $\Sigma 3$, $\Sigma 5$ e $\Sigma 9$ diminuem com baixa concentração de AlN, o que não é favorável a recristalização secundária.

As melhorias nas propriedades magnéticas dos aços elétricos nas últimas décadas resultaram de diversos ajustes no processo produtivo do aço GO que objetivaram a redução de custos envolvendo rotas de produção mais compactas, reduzindo, por exemplo, as etapas de laminação a frio e a temperatura de reaquecimento de placas (XIA *et al.*, 2008).

2.9 Principais Técnicas de Caracterização

As principais técnicas de caracterização utilizadas neste trabalho foram: Microscopia Eletrônica de Transmissão, para análise de imagem dos precipitados; e, Difração de Raios X, para obtenção da textura cristalográfica.

2.9.1 Captação, Caracterização e Quantificação de Precipitados por MET

A técnica de microscopia eletrônica de transmissão (MET) é usada neste trabalho para estudar os precipitados no aço elétrico de grão orientado durante o processamento termomecânico de recozimento e descarbonetação sob efeito da tensão de tração.

A análise de réplicas de carbono permite uma melhor investigação da composição química dos precipitados sem qualquer interferência da matriz, usando EDS, e evita o magnetismo da matriz. A principal limitação surge das condições de difração, devido algumas partículas exibirem um contraste muito próximo do filme de carbono. Em muitos casos, réplicas permitem análises mais precisas das partículas de segunda fase (KENIKT; MAZIASZ, 1984).

O princípio da técnica de extração de réplicas se baseia no fato de que as partículas, nanométricas, estarão expostas na superfície da amostra devido ao ataque ácido e o carbono depositado irá extrair essas partículas, juntamente com inclusões, quando for removido (FIG. 2.24). Esse filme fino de carbono é recolhido por uma grade de cobre ou outra de suporte ao MET.

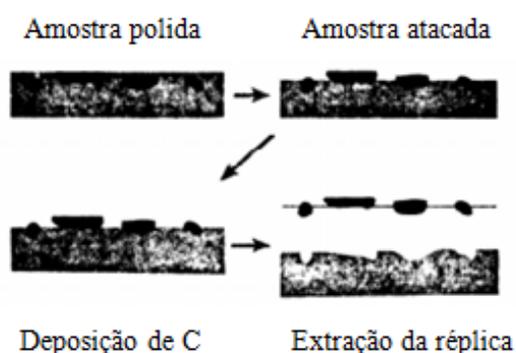


FIG. 2.24 Sequência para remoção de réplica de carbono (WILLIANS; CARTER, 1996).

As informações normalmente obtidas com esta técnica consistem no tipo de precipitados, sua geometria e tamanho, não sendo possível obter informações sobre a relação com a matriz, distribuição e fração volumétrica de precipitados. Para um estudo completo do

comportamento de precipitação através do MET faz-se necessário, também, o estudo em amostras obtidas pela técnica de área fina.

2.9.2 Difração de Raios X para Obtenção de Textura e Orientação Cristalográfica

A textura cristalográfica de um material policristalino a partir dos dados obtidos por DRX pode ser representada pela função de distribuição de orientações cristalinas FDOC. A orientação do cristal é definida através dos três ângulos de Euler, que constituem as rotações consecutivas dos eixos [100], [010] e [001] da célula unitária do cristal, de maneira a torná-los coincidentes com os eixos DL (direção de laminação), DT (direção transversal) e DN (direção normal) da amostra, respectivamente. A FDOC pode ser calculada pelas figuras de pólo diretas obtidas da difração de raios X e representada graficamente com valores fixos de ϕ para Roe e ϕ_2 para Bunge as quais podem ser interpretadas por ábacos que representam as orientações de cada sistema. Nestes ábacos os planos são representados por linhas retas e as direções por pontos sobre as linhas (VIANA; PAULA, 2001; PAOLINELLI; CUNHA, 2004).

A FDOC é uma função de natureza harmônica esférica e especifica a intensidade de uma determinada orientação cristalográfica, que pode ser definido como a densidade de cristalitos em uma mesma orientação. A FDOC permite ainda a identificação de fibras de textura e suas parcelas de intensidade ao longo das mesmas.

Para obtenção da figura de pólo, a amostra percorre uma trajetória espiral definida pelos ângulos de latitude- α e longitude- β , FIG. 2.25. O goniômetro da câmara de textura gira de 5 em 5 graus variando o ângulo α de 0° a 85° (Ψ), sendo que para cada posição do goniômetro o porta amostra também gira de 5 em 5 graus variando o ângulo β de 0° a 355° (ϕ) (CARDOSO, 2010).

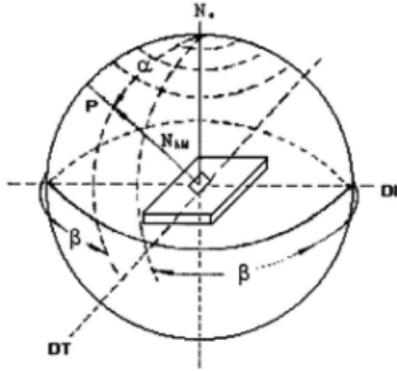


FIG. 2.25 Posicionamento e movimentos da amostra na câmara de textura do aparelho de raios X, para obtenção da figura de pólo (CARDOSO, 2010).

Nas FIG. 2.26 e 2.27 são mostradas as rotações para os sistemas de orientação de Roe e Bunge, respectivamente, que se relacionam com os índices de Muller através das matrizes de transformação.

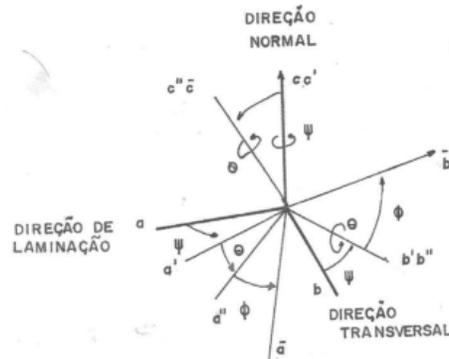


FIG. 2.26 Ângulos de Euler ψ θ e ϕ de acordo com o sistema de Roe (CARDOSO, 2010).

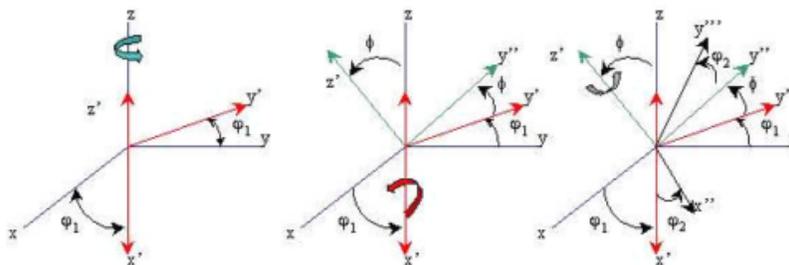


FIG. 2.27 Ângulos de Euler ϕ_1 , ϕ e ϕ_2 de acordo com a notação de Bunge (CARDOSO, 2010).

3 MATERIAL E MÉTODOS

Com base nos objetivos deste trabalho é descrito abaixo as especificações do material em estudo, a metodologia adotada para o seu desenvolvimento e os equipamentos utilizados.

3.1 Material

O material em estudo trata-se de um aço elétrico de grão orientado, denominado P989A, produzidos com baixa temperatura de reaquecimento de placa que foi fornecido pela Aperam South America. Na TAB. 3.1 é apresentado o percentual em peso dos principais elementos constituintes desse aço.

TAB. 3.1 Composição química (% em peso) do aço em estudo fornecido pela Aperam South América.

C	Mn	S	Si	Al	Cu	Ti
0,044	0,1525	0,0049	3,137	0,03	0,1908	0,0019

O material foi laminado a frio em uma única etapa de laminação com redução de 88,3 % da espessura.

3.2 Métodos

Os experimentos pertinentes a esse estudo foram realizados nas dependências do Centro de Pesquisas da Aperam South America em Timóteo/MG e as condições de processamento foram estabelecidas por CRUZ (2019).

3.2.1 Processamento

Na condição inicial as lâminas de aço GO foram cortadas em tiras nas dimensões 50 x 600 x 0,27 mm, conforme a ilustração esquemática da FIG. 3.1.

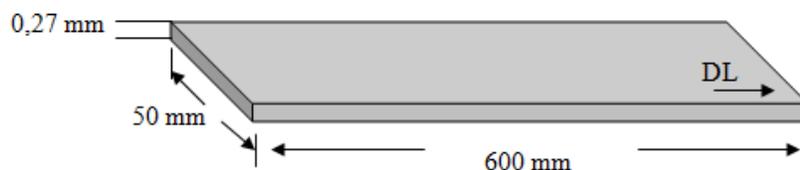


FIG. 3.1 Ilustração do corte das lâminas de aço GO a serem processadas após condição recebida.

Após o corte, as tiras foram submetidas ao processamento termomecânico de descarbonetação e nitretação. Para serem desbobinadas e rebobinadas enquanto passavam pelo forno, foram soldadas a uma tira líder recozida, com 100 mm de largura, utilizada como tira falsa para completar a largura da tira amostrada. Na FIG. 3.2 são apresentados os parâmetros do tratamento termomecânico quanto à carga do rolo puxador, em quilograma força (Kgf), durante o tratamento de descarbonetação, e o fluxo de injeção de amônia, em metros cúbicos normais de ar por hora (Nm^3/h), à atmosfera do forno durante o recozimento de nitretação.

As amostras foram identificadas pelo número de sequência do processamento, seguido da inicial do nome da autora, Marcellly. Trata-se de 11 condições que foram processadas e disponibilizadas para análise. No entanto, foi necessário priorizar os resultados extremos do teste magnético, para seleção das amostras estudadas neste trabalho.

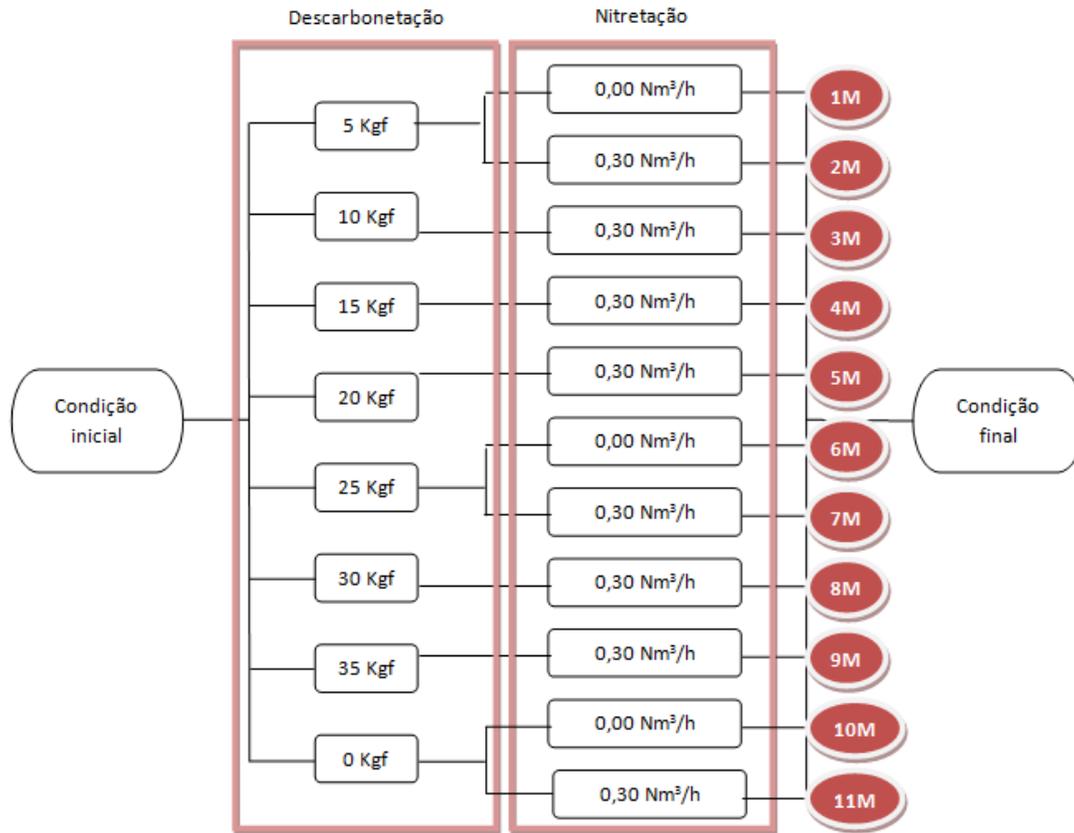


FIG. 3.2 Parâmetros do processamento de descarbonetação e nitretação.

As amostras de 1M a 9M passaram pelo tratamento de descarbonetação em forno contínuo a 860 °C, nas seguintes condições: velocidade da tira de 1,0 m/min, atmosfera controlada de 50% H₂ e ponto de orvalho de 63 °C. Em seguida, passaram pelo tratamento de nitretação em forno linha piloto a 840 °C, nas seguintes condições: velocidade da tira de 2,0 m/min, atmosfera controlada de 75% H₂ e ponto de orvalho de 5 °C. Para as amostras 10M e 11M os tratamentos de descarbonetação e nitretação ocorreram de forma subsequente em forno linha piloto a 860 °C, nas seguintes condições: velocidade da tira de 3,0 m/min, atmosfera controlada de 50% H₂ para descarbonetação e 75% H₂ para nitretação, ponto de orvalho de 63 °C para descarbonetação e 5 °C para nitretação.

Após esta etapa, as tiras foram cortadas em 320 mm de comprimento cada para dar sequência aos procedimentos de fabricação do aço elétrico GO. As amostras passaram por um revestimento de magnésia (óxido de magnésio, MgO) e recozimento final em forno caixa para posteriormente serem realizados os testes magnéticos.

Na TAB. 3.2 são apresentados os resultados obtidos por CRUZ (2019) para a concentração de nitrogênio, em ppm, nas amostras após a nitretação com um fluxo de NH₃ de 0,30 Nm³/h e após recozimento secundário em caixa.

TAB. 3.2 Composição química de nitrogênio para cada condição de estiramento após a nitretação e após recozimento secundário (Adaptado de CRUZ, 2019).

Carga (Kgf)	N ¹ (ppm)	N ² (ppm)
5	407	0
10	382	0
15	417	0,515
20	372	0,227
25	431	0,432
30	413	1,17
35	435	0,974

¹ Após a nitretação

² Após o recozimento secundário em caixa

3.2.1.1 Equipamentos

Os principais equipamentos de simulação utilizados no Centro de Pesquisas da Aperam foram o forno contínuo e a linha piloto.

O forno contínuo foi utilizado para o processo de decarbonetação e estiramento. Ele é da marca Combustol, possui comprimento útil de 2,8 m, zona 1, 2 e 3, 16 m de retorta de aço inox 310 e sistema de aquecimento por resistência elétrica, podendo chegar até a 1200 °C. A largura máxima da tira deve ser de 100 mm. O forno possui atmosfera controlada de H₂-N₂ ou H₂ e sistema de medição automática do teor de H₂ (o N₂ é por diferença), além de sistema de umidificação e controlador de ponto de orvalho Dew Master. O controle da tensão de tração na tira é feito por um rolo puxador com capacidade de carga máxima de 50 Kgf, com célula de carga e mostrador digital. A velocidade é controlada por um rolo puxador na faixa de 0 a 5 m/min.

Para a etapa de nitretação utilizou-se a linha piloto, que também faz a descarbonetação em etapas contínuas. A linha piloto possui um forno de indução, forno de descarbonetação, zona de nitretação e *brick zone*. Também da marca Combustol, possui comprimento útil de 22 m, largura máxima da tira de 120 mm, aquecimento à resistência elétrica, podendo atingir 1200 °C, atmosfera controlada de H₂-N₂, sistema de medição automática do teor de H₂ na atmosfera, sistema de umidificação e medidor de ponto de orvalho manual Dew Cup. Também possui uma zona de nitretação com injeção controlada de amônia (NH₃) e resfriamento por camisa d'água. O controle da tensão de tração na tira é feito por um rolo puxador com capacidade de carga máxima de 10 Kgf, com célula de carga e mostrador digital. A velocidade é controlada por um rolo puxador na faixa de 0 a 5 m/min.

Ainda foi utilizado o forno em caixa para a etapa de recozimento final. Ele é da marca Analógica Instrumentação e Controle. É um forno estacionário com temperatura máxima de 1200 °C e carga máxima de 10 Kg, possui retorta de aço inox 310, comprimento útil de 310 mm, atmosfera controlada de H₂-N₂ e Argônio ou independente, sistema de umidificação úmido ou seco limitado até 20-22 °C, medidor de ponto de orvalho da Combustol e o resfriamento é natural.

3.2.1.2 Estiramento

A medida do estiramento foi realizada utilizando um gabarito de pontas afiadas de 452 mm de comprimento. Antes e após a descarbonetação, as amostras foram marcadas com o gabarito e, a leitura do estiramento, feita com o auxílio de um paquímetro digital (FIG. 3.3).

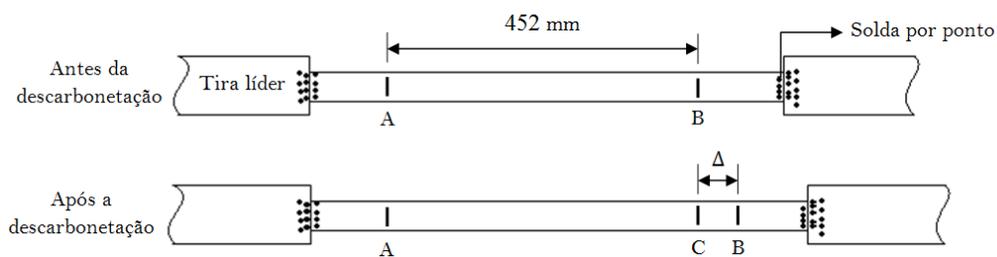


FIG. 3.3 Ilustração do método de medição do estiramento.

O estiramento foi provocado submetendo as amostras a uma tensão de tração pela aplicação de carga ao rolo puxador enquanto passavam pelo forno de recozimento e descarbonetação. A tensão corresponde à força dividida pela área da seção, $13,5 \text{ mm}^2$, sobre a qual a força é aplicada. Na TAB. 3.3 são destacadas cada uma das tensões, em MPa, equivalentes às cargas aplicadas.

TAB. 3.3 Tensão equivalente à carga aplicada durante recozimento e descarbonetação.

ID	Carga (Kgf)	Tensão (MPa)
1M	5	3,7
2M	5	3,7
3M	10	7,4
4M	15	11,1
5M	20	14,8
6M	25	18,5
7M	25	18,5
8M	30	22,2
9M	35	25,9

3.2.1.3 Amostragem

Na FIG 3.4 são apresentadas as amostras que foram fornecidas pela Aperam South America: (a) 1 amostra do material após etapa de laminação a frio, 9 amostras após recozimento e descarbonetação, que foram submetidas a diferentes condições de estiramento; (b) 2 amostras após tratamento contínuo de descarbonetação e nitreção sem estiramento; e, (c) 11 amostras após o recozimento final.

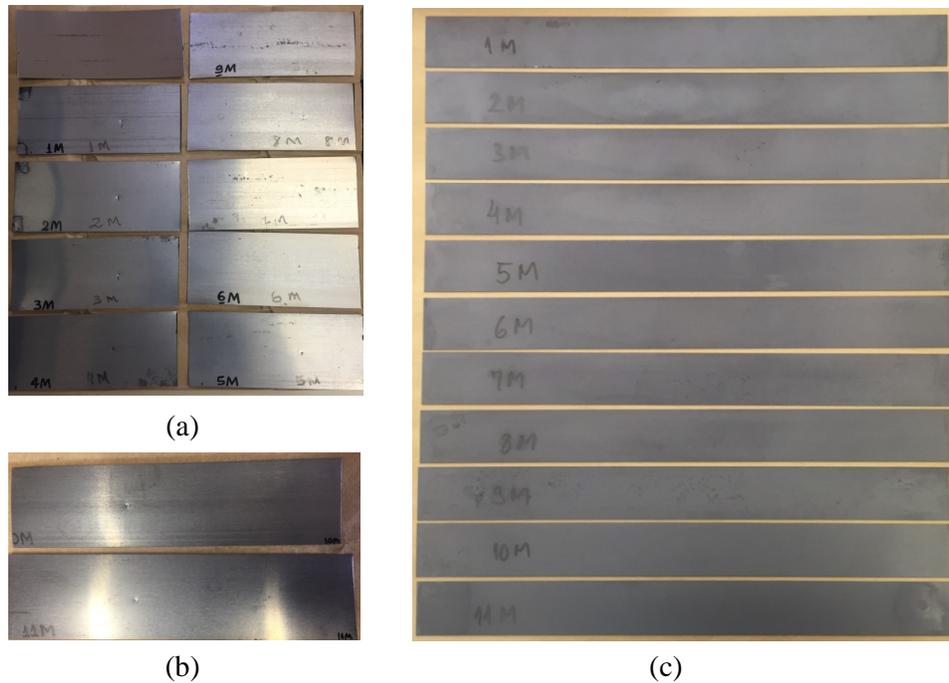


FIG. 3.4 Amostras de aço GO 3,2% Si fornecidas e processadas pela Aperam South America em Timóteo/MG.

3.2.2 Testes Magnéticos

Os testes magnéticos foram realizados no Laboratório de ensaios magnéticos do Centro de Pesquisa da Aperam através do medidor Chapa única da Brockhaus (Quadro SST 30x280), controlado por computador pelo software MPG-Expert. Os ensaios foram realizados nas tiras após recozimento em caixa e revestimento com MgO, cortadas em dimensões 305x50 mm e levadas ao forno (~840 °C; sem atmosfera controlada) para alívio de tensão. Adotaram-se os parâmetros padrão: Frequência de 50 Hz para induções de 1,5 T e 1,7 T; Frequência de 60 Hz para induções de 1,5 T e 1,7 T.

3.2.3 Microscopia Eletrônica de Transmissão

A técnica de microscopia eletrônica de transmissão (MET) é a principal técnica de análise empregada neste trabalho e foi utilizada com a finalidade de caracterizar os precipitados.

As amostras para MET foram confeccionadas por diferentes métodos de preparação: extração de réplicas de carbono, com o objetivo de identificar os precipitados e analisar o tamanho médio sem interferência da matriz; filmes finos, para identificar os sítios de precipitação. Foi utilizado porta amostra *single-title holder*.

A técnica de MET foi realizada em um microscópio eletrônico de transmissão modelo JEOL JEM-2010 HRTEM operado a 200 kV com fonte de LaB_6 e sistema de Espectroscopia por Dispersão de Energia de Raios X (EDS) do Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME (FIG. 3.5).



FIG. 3.5 MET JEOL JEM-2010, LaB_6 , IME

Foram obtidas imagens de campo claro e respectivos espectros EDS para caracterização e identificação dos precipitados. A escolha do aumento dependeu do tamanho das partículas. As condições de iluminação estão relacionadas à abertura da condensadora e *spot size*, utilizou-se a primeira abertura e *spot* de 2 – 3. Não foi utilizado abertura da objetiva para aquisição das imagens.

Para medir o tamanho médio das partículas foi utilizado um software analisador de imagens, ImageJ, a partir das imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura e de transmissão. Conforme exemplificado na FIG. 3.6, em um plano bidimensional, traçou-se duas tangentes paralelas tocando o maior lado em dois sentidos. A média entre as distâncias D_x e D_y foi considerada para o tamanho médio da partícula. Esta medida é conhecida por diâmetro de Feret (PABST; GREGOROVÁ, 2007).

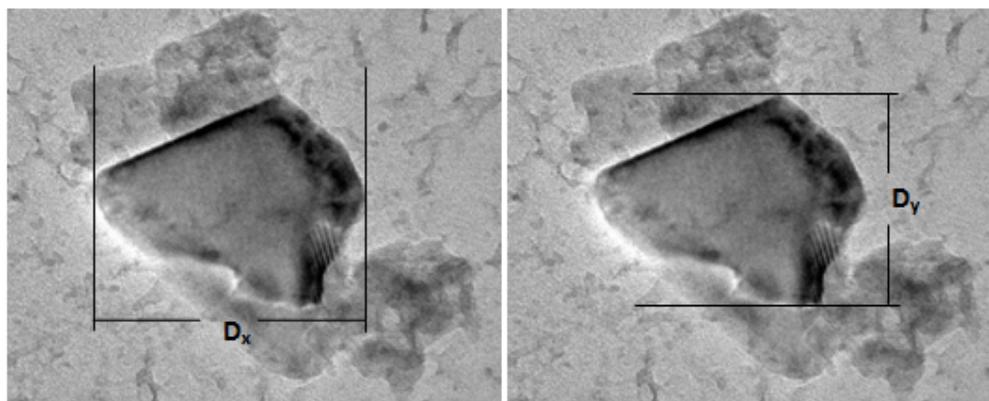


FIG. 3.6 Tamanho de partícula por diâmetro de Feret.

3.2.3.1 Réplicas de Carbono

Para a extração dos precipitados em réplicas de carbono as amostras foram cortadas no tamanho aproximado de 20 x 20 mm e coladas em um suporte de resina acrílica para serem lixadas na sequência de grana 320, 600 e 1200 mesh; em seguida, foram polidas com pasta de diamante de grana 3 e 1 μm e atacadas com solução de nital 10% por 15 segundos. Após o ataque foi feita a deposição de uma fina camada de carbono amorfo, de aproximadamente 20 nm, utilizando o depositador LEICA EM ACE600, e sua posterior remoção utilizando solução de Nital 10%. Mas, antes de mergulhar a amostra nesta solução deve-se, com o auxílio de um estilete, quadricular o carbono depositado em tamanhos 2 x 2 mm para que sejam recolhidos em uma grade de cobre de 3 mm de diâmetro. Foi utilizada a grade de Cu hexagonal 100 mesh. Na FIG. 3.7 é mostrada a sequência de preparação das amostras de réplica.

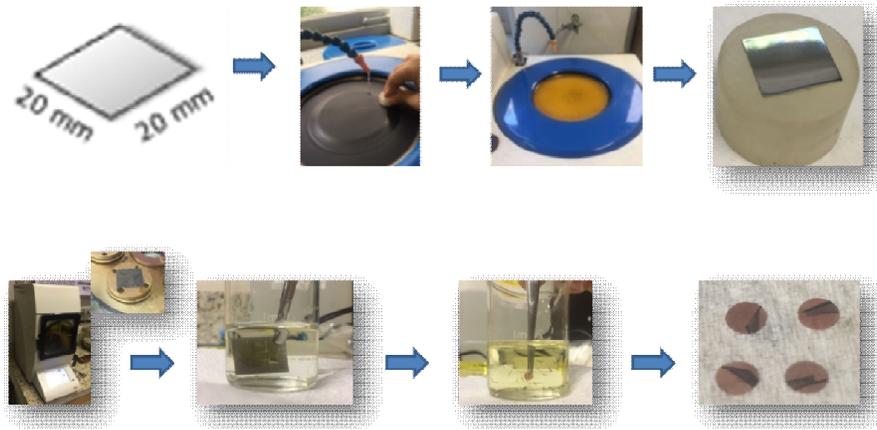


FIG. 3.7 Imagens da preparação das amostras de réplicas de carbono para MET.

3.2.3.2 Filmes Finos

Para a preparação do filme fino as amostras foram estampadas em forma de discos de 3 mm de diâmetro, lixadas na sequência de grana 240, 320, 600 e 1200 mesh até uma espessura de 60 μm e polidas com pasta de diamante de grana 3 e 1 μm . O polimento final para a obtenção da área fina foi eletrolítico utilizando o TenuPol 5, do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF). Foi utilizada como eletrólito uma solução de ácido acético 95% e 5% ácido perclórico a temperatura ambiente com tensão de 20 a 25 V, fluxo de ataque (*flow rate*) em torno de 40 por um tempo aproximado de 3 minutos. Após o polimento final, as amostras foram lavadas com metanol e guardadas em uma solução de isopropanol para evitar oxidação.

3.2.4 Microscopia Eletrônica de Varredura

A técnica de MEV foi realizada com o uso do detector de elétrons secundários (SE) em um microscópio do fabricante FEI modelo Quanta FEG 250. O equipamento está instalado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do Instituto Militar de Engenharia.

Foi utilizada com a finalidade de obter imagens da microestrutura do material e analisar a dispersão de partículas de segunda fase, assim como identificar os elementos através do espectro EDS.

Foram feitas aquisições de imagens com detector de elétrons secundários, voltagem de 10, 12 e 15 kV, *spot size* de 4,5 e 5, distância de trabalho (WD) variando de 10 a 12 mm sendo obtidas imagens também com WD de 18 e 24 mm.

A preparação metalográfica das amostras foi a mesma exposta no subitem 3.2.3.1 até o ataque com Nital 10% por 15 segundos.

3.2.5 Microscopia Óptica

Para análise de tamanho de grão da estrutura de recristalização primária foi utilizado o Microscópio óptico modelo BX53 MLFBD da marca Olympus do Laboratório de Metalografia do IME. As imagens foram feitas da superfície das amostras, que foram lixadas na sequência de grana 240, 320, 600 e 1200 mesh, polidas com pasta de diamante de grana 3 e 1 μm e atacadas com solução de Nital 5% por 10 segundos.

3.2.5.1 Tamanho de Grão

O cálculo do tamanho de grão médio seguiu o procedimento padrão E112-10 da *American Society for Testing and Materials* (ASTM, 2010). Foi utilizado o método do intercepto linear em que linhas de tamanho conhecido foram desenhadas sobre pelo menos 4 micrografias de áreas diferentes, com aumento de 100x, para cada amostra. O número de contornos interceptados pela linha (P_i) foi contado e dividido pelo comprimento real da linha para encontrar o número de contornos médio (\bar{P}_L). O tamanho de grão médio (\bar{l}) foi obtido pelas EQ 3.1 e EQ 3.2:

EQ 3.1

$$\bar{P}_L = \frac{P_i}{L/M}$$

$$\bar{l} = \frac{1}{\bar{P}_L}$$

O erro das medidas foi calculado considerando uma distribuição de Student com intervalo de confiança de 95%.

3.2.6 Ensaio Macrográfico

O tamanho de grão final foi obtido através da macrografia observando a estrutura completamente recristalizada. As amostras foram decapadas em uma solução de ácido clorídrico (HCl) 20% a 60 °C por 10 minutos e lavadas com água e sabão. Após secar, foram envernizadas com spray *Acrifix* brilhante. Na FIG. 3.8 é mostrado o procedimento de decapagem a quente.

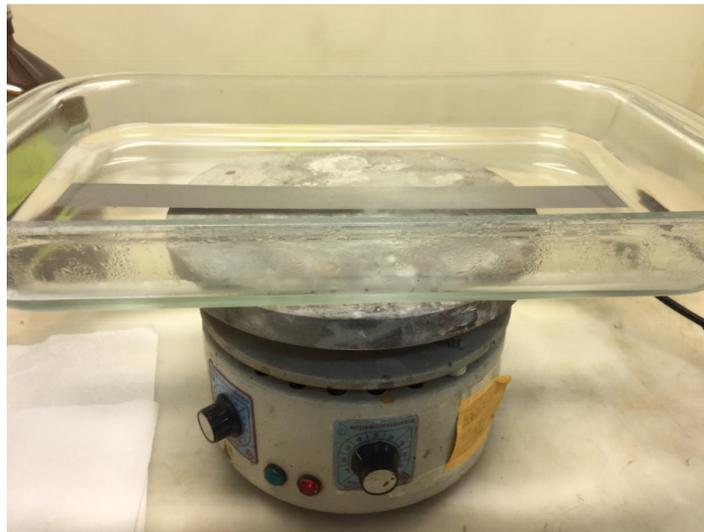


FIG. 3.8 Processo de decapagem a quente em solução de HCl para revelar macroestrutura de recristalização secundária.

3.2.7 Difração de Raios X

O ensaio de textura foi realizado em um difratômetro de raios X modelo X'PERT PRO MRD da PANalytical. A geometria utilizada para coleta dos dados foi foco ponto, com anodo de cobalto ($\lambda = 1,79 \text{ \AA}$) e filtro de ferro. A voltagem e a corrente utilizadas para emissão de raios X foram, respectivamente, 40 kV e 45 mA. Fenda colimadora com altura e largura de 2 mm e a amostra inserida de modo que a direção de laminação esteja perpendicular ao feixe.

Para textura de recristalização primária foram medidas três figuras de polo, $\{110\}$, $\{200\}$ e $\{211\}$. Para calcular as FDOC's foi utilizado o software PopLA, usando-se o pacote de ajuste por harmônicos esféricos. As FDOC's foram representadas em seções no espaço de Euler para $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$, segundo notação de Bunge (FIG. 3.9).

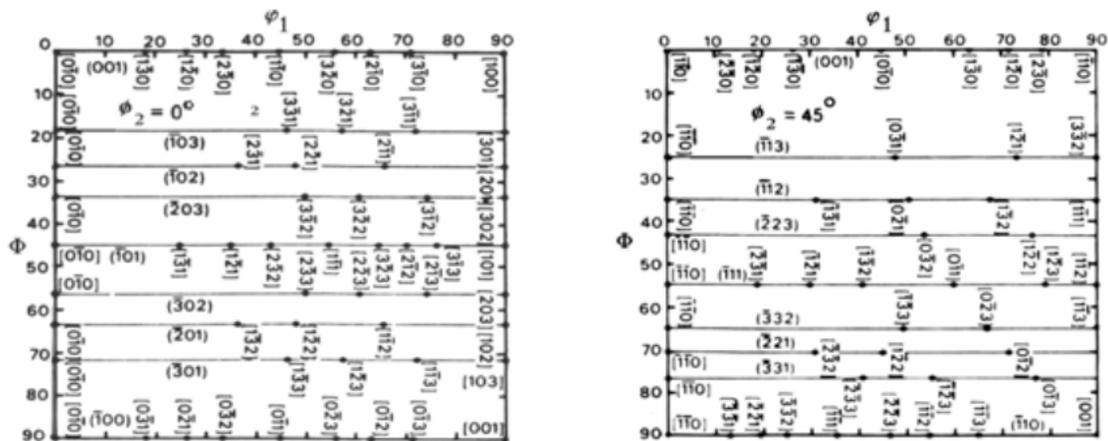


FIG. 3.9 Ábacos de $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$ para interpretar as FDOC's em termos de ângulos de Euler e índices $(hkl)[uvw]$ (BUNGE, 1987).

A seção de $\phi_2 = 45^\circ$ concentra as principais orientações para o sistema cúbico obtendo-se uma boa visualização da textura de qualquer aço. Para os aços elétricos também é conveniente utilizar o ábaco de $\phi_2 = 0^\circ$, pois contém a fibra η referente à direção $[100]/DL$. Para os materiais CCC, a textura de deformação a frio geralmente é composta por duas fibras parciais: a fibra DL $\{hkl\}\langle 110 \rangle$ e a fibra DN $\{111\}\langle uvw \rangle$. A fibra DL ou fibra α é formada pelas orientações do tipo $(hkl)[110]$, ou seja, têm a direção $[110]$ paralela à direção DL. A fibra DN ou fibra γ contém as orientações $(111)[uvw]$, aquelas com o plano (111) paralelo ao plano da

chapa, o que origina a nomenclatura das mesmas (CARDOSO, 2010; VIANA; PAULA, 2001).

As amostras foram preparadas por lixamento numa sequência de grana 320 e 600 mesh, atacadas com solução de peróxido de hidrogênio (H₂O₂) 95 % e ácido fluorídrico (HF) à temperatura ambiente por 1 a 2 min.

Para análise da orientação dos grãos de recristalização secundária considerou-se cada grão como sendo um monocristal, uma vez que os grãos são demasiadamente crescidos (FIG. 3.10). Foram geradas as figuras de pólo {110} de cada grão da amostra recristalizada a fim de identificar os ângulos de desvio do plano {110} e encontrar um ângulo de desvio médio levando em consideração a área representada por cada grão (EQ 3.3). A geometria do DRX foi a mesma e as figuras de polo foram geradas pelo programa X'Pert Texture da PANalytical. Na FIG. 3.11 é mostrada a amostra inserida no porta amostra do DRX do IME para obtenção dos dados de textura.

EQ 3.3

$$DESVMED. = \frac{A_1\Psi_1 + A_2\Psi_2 + \dots + A_x\Psi_x}{A_t}$$

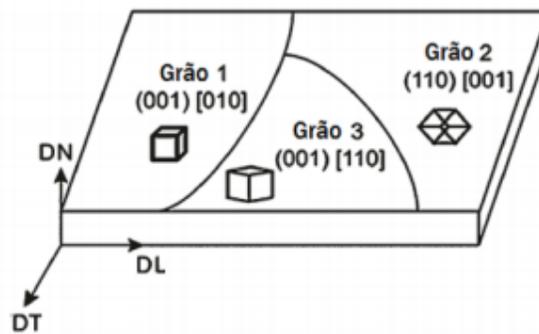


FIG. 3.10 Representação esquemática da orientação de grãos macro.



FIG. 3.11 Amostra inserida no DRX X'PERT PRO MRD, PANalytical do IME para análise da orientação dos grãos em estrutura secundária do aço Si GO.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Estiramento

Na TAB. 4.1 são mostrados os resultados de estiramento obtidos em amostras de aço 3% Si processadas no recozimento e descarbonetação com variação da força do rolo puxador a 860 °C. Na FIG. 4.1 é apresentado o efeito da tensão de tração no estiramento das amostras.

A resposta de estiramento obtida com o forno a 860 °C e variação de 4 para 25 MPa foi por volta de 0 a 13%, sugerindo um patamar de deformação plástica nesta faixa. As amostras 10M e 11M não foram submetidas à tração do rolo puxador e variou apenas quanto à injeção de amônia na atmosfera do forno durante a nitretação, o que não resulta em estiramento. As amostras 1M e 2M e as amostras 6M e 7M foram submetidas às mesmas cargas de tração, 5 Kgf e 25 Kgf, respectivamente, apresentando valores similares de estiramento.

TAB. 4.1 Parâmetros de recozimento e descarbonetação com consequente estiramento.

ID	Carga (Kgf)	Tensão de Tração (MPa)	Estiramento (%)
1M	5,0	3,7	0,0
2M	5,0	3,7	0,0
3M	10,0	7,4	0,2
4M	15,0	11,1	0,3
5M	20,0	14,8	0,8
6M	25,0	18,5	2,0
7M	25,0	18,5	2,0
8M	30,0	22,2	5,0
9M	35,0	25,9	13,2
10M	0,0	0,0	0,0
11M	0,0	0,0	0,0

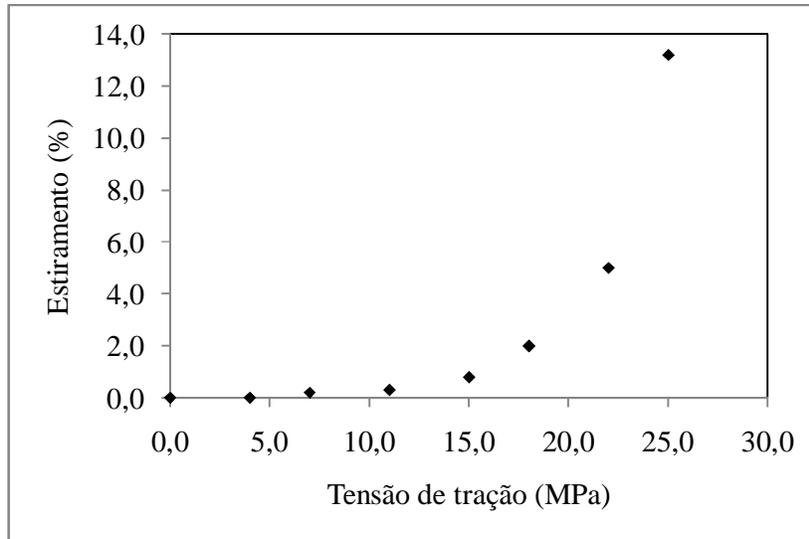


FIG. 4.1 Efeito da tensão de tração no estiramento de amostras de aço 3,2% Si.

O estiramento provocou uma redução da largura e principalmente da espessura das amostras, que apresentavam largura inicial de 50 mm e espessura inicial de 0,27 mm. Na FIG. 4.2 é mostrado o efeito do estiramento na largura e, na FIG. 4.3 na espessura das amostras que foram submetidas à tração.

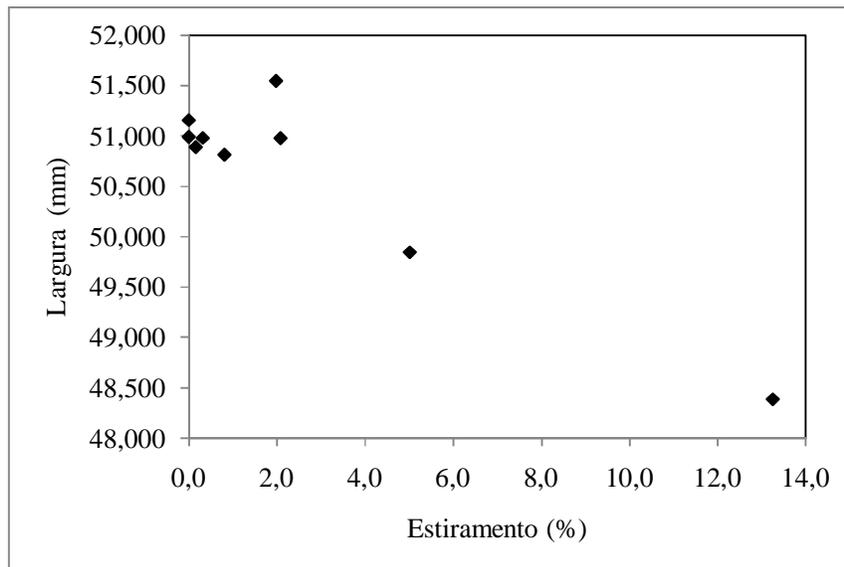


FIG. 4.2 Efeito do estiramento na largura das amostras de aço 3,2% Si.

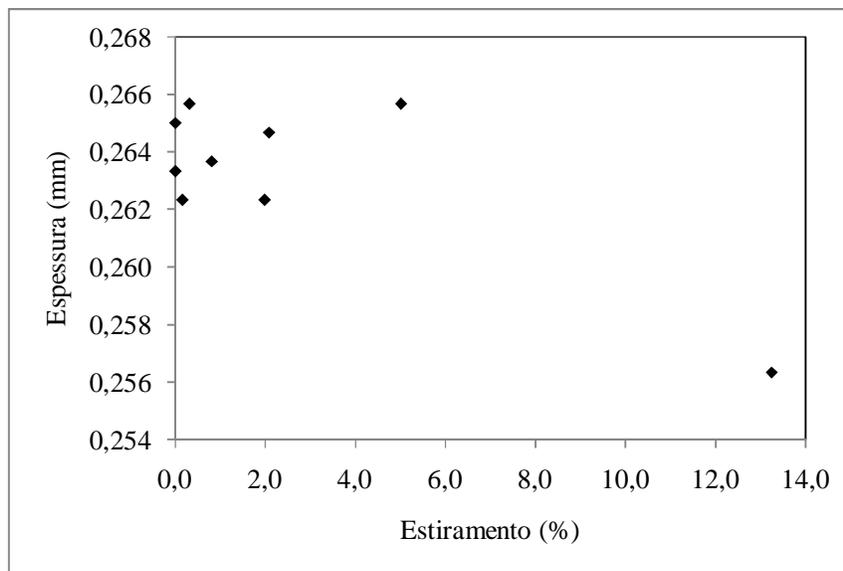


FIG. 4.3 Efeito do estiramento na espessura das amostras de aço 3,2% Si.

4.2 Propriedades Magnéticas

As propriedades magnéticas foram avaliadas em termos da perda magnética medida nas condições 1,5 T/50 Hz, 1,7 T/50 Hz, 1,5 T/60 Hz e 1,7 T/60 Hz e da indução magnética a 800 A/m/60 Hz nas amostras de aço 3,2% Si após recozimento final. Na TAB. 4.2 são apresentados os resultados das propriedades magnéticas obtidos para as amostras que não foram nitretadas. E, na TAB. 4.3 são apresentados os resultados obtidos para as amostras que foram nitretadas com injeção de 0,30 Nm³/h de NH₃.

TAB. 4.2 Resultado do ensaio magnético por chapa única para as amostras que não receberam tratamento de nitretação (APERAM).

ID	P _{15/50}	P _{17/50}	P _{15/60}	P _{17/60}	B ₈
	(W/Kg)	(W/Kg)	(W/Kg)	(W/Kg)	T
1M	0,903	1,347	1,187	1,733	1,824
6M	0,836	1,252	1,092	1,608	1,858
10M	1,223	2,066	1,566	2,621	1,653

Observa-se que a amostra sem tratamento de nitretação que obteve melhor resultado magnético foi a 6M, menor perda e maior indução. A amostra 6M obteve estiramento de 2% enquanto as outras duas amostras em comparação não sofreram estiramento. Neste caso, o estiramento de 2% da tira de aço GO durante a descarbonetação e sem nitretação se mostrou eficaz para a obtenção das propriedades magnéticas desejadas.

TAB. 4.3 Resultado do ensaio magnético por chapa única para as amostras que foram nitretadas com 0,30 Nm³/h de NH₃ (APERAM).

ID	P _{15/50}	P _{17/50}	P _{15/60}	P _{17/60}	B ₈
	(W/Kg)	(W/Kg)	(W/Kg)	(W/Kg)	T
2M	0,716	0,975	0,943	1,263	1,899
3M	0,871	1,255	1,145	1,613	1,861
4M	0,983	1,438	1,269	1,822	1,810
5M	0,901	1,254	1,177	1,614	1,852
7M	0,722	1,010	0,966	1,301	1,916
8M	0,768	1,093	1,002	1,394	1,850
9M	1,651	2,479	2,094	3,087	1,610
11M	0,722	0,977	0,959	1,297	1,910

Para as amostras que foram nitretadas com 0,30 Nm³/h de amônia, os resultados das propriedades magnéticas não seguiram uma tendência linear em função do estiramento, como é mostrado na FIG. 4.4. No entanto, é possível que as conseqüências do estiramento na amostra 9M possam estar relacionadas com as péssimas propriedades magnéticas, uma vez que a variação de tração de 22 para 26 MPa provocou o aumento abrupto de aproximadamente 164% no estiramento da tira.

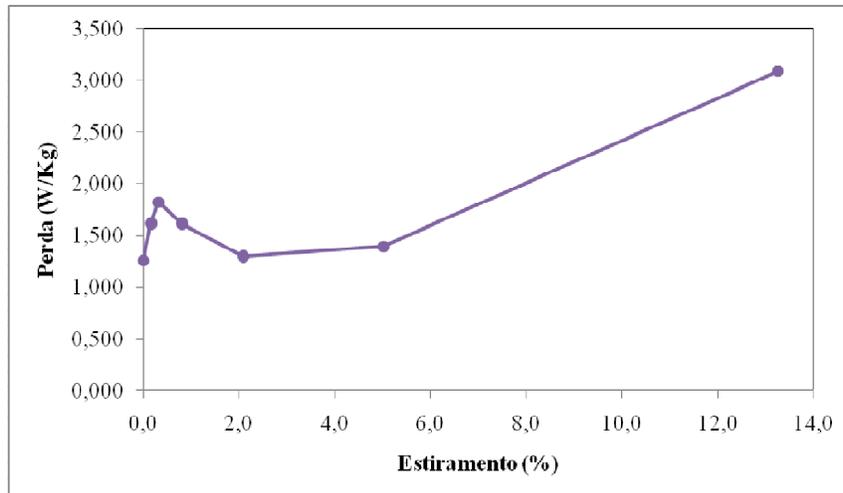


FIG. 4.4 Variação da perda magnética a 1,7 T/60 Hz em função do estiramento para as amostras nitretadas com 0,30 Nm³/h de NH₃.

Na FIG. 4.5 é mostrado o efeito do estiramento na indução magnética a 800 A/m (B_8). Nota-se que a indução magnética diminuiu com o estiramento até cerca de 0,3%, subiu até 2,0% e diminuiu até 13,2%, onde atingiu o pior resultado, indução de 1,61 T. Os melhores resultados foram alcançados em 0,0% e 2,0% de estiramento, com indução de 1,899 T e de 1,916 T, respectivamente.

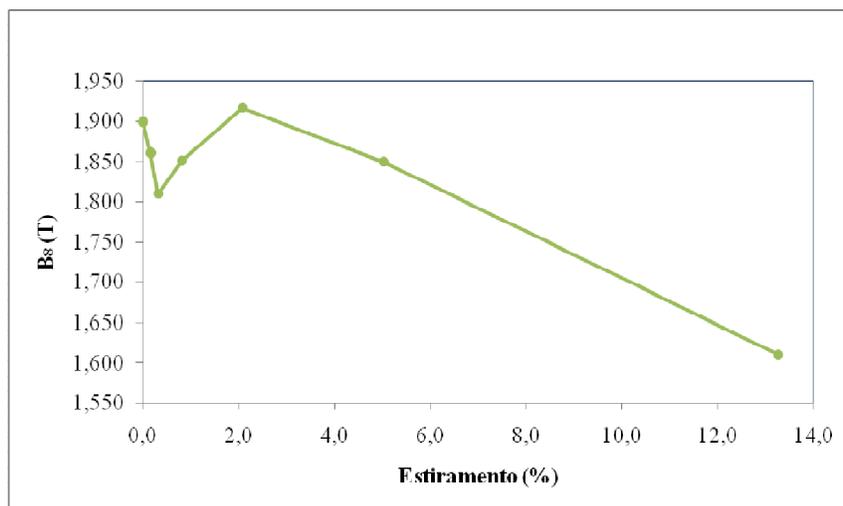


FIG. 4.5 Efeito do estiramento na indução magnética a 800 A/m (B_8).

Nota-se, portanto, que o resultado do teste magnético foi satisfatório para até aproximadamente 6% de estiramento durante a descarbonetação em aço elétrico GO produzido com baixa temperatura de reaquecimento de placa, alcançando induções acima de 1,8 T. No entanto, para 13,6% de estiramento observa-se uma grande perda das propriedades magnéticas indicando que o excesso de estiramento pode ser prejudicial ao aço elétrico de grão orientado.

Na FIG. 4.6 são mostradas as curvas de histerese para as amostras que apresentaram melhores e piores propriedades magnéticas, 2M e 9M, respectivamente, apresentando de forma comparativa o comportamento histerético em relação ao estiramento. A área interna dessa curva representa a energia dissipada por ciclo, em J/m^3 . Conforme se reduz a frequência, a energia dissipada diminui, causando o estreitamento da curva. A curva de histerese indica que existe uma histerese e a energia é dissipada no processo, chamada parcela histerética das perdas magnéticas (LANDGRAF, 2002).

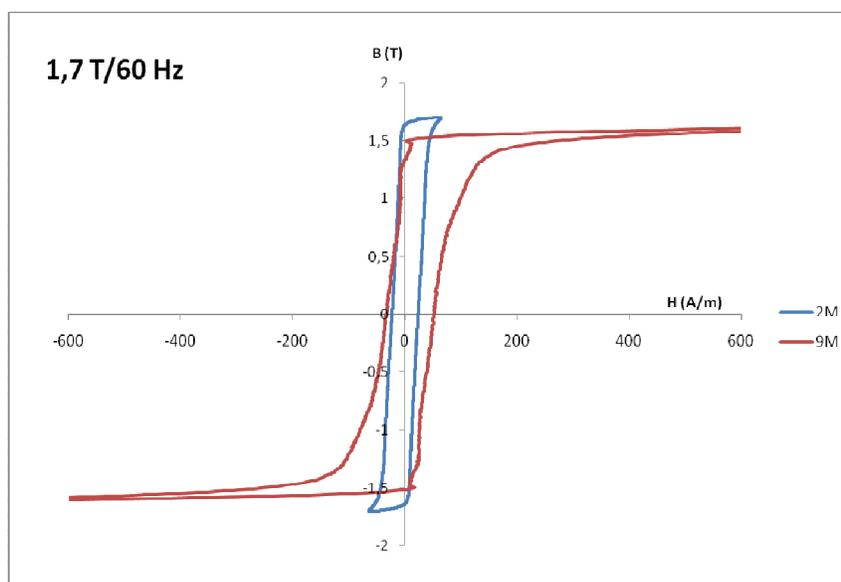


FIG. 4.6 Comparação das curvas de histerese medidas com frequência de 60 Hz e campo magnético de 1,7 T para as amostras 2M e 9M.

Para as próximas análises feitas neste estudo houve a necessidade de reduzir a quantidade de condições amostradas, adotando como critério de seleção as situações extremas do resultado obtido pelo teste magnético. Neste caso, a amostra 2M apresentou melhores propriedades magnéticas, enquanto a amostra 9M apresentou os piores resultados. No entanto,

as amostras 6M, 7M, 10M e 11M também apresentaram valores magnéticos relevantes para pesquisa e seria interessante considerá-las neste estudo, sendo adotado por ordem de prioridade. No entanto, não foram analisadas por necessidade de conclusão do mestrado dentro do prazo. Considera-se prosseguir com o estudo.

4.3 Análise Via Microscopia Eletrônica de Transmissão

Foram selecionadas as amostras 2M, com 0,0 % e 9M, com 13,2 % de estiramento para análise dos precipitados via microscopia eletrônica de transmissão (MET) em amostras preparadas por réplicas de carbono e filme fino. Também foi analisada a amostra laminada a frio, com o objetivo de comparar os resultados antes e após os tratamentos de descarbonetação e nitretação.

Os precipitados encontrados nas amostras foram classificados como:

- Cu_xS : quando na análise via EDS apresentavam os elementos cobre e enxofre;
- $\text{Cu}_x\text{S}+\text{AlN}$: quando na análise via EDS apresentavam os elementos cobre, enxofre, alumínio e nitrogênio;
- MnS : quando na análise via EDS apresentavam os elementos manganês e enxofre;
- $(\text{Cu},\text{Mn})\text{S}$: quando na análise via EDS apresentavam os elementos cobre, manganês e enxofre;
- $(\text{Cu},\text{Mn})\text{S}+\text{AlN}$: quando na análise via EDS apresentavam os elementos cobre, manganês, enxofre, alumínio e nitrogênio;
- Cu : quando na análise via EDS apresentava somente o elemento cobre;
- Coprecipitados: quando na análise via EDS apareciam os elementos citados acima e o titânio.

Os precipitados foram identificados por EDS e de acordo com a morfologia levando em consideração os precipitados já abordados na literatura.

4.3.1 Resultado Via Réplica da Amostra Laminada a Frio

Na FIG. 4.7 são mostradas micrografias de réplica da amostra na condição inicial, após a etapa de laminação a frio, analisadas no MET. Observa-se a presença de partículas arredondadas que sugerem uma morfologia esférica e partículas alongadas que sugerem uma morfologia cúbica. A partícula com morfologia esférica foi identificada como (c) precipitado AlN e tamanho médio de 105 nm; as partículas com morfologia cúbica foram identificadas como precipitados $\text{Cu}_x\text{S}+\text{AlN}$ com tamanho de (a) 162 e (b) 187 nm; também foi identificado (d) coprecipitado contendo Cu,Al,Ti com tamanho de 76 nm. Takashima *et al.*, 1975 apud SAKAI *et al.* (1979) mostrou que após a laminação a frio com redução de 80% da espessura, aços HGO contém fortes inibidores. ALCÂNTARA (2012) apresentou micrografias identificando partículas de $\text{Cu}_x\text{S}+\text{AlN}$ com morfologia cúbica e afirmou que partículas de Cu_xS se precipitam em cima do AlN provocando um ligeiro aumento no tamanho médio da partícula.

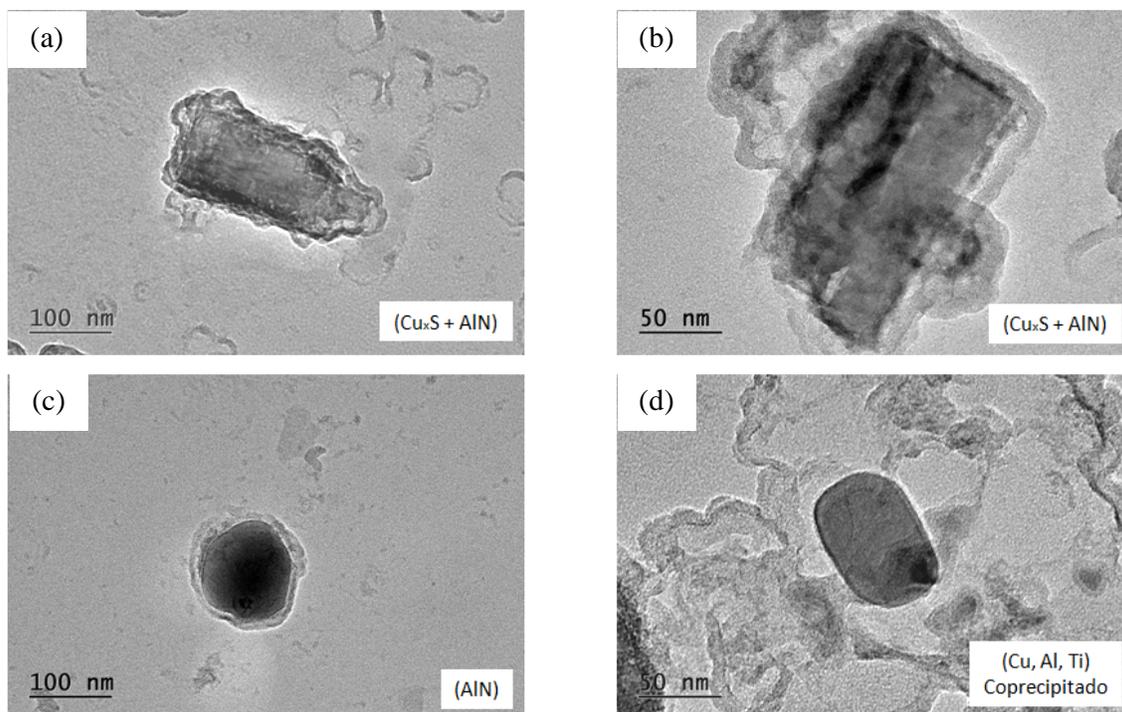


FIG. 4.7 Imagens de réplica de carbono dos precipitados na amostra laminada a frio, observadas por MET. Foram identificados $\text{Cu}_x\text{S}+\text{AlN}$ com tamanho médio de (a) 162 e (b) 187 nm; (c) AlN de 105 nm; e (d) coprecipitado com tamanho de 76 nm.

Na Figura 4.8 são mostrados os espectros de EDS correspondentes aos precipitados de (a) $\text{Cu}_x\text{S}+\text{AlN}$, (b) coprecipitado (Cu,Al,Ti) e (c) AlN. Os picos evidentes de Cu e C são provenientes da preparação das amostras, grade de Cu e filme de C, respectivamente. Em alguns espectros o pico de N não ficou evidente, mas pode-se deduzir pela presença do Al. Os picos de Ca podem ser provenientes de contaminação.

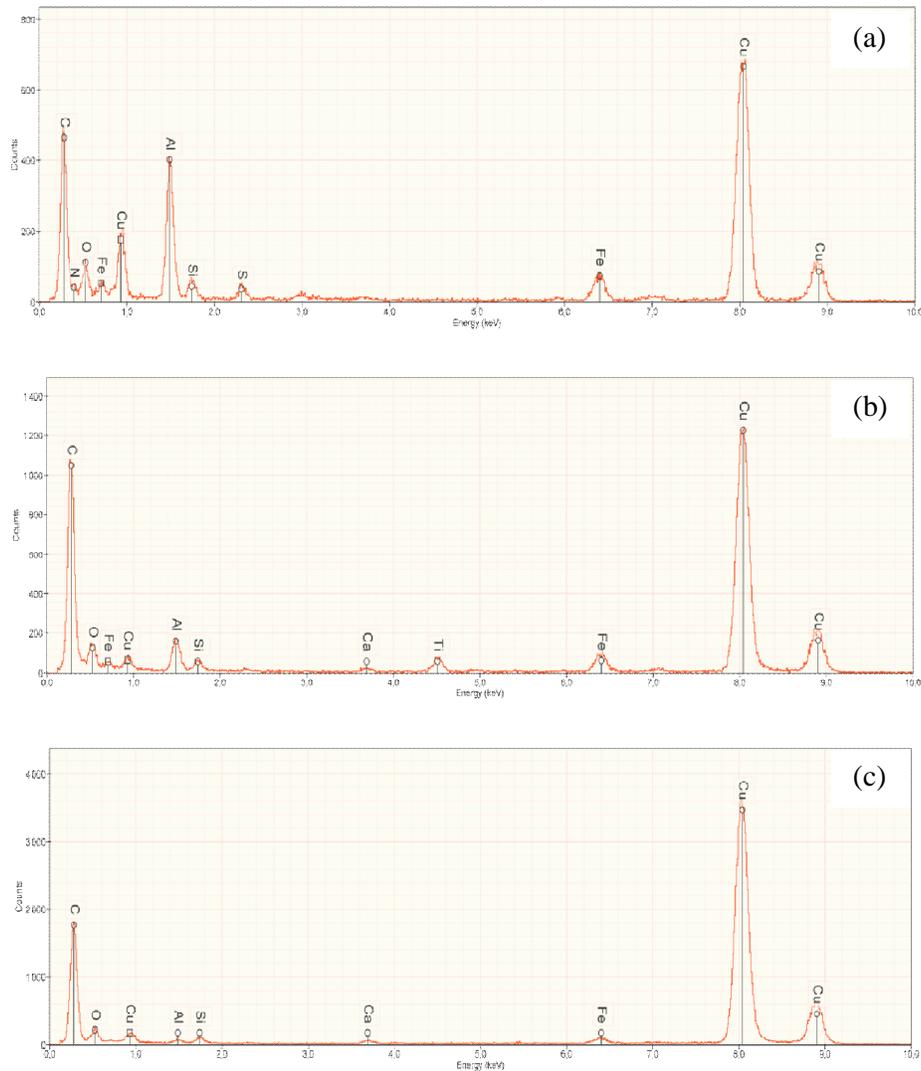


FIG. 4.8 Espectros EDS via MET da amostra após a etapa de laminação a frio, identificando a presença de (a) $\text{Cu}_x\text{S}+\text{AlN}$, (b) coprecipitado (Cu,Al,Ti) e (c) AlN.

4.3.2 Resultado Via Réplica da Amostra com 0,0% de Estiramento

Nas FIG. 4.9 e 4.10 são mostradas micrografias de réplica feitas por MET da amostra recozida a 860 °C para descarbonetação e recristalização primária com carga de 5 Kgf no rolo puxador fornecendo tensão de tração equivalente a 4 MPa e com 0,30 Nm³/h de NH₃ durante a nitretação. Observa-se a presença de partículas alongadas ou de formato irregular. As partículas alongadas, com morfologia cúbica, foram identificadas como precipitados de MnS com tamanho entre 84 e 210 nm. Partículas irregulares foram identificadas como precipitados (Cu,Mn)S, (Cu,Mn)S+AlN e Cu_xS com tamanho entre 67 e 144 nm. Foi observado também precipitado de Cu com tamanho de 100 nm.

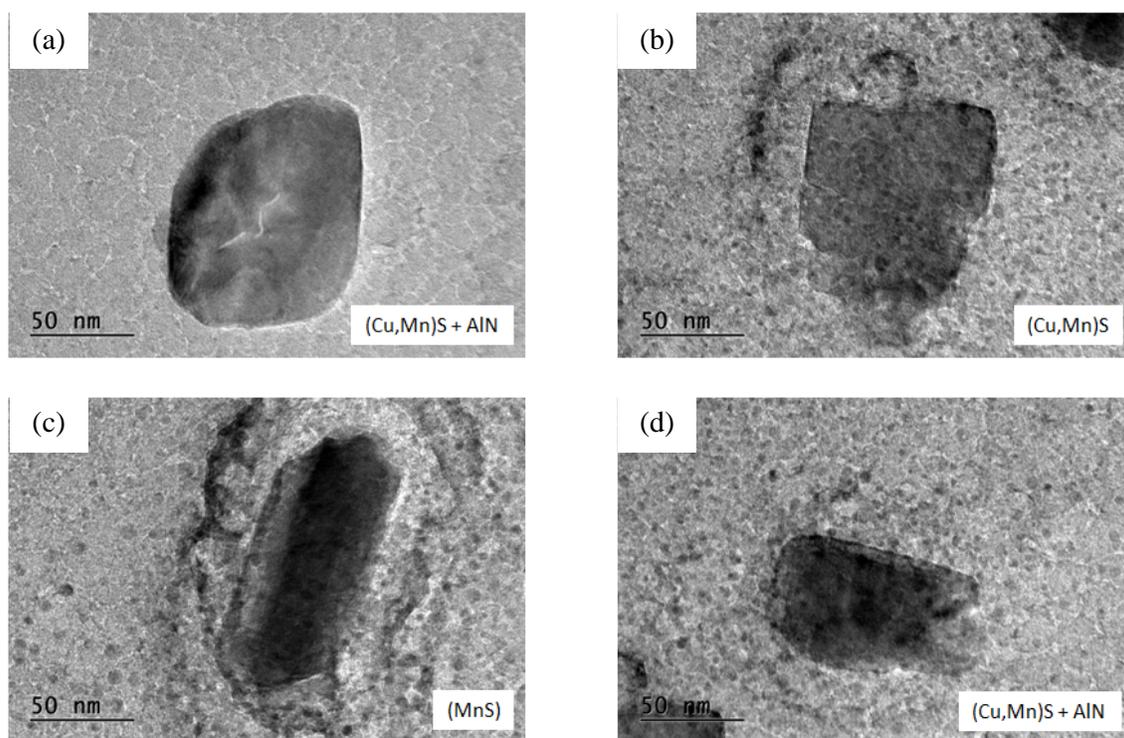


FIG. 4.9 Imagens de réplica de carbono dos precipitados na amostra sem estiramento, observadas por MET com aumento de 100Kx. Foram identificados (Cu,Mn)S+AlN com tamanho médio de (a) 95 e (d) 67 nm; (b) (Cu,Mn)S de 90 nm; e (c) MnS com tamanho de 84 nm.

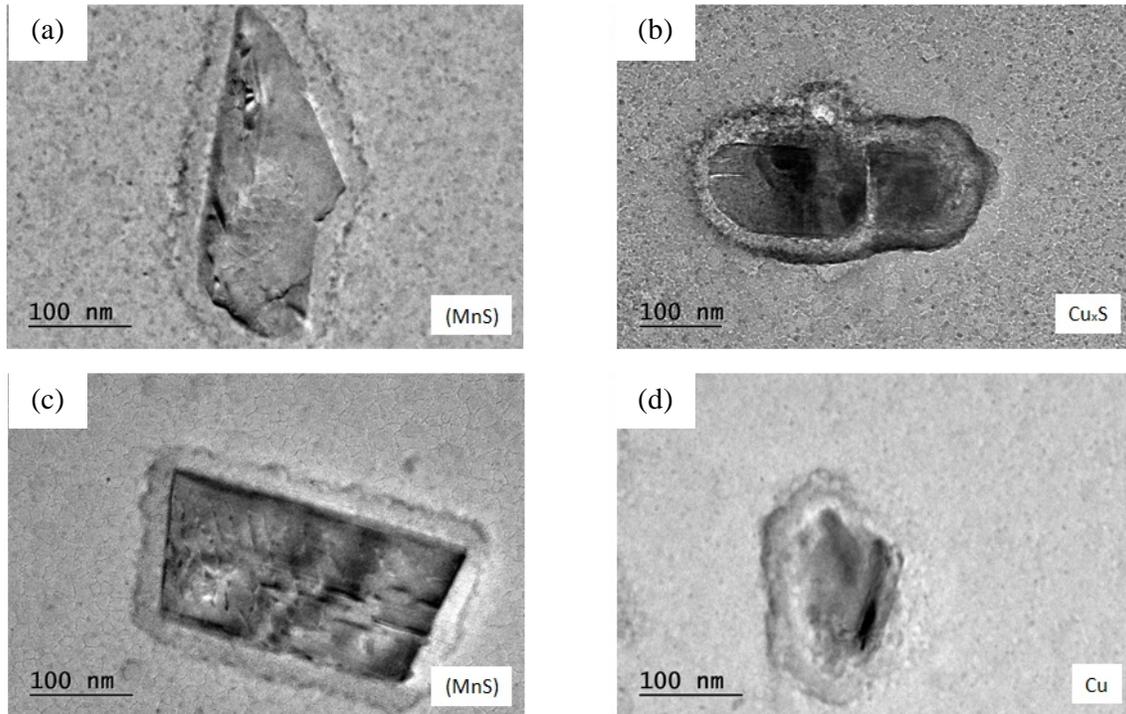


FIG. 4.10 Imagens de réplica de carbono dos precipitados na amostra com 0,0% de estiramento, observadas por MET. Foram identificados (a) precipitado MnS com tamanho médio de 155 nm, aumento de 50Kx (b) Cu_xS de 144 nm, aumento de 40Kx; e (c) MnS de 210 nm, aumento de 50Kx (d) Cu com tamanho de 100 nm, aumento de 50Kx.

Na FIG 4.11 são mostrados os espectros de EDS correspondentes aos precipitados (a) Cu_xS , (b) $(\text{Cu},\text{Mn})\text{S}+\text{AlN}$ (c) Cu precipitado e (d) MnS. O pico de N não ficou evidente, mas pode-se deduzir pela presença do Al. Os picos de Ca e Cl podem ser provenientes de contaminação.

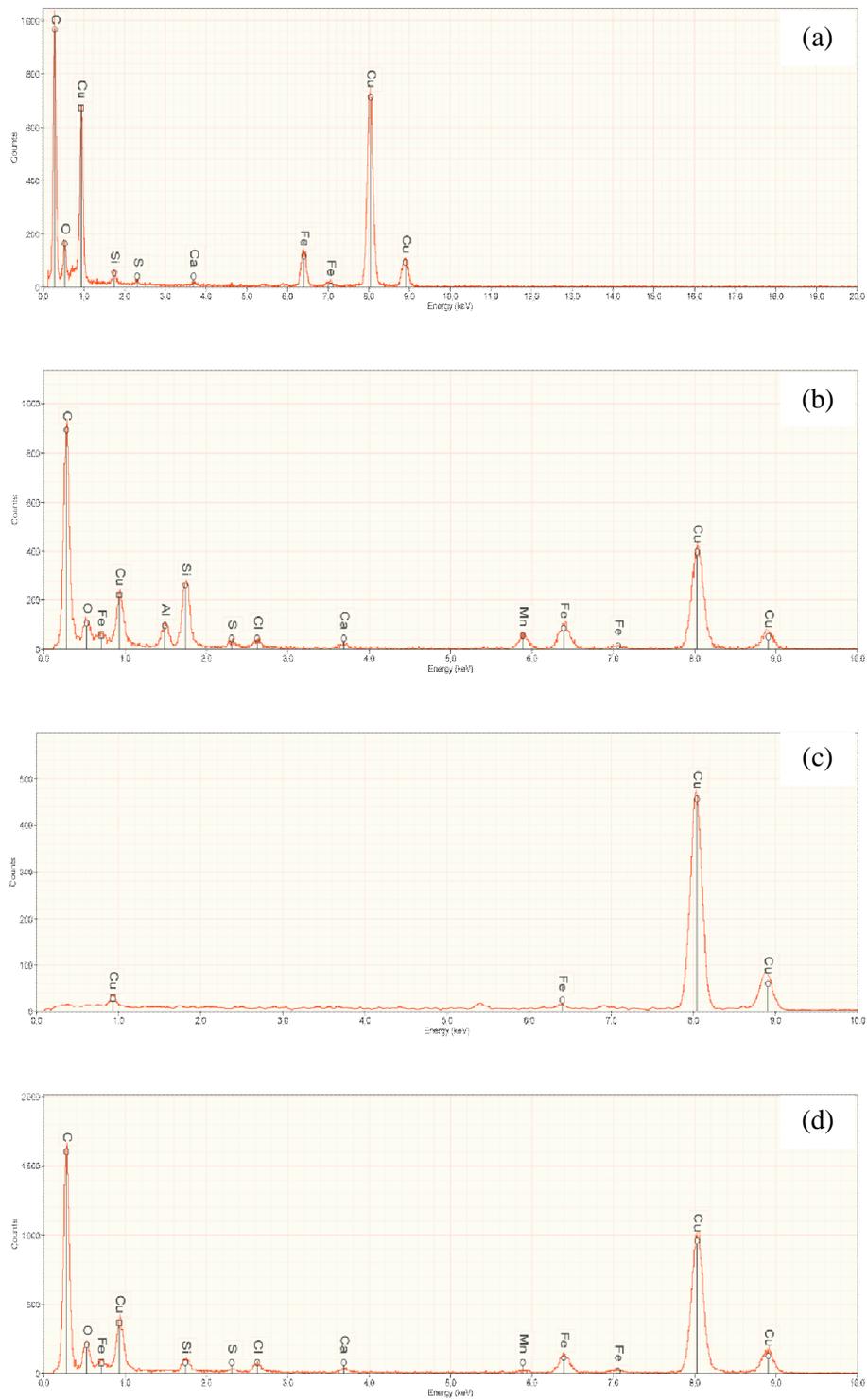


FIG. 4.11 Espectros EDS via MET da amostra sem estiramento após recozimento e descarbonetação, identificando a presença de (a) Cu_xS , (b) $(\text{Cu},\text{Mn})\text{S}+\text{AlN}$ (c) Cu e (d) MnS .

4.3.3 Resultado Via Réplica da Amostra com 13,2% de Estiramento

Trata-se da amostra recozida a 860 °C para descarbonetação e recristalização primária com carga de 35 Kgf no rolo puxador fornecendo tensão de tração equivalente a 25 MPa e com 0,30 Nm³/h de NH₃ durante a nitretação. Na FIG. 4.12 é mostrada a presença de precipitados de MnS, (Cu,Mn)S e (Cu,Mn)S+AlN. A partícula identificada como MnS apresentou morfologia cúbica e tamanho de 548 nm. As partículas de (Cu,Mn)S+AlN apresentaram morfologia irregular e tamanho de 148 nm e 1,2 µm. Partículas de (Cu,Mn)S apresentaram formato de bastonetes indicando morfologia cúbica alongada e tamanho de 118 nm, medido através do diâmetro equivalente determinado por área.

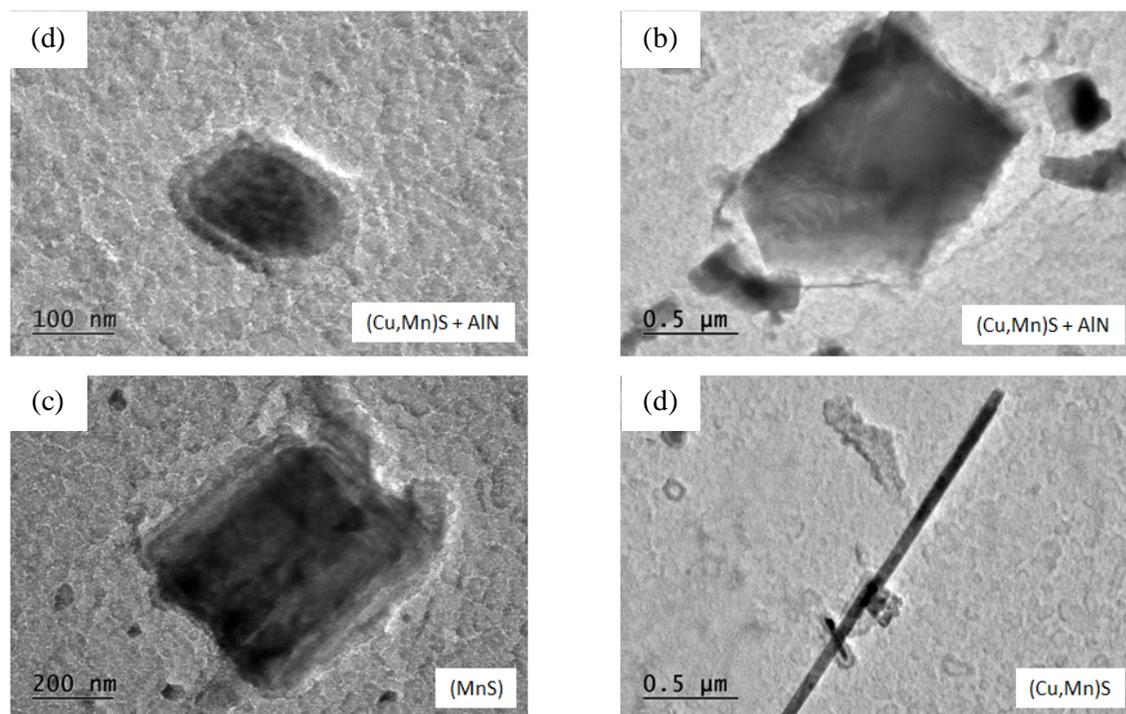


FIG. 4.12 Imagens de réplica de carbono dos precipitados na amostra com 13,2% de estiramento, observadas por MET. Foram identificados (a) precipitado (Cu,Mn)S+AlN com tamanho médio de 148 nm (b) grande precipitado (Cu,Mn)S+AlN de 1,2 µm (c) MnS de 548 nm e (d) (Cu,Mn)S com 118 nm de diâmetro equivalente.

Na FIG. 4.13 é mostrada a dispersão das partículas extraídas em réplica de carbono da amostra com 13,2% de estiramento. Essa imagem não foi possível na amostra com 0,0% de

estiramento apresentada anteriormente, pois os precipitados estavam mais dispersos e em menor quantidade.

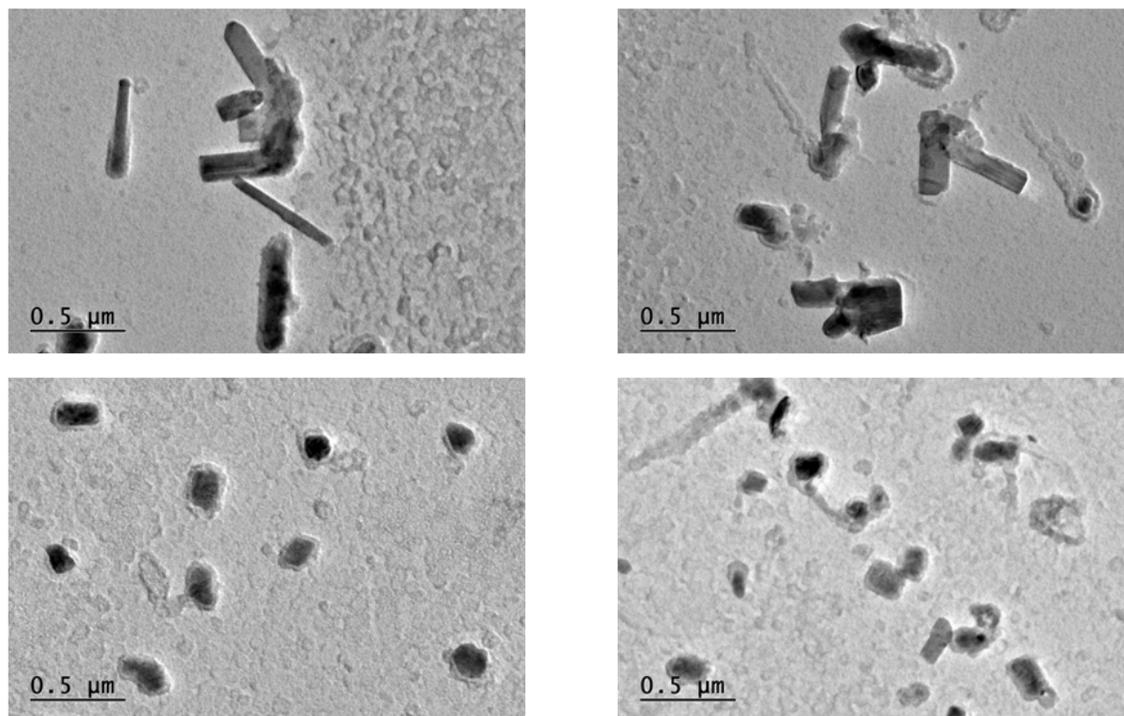


FIG. 4.13 Imagens de réplica de carbono indicando a dispersão de partículas na amostra com 13,2% de estiramento, observadas por MET com aumento de 10Kx.

Foi observado por ALCÂNTARA (2012) que partículas de $(\text{Cu},\text{Mn})\text{S}$ atuam como núcleo para a precipitação do AlN e se formam durante a laminação a quente. A precipitação do AlN antecede à de Cu_xS , o que justifica a observação de Cu_xS sobre AlN . Partículas de Cu_xS são formadas durante o resfriamento. O tamanho destas partículas é apenas ligeiramente modificado nos tratamentos térmicos subsequentes.

Na TAB. 4.4 é mostrada a relação entre tamanho e tipo das principais partículas encontradas nas amostras via extração de réplica em filme de carbono. Pode-se observar que o estiramento da tira provocou o aumento de tamanho das partículas. No entanto, não se pode afirmar, com base nesses resultados, pois não é estatisticamente representativo. Outra observação possível com as micrografias de réplica é quanto à dispersão de partículas, na amostra com maior estiramento as partículas se encontram mais aglomeradas e notoriamente em maior quantidade. Os dados apresentados são semiquantitativos.

TAB. 4.4 Resultado via extração de réplica para os principais precipitados encontrados nas amostras 2M e 9M.

Precipitados	Tamanho médio de partícula (nm)	
	2M	9M
(Cu,Mn)S+AlN	67 a 95	148 a 1200
(Cu,Mn)S	90	118
MnS	84 a 210	548

Cesar (2012) estudou o recozimento e descarbonetação de tiras de aço GO 3% Si sob tensões de tração de até 25 MPa em material processado com alta temperatura de recozimento de placa. Os resultados obtidos nesta pesquisa para laminação a frio em um único estágio sugeriram que o estiramento de 6% provocou um refino das partículas de MnS e levantou a hipótese de que as discordâncias envolvidas na deformação plástica resultante do estiramento das amostras provocaram um cisalhamento das partículas de MnS, modificando favoravelmente o tamanho das partículas e aumentando a inibição ao crescimento normal dos grãos.

Pode-se dizer, então, que o estiramento de 13,2% provocou a formação de partículas grosseiras, o que não é favorável ao desenvolvimento da textura Goss.

O tamanho ideal das partículas de AlN e MnS é menor do que 100 nm, pois dificultam o movimento dos contornos de grão por aumentar a força de ancoramento, reduzindo a força motriz para crescimento secundário dos grãos. Partículas grosseiras, maiores que 100 nm não funcionam como inibidores de crescimento de grão. A recristalização secundária começa próximo à superfície da chapa e os grãos secundários crescem consumindo a matriz primária inibida pelo AlN+MnS (SAKAI *et al.*, 1979; TAGUSHI *et al.*, 1938). Assim, pode-se associar as partículas de segunda fase aos resultados magnéticos, em que o pior resultado magnético apresentou precipitados grosseiros, sendo desfavorável à recristalização secundária desejada.

4.3.4 Análise Via Filme Fino da Amostra com 0,0% de Estiramento

Na FIG. 4.14 são mostradas imagens de área fina da amostra 2M, com 0,0% de estiramento, observadas por MET, indicando (a) regiões de alta densidade de discordâncias com precipitados grosseiros alocados nas discordâncias e precipitados mais finos nos contornos de grão; (b) precipitados contendo Mn,S de formato arredondado ou alongado e uma região de aglomerado de partículas. A identificação do precipitado foi feita pela morfologia com base na literatura (CESAR, 2012).

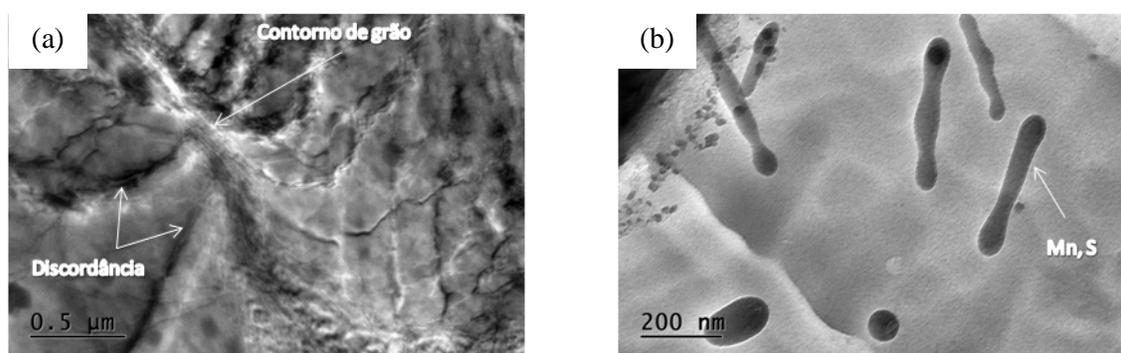


FIG. 4.14 Imagens de filme fino da amostra com 0,0% de estiramento, observadas por MET.

Segundo ALCÂNTARA (2012), uma fração volumétrica pequena de precipitados médios e/ou grandes nos contornos de grão pode não ter efeito termodinâmico significativo na recristalização. No entanto, uma fração volumétrica grande de precipitados pequenos terá efeito sobre a mobilidade dos contornos de grão ou subgrão. Portanto, conclui-se com o resultado via filme fino que a amostra sem estiramento submetida a uma tensão de tração de 3,7 MPa provocou a formação de partículas finas nos contornos de grão, o que é favorável para a recristalização secundária e o desenvolvimento da textura Goss.

4.3.5 Análise Via Filme Fino da Amostra com 13,2% de Estiramento

As imagens obtidas por filme fino da amostra com 13,2% de estiramento via MET não foram satisfatórias, pois os resultados indicam não ter eliminado toda a camada de óxidos formada na superfície do aço durante a etapa de descarbonetação. Nesta etapa, além de ocorrer a descarbonetação do aço, forma-se também uma camada de óxidos na superfície composta de faialita (Fe_2SiO_4) e sílica (SiO_2) (SILVEIRA, 2011). Na FIG. 4.15 são apresentadas as imagens de filme fino da amostra 9M indicando a presença de sílica.

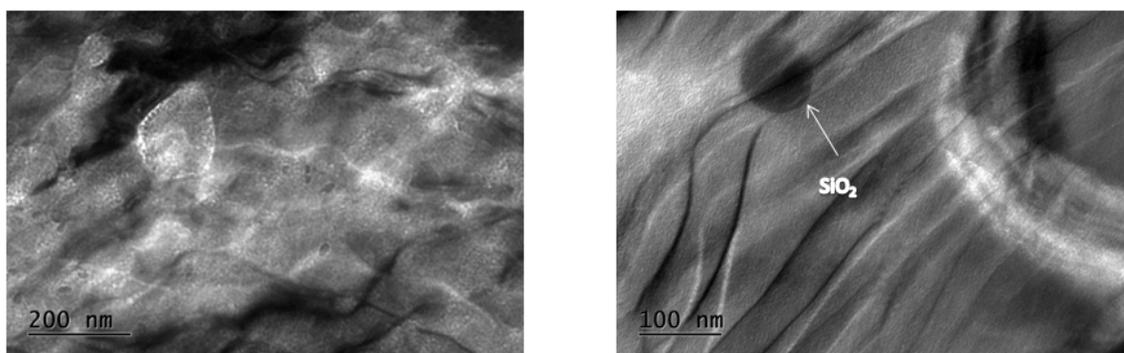


FIG. 4.15 Imagens de filme fino da amostra com 13,2% de estiramento, observadas por MET.

A descarbonetação do aço é realizada em altas temperaturas com atmosfera controlada de $\text{N}_2\text{-H}_2$ e vapor d'água (ponto de orvalho). Reações químicas envolvendo o aço em contato com a atmosfera formam uma subcamada de óxidos na superfície (KOMATSUBARA *et al.* 1996).

SILVEIRA (2011) apresentou micrografias de MEV da amostra de aço GO nas condições similares a este trabalho, com temperatura de recozimento a 850 °C e ponto de orvalho de 63 °C, mostrando a microestrutura de oxidação (FIG. 4.16).

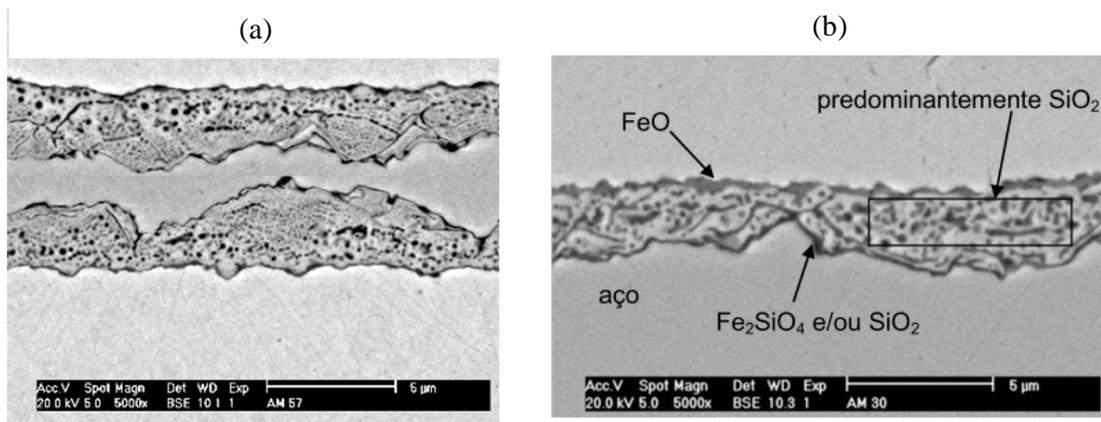


FIG. 4.16 (a) MEV, via elétrons retroespalhados, da amostra descarbonetada a 850 °C e PO 63 °C; (b) localização dos óxidos (SILVEIRA, 2011).

Com isso, pressupõe-se que durante a preparação metalográfica para obtenção da amostra de filme fino não foi removida toda a camada de oxidação de ambas as superfícies, onde o objetivo era analisar o aço na região central, a fim de verificar os sítios de precipitação na matriz ferrítica. Assim, o resultado obtido via filme fino para a amostra com 13,2% de estiramento foi ineficaz e inconclusivo. A realização de uma nova análise não foi possível devido a problemas operacionais do equipamento e indisponibilidade de utilização do microscópio de transmissão em instituições vinculadas ao programa de pesquisa dentro do tempo exigido.

4.4 Análise Via Microscopia Eletrônica de Varredura

Foram obtidas imagens, via microscopia eletrônica de varredura (MEV), para identificação das fases e de precipitados das amostras após a laminação a frio e após 0,0% (4 MPa) e 13,2% (25 MPa) de estiramento.

4.4.1 Resultado da Amostra Laminada a Frio

Na FIG. 4.17 são mostradas micrografias da amostra deformada após a etapa de laminação a frio, via MEV com detector de elétrons secundários e aumentos de 20000x e 15000x no plano da chapa, apresentando grãos de ferrita e regiões indicadas por SG (segunda fase). Pode-se observar, também, a precipitação de finos carbonetos, identificados de acordo com a literatura, conforme análise de EDS via MET por AMORIM (2012). Carbonetos com tamanho da ordem de 20 nm podem ser parcialmente dissolvidos via decomposição induzida por deformação (AMORIM, 2012).

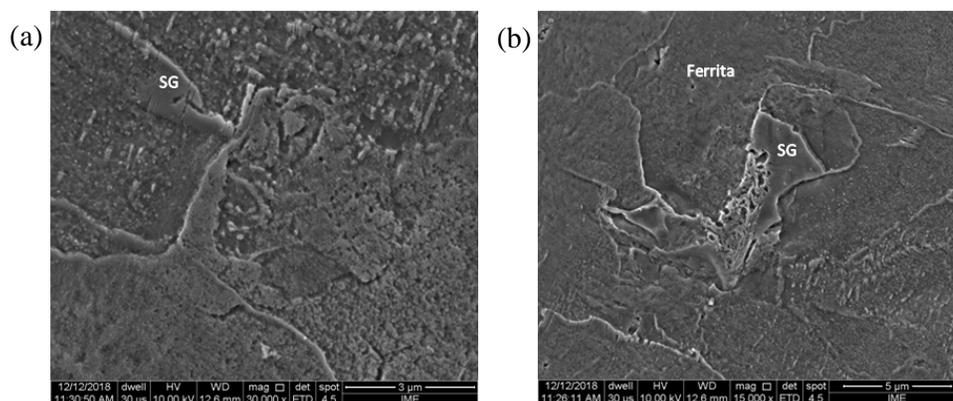


FIG. 4.17 Micrografias da amostra deformada após a laminação a frio apresentando (a) grãos de ferrita e SG, com aumento de 20000x e (b) SG, com aumento de 15000x, observadas por MEV, no plano da chapa.

As regiões em alto relevo indicadas por SG não podem ser atribuídas a uma perlita ou martensita pelas imagens obtidas, pois não evidenciam a presença de lamelas ou placas/agulhas, respectivamente.

Na FIG. 4.18 é apresentada a micrografia, via MEV com detector SE e aumento de 30000x, de uma região da amostra após laminada a frio mostrando região de concentração de precipitados identificados por EDS como P1 AlN e P2 coprecipitados contendo Al e S.

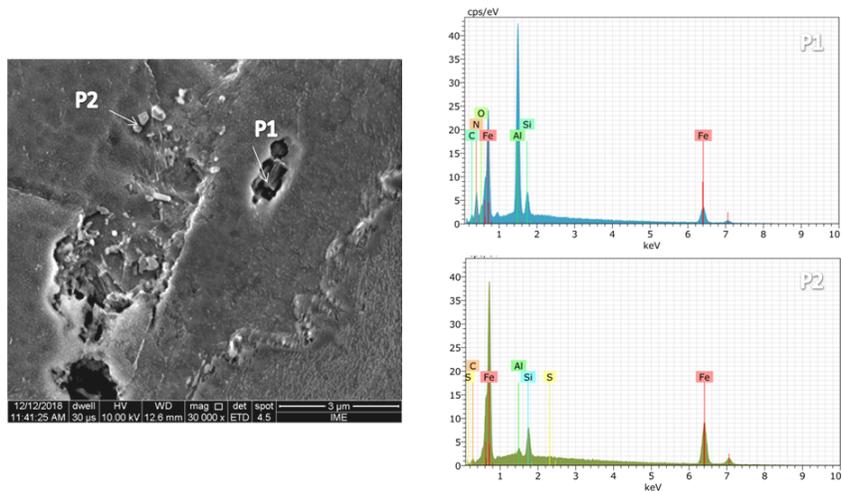


FIG. 4.18 Micrografia da amostra laminada a frio mostrando precipitado AlN e coprecipitados, observada por MEV com aumento de 30000x, com respectivos espectros EDS indicados na imagem por P1 e P2.

4.4.2 Resultado da Amostra com 0,0% de Estiramento

Na FIG. 4.19 são mostradas micrografias da amostra após recristalização primária sem estiramento apresentando apenas grãos de ferrita e partículas dispersas na matriz e nos contornos de grãos.

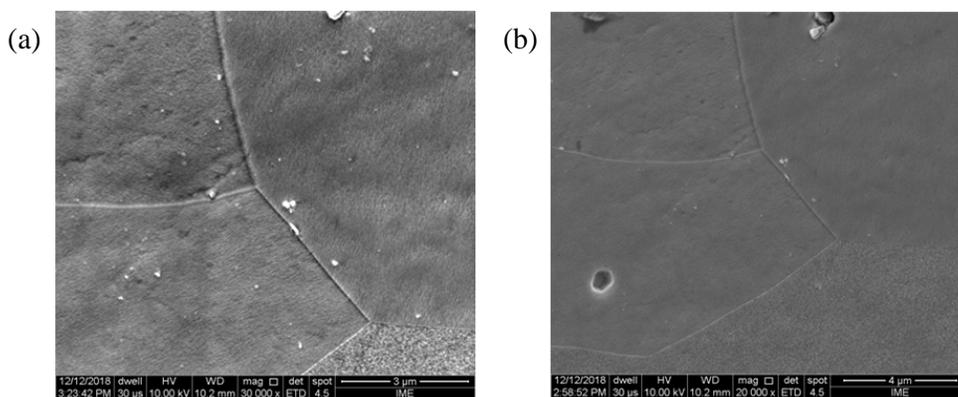


FIG. 4.19 Micrografias da amostra após recristalização primária com 0,0% de estiramento apresentando grãos de ferrita e dispersão de partículas, observadas por MEV, com aumentos de (a) 30000x e (b) 20000x.

Foram identificados precipitados do tipo (Al,Si,Mn)N com morfologia cúbica em micrografias da amostra após recristalização primária sem estiramento observadas por MEV (FIG. 4.20). Bernier *et. al.* (2013) apresentaram o mecanismo de precipitação de nitretos de alumínio, silício e manganês em aços elétricos de grão orientado. Grande quantidade de partículas de (Al,Si,Mn)N precipitadas com tamanho médio de 30 nm durante a recristalização primária, são eficientes inibidores de crescimento de grão durante a recristalização secundária sendo, portanto, relevantes para a produção do aço GO. Uma vez que, somente partículas com tamanho inferior a 50 nm são realmente efetivos inibidores de crescimento de grão (BERNIER *et al.*, 2013). As setas na micrografia indicam os precipitados (Al,Si,Mn)N com tamanhos médio de P1 de 312 nm, P2 de 210 nm e P3 102 nm. Os precipitados encontrados não participam efetivamente do crescimento anormal dos grãos mas indicam a presença desse tipo de precipitado no material após recristalização primária.

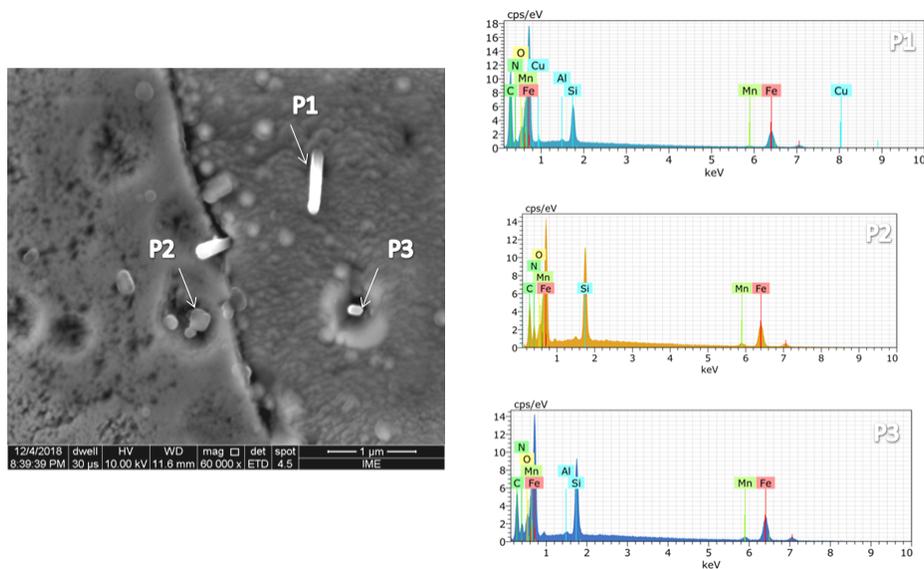


FIG. 4.20 Micrografia da amostra após recristalização primária com 0,0% de estiramento mostrando precipitados (Al,Si,Mn)N, observadas por MEV com aumento de 60000x, e respectivos espectros EDS referentes as setas indicados na imagem por P1, P2 e P3.

4.4.3 Resultado da Amostra com 13,2% de Estiramento

Na FIG. 4.21 são mostradas micrografias da amostra após recristalização primária com 13,2% de estiramento, observadas por MEV, apresentando grãos de ferrita e a precipitação de partículas de segunda fase grosseiras principalmente nos contornos de grão.

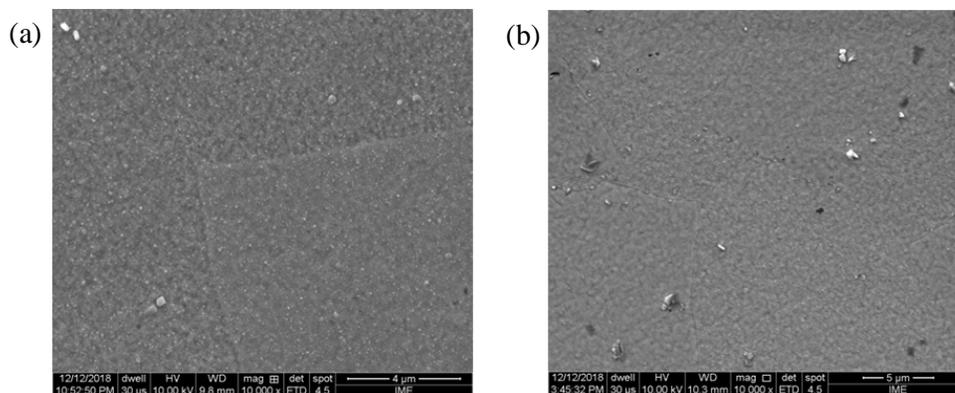


FIG. 4.21 Micrografias da amostra após recristalização primária com 13,2% de estiramento apresentando grãos de ferrita e dispersão de partículas, observadas por MEV, com aumentos de (a) 20000x e (b) 10000x.

Na FIG. 4.22 é mostrada a micrografia, via MEV, e os espectros EDS indicando precipitados de (Al,Si,Mn)N ancorados aos contornos de grãos e a presença de carbeto que, possivelmente, são incrustações de lixamento proveniente da preparação metalográfica, na amostra com 13,2% de estiramento.

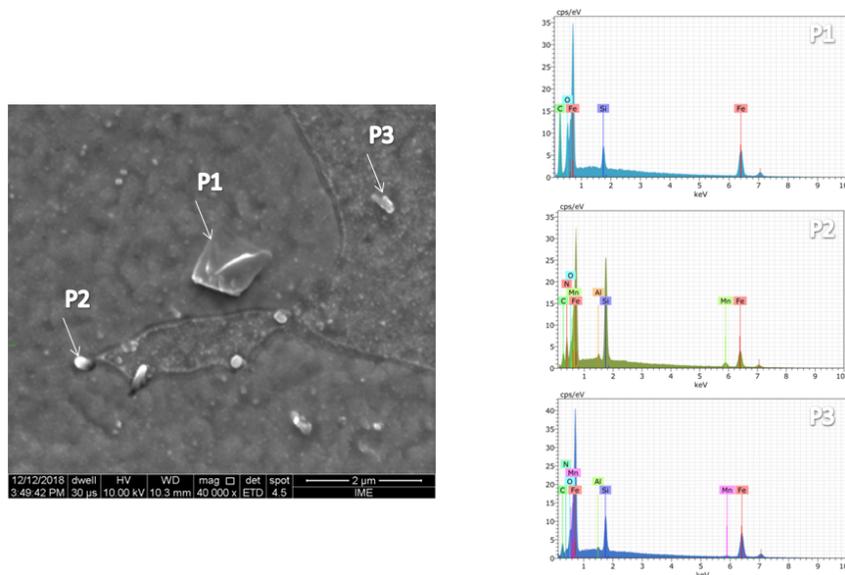


FIG. 4.22 Micrografia da amostra após recristalização primária com 13,2% de estiramento mostrando SiC e (Al,Si,Mn)N, observadas por MEV com aumento de 40000x, e respectivos espectros EDS.

O espectro EDS e o mapeamento dos elementos, via MEV, indicam que as partículas identificadas na micrografia da amostra após recristalização primária com 13,2% de estiramento são AlN com formato irregular e tamanho de 437 e 564 nm (FIG. 4.23).

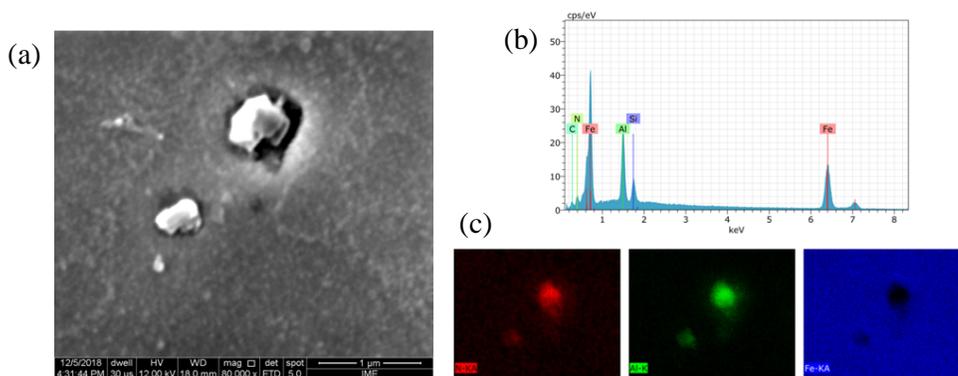


FIG. 4.23 (a) micrografia da amostra após recristalização primária com 13,2% de estiramento mostrando precipitados AlN, observadas por MEV, com aumento de 80000x, (b) respectivos espectro EDS e (c) mapeamento dos elementos.

Também foram identificados nesta amostra coprecipitados e precipitados AlN de formato alongado e morfologia cúbica, conforme apresentado na FIG. 4.24.

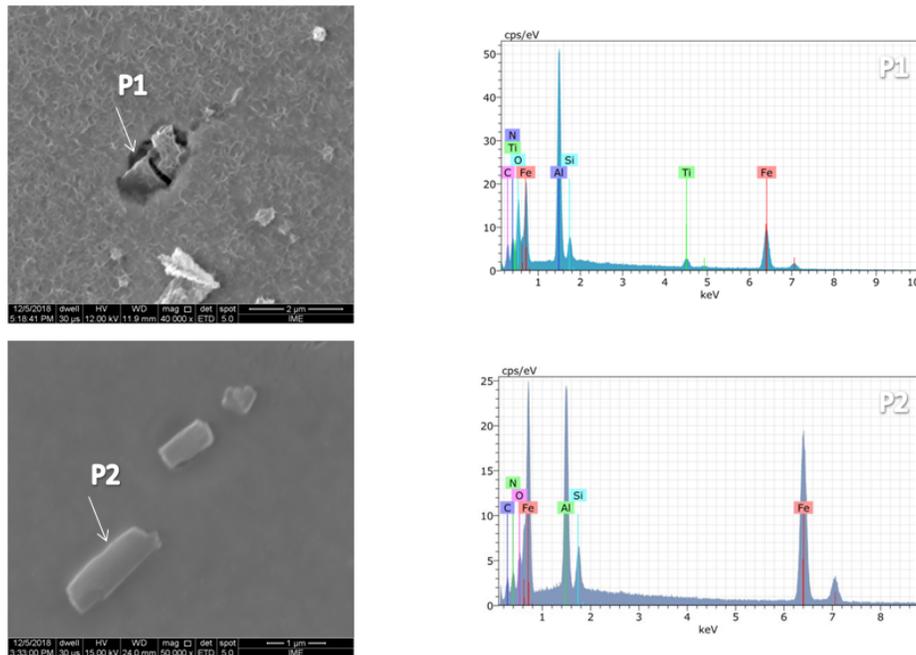


FIG. 4.24 Micrografias da amostra após recristalização primária com 13,2% de estiramento mostrando coprecipitados e AlN, observadas por MEV, e respectivos espectros EDS.

4.5 Tamanho de Grão Primário

O cálculo do tamanho de grão foi realizado por imagens obtidas em microscópio óptico no plano da chapa. Na FIG. 4.25 é mostrada a estrutura do material com 3,2% Si, (a) deformada após laminação a frio, com redução de 87% da espessura; e recristalizada após recozimento e decarbonetação com estiramento da tira de (b) 0,0% e (c) 13,2%. As micrografias correspondem ao plano da chapa.

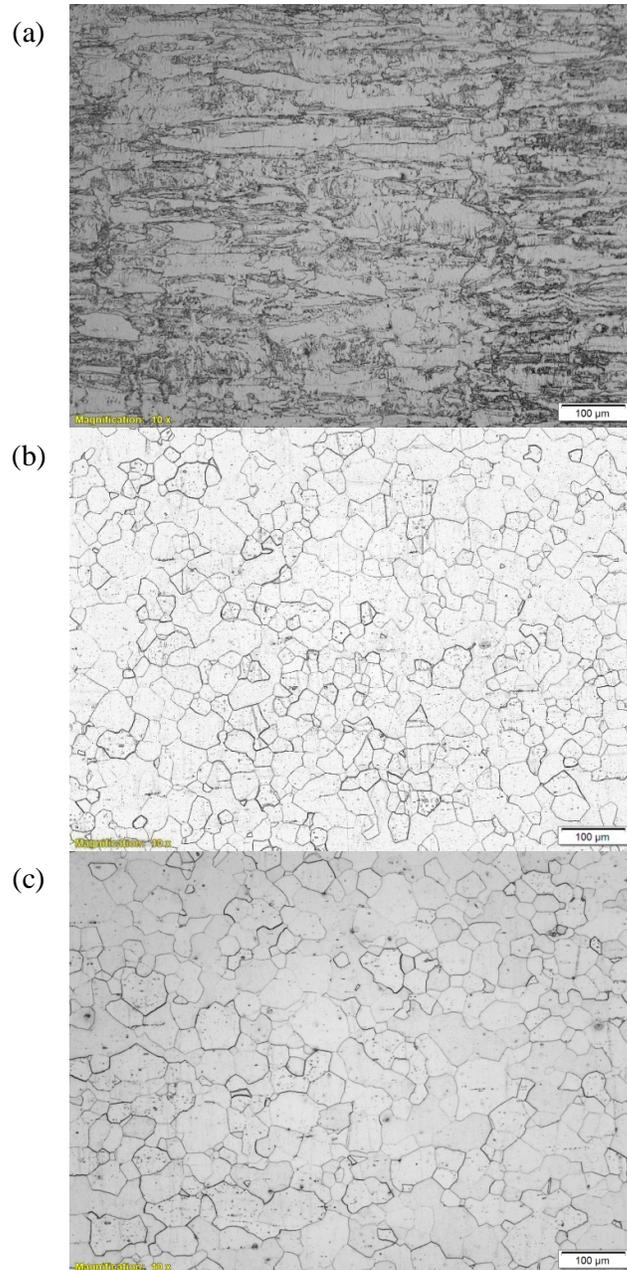


FIG. 4.25 Micrografias ópticas das amostras após (a) laminação a frio (b) recristalização primária com 0,0% de estiramento e (c) recristalização primária com 13,2% de estiramento, fotografadas com aumento de 100x.

O tamanho de grão médio das amostras 2M, com 0,0% (4 MPa) e 9M, com 13,2% (25 MPa) de estiramento após recozimento para descarbonetação e recristalização primária, calculado de acordo com a norma técnica E112 – 10 (ASTM, 2010), foi de $32,78 \pm 2,34$ e $41,16 \pm 5,26$ μm , respectivamente, evidenciando um aumento do tamanho de grão médio com

o estiramento. O erro das medidas foi calculado considerando uma distribuição de Student com intervalo de confiança de 95%.

A representação gráfica do resultado do tamanho de grão médio das amostras com 0,0% e 13,2 % de estiramento é apresentada na FIG. 4.26. A amostra com 13,2% de estiramento apresentou um tamanho médio de grão muito acima do indicado como tamanho de grão ótimo para recristalização primária, se comparado ao resultado obtido por CICALÈ *et al.* (1998) apresentado anteriormente na FIG. 2.10, sendo possível a associação ao resultado magnético obtido. A justificativa é que grãos muito pequenos fazem com que a recristalização secundária aconteça em temperaturas mais baixas provocando grande desvio da orientação de Goss, mas por outro lado, grãos muito grandes prejudicam o crescimento anormal dos grãos (OHATA *et al.*, 2002).

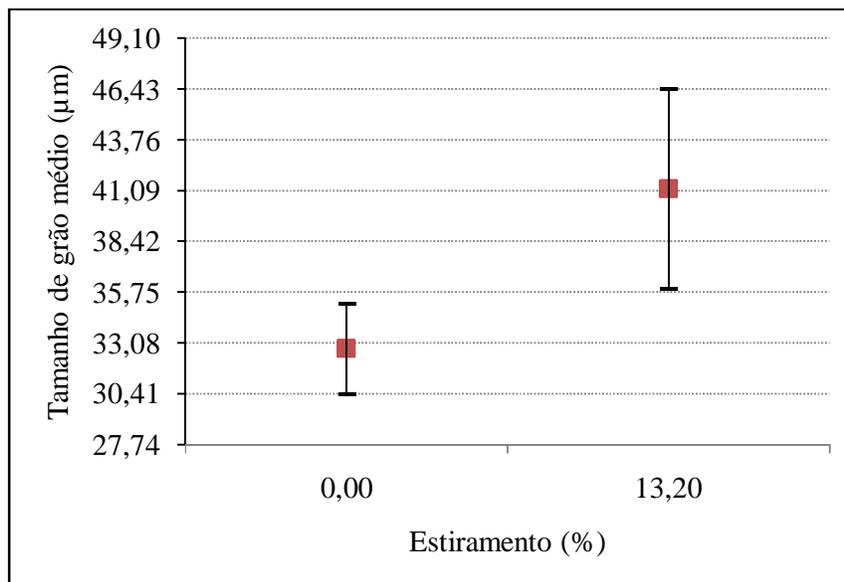


FIG. 4.26 Efeito do estiramento no tamanho de grão após recristalização primária.

O aumento do grão de recristalização primária e a diminuição da capacidade inibitória dos precipitados, como mostrado nos resultados de MET para a amostra com 13,2% de estiramento, fazem com que o processo de recristalização secundária aconteça em temperaturas mais baixas devido à força motriz de migração dos contornos ser menor. Assim, a textura final desejada para o aço GO não é alcançada, comprometendo as propriedades magnéticas.

4.6 Textura Primária

Os resultados dos ensaios de textura cristalográfica por difração de raios X estão apresentados nas FIG. 4.27 a 4.29. Foram analisadas as ODF's (FDOC - Função de distribuição de orientações cristalográfica) para as amostras após laminada a frio e após recozimento de descarbonetação com estiramento de 0,0 e 13,2%, em seções no espaço de Euler para $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$, segundo notação de Bunge. Os resultados sugerem uma orientação preferencial dos grãos com intensidade baixa, máxima de nível 6.

Na amostra após a etapa de laminação a frio pode-se observar a presença da componente de textura $\{001\}\langle 110 \rangle$ (cubo rodado), componente de fibra- α de maior intensidade e componente $(111)[0\bar{1}1]$, pertencente a fibra γ . Esse resultado está de acordo com o esperado, pois segundo HÖLSCHER *et al.* (1991), os principais componentes de textura de laminação dos metais ccc pertencem às fibras α e γ .

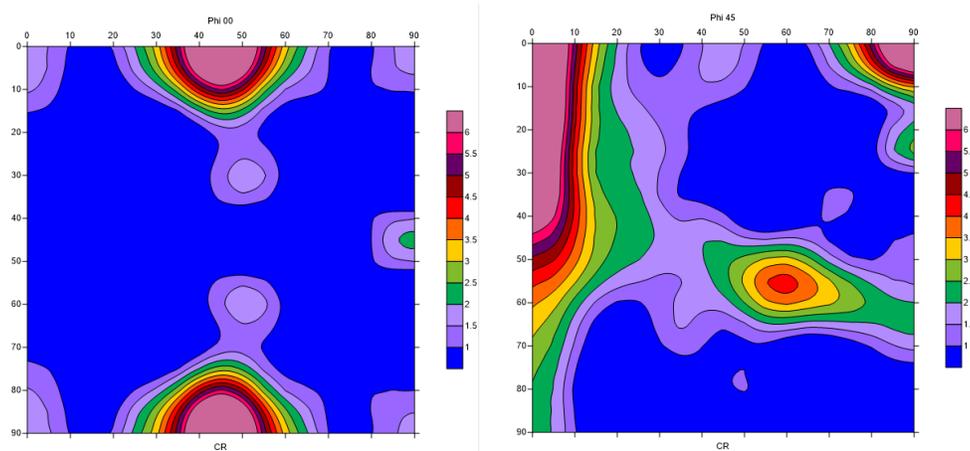


FIG. 4.27 ODF's do aço laminado a frio, em seções no espaço de Euler para $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$, segundo notação de Bunge.

Nas amostras após recristalização primária pode-se observar componentes de fibra α deslocada, o enfraquecimento das componentes de textura $\{100\}\langle 130 \rangle$ (cubo girado) e o fortalecimento da fibra γ , com o aumento do estiramento de 0 para 13,2%.

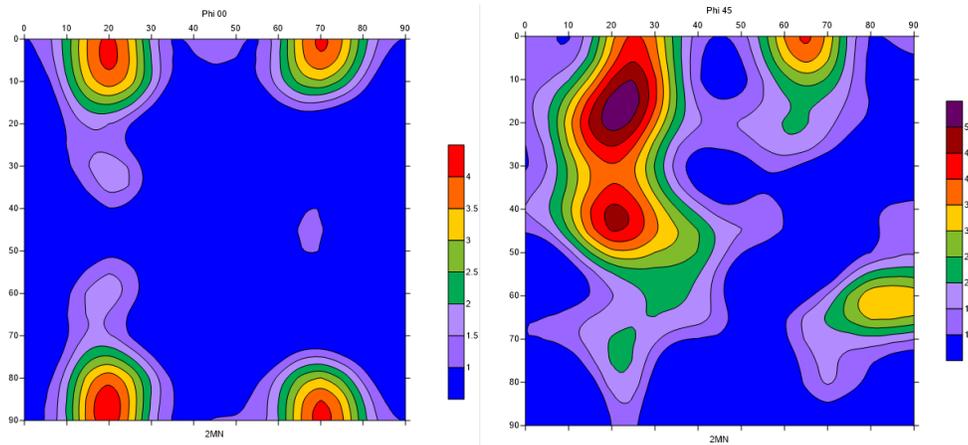


FIG. 4.28 ODF's do aço após recristalização primária com 0,0% de estiramento, em seções no espaço de Euler para $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$, segundo notação de Bunge.

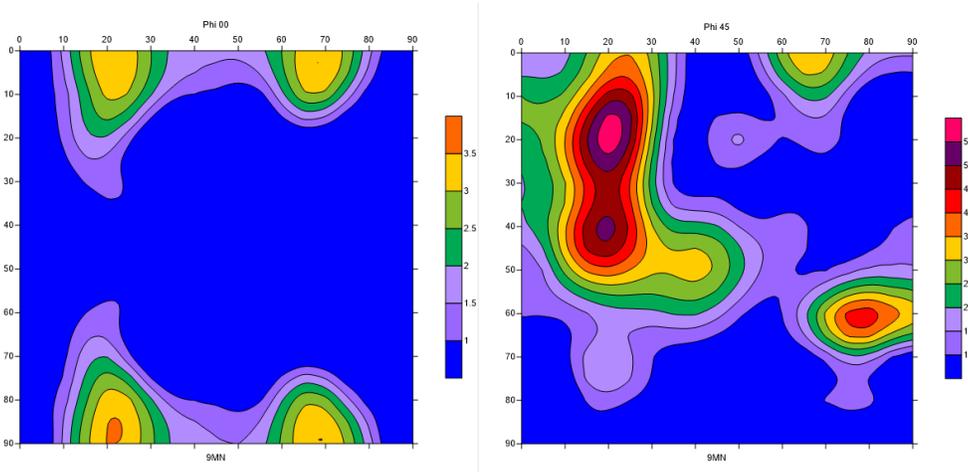


FIG. 4.29 ODF's do aço após recristalização primária com 13,2% de estiramento, em seções no espaço de Euler para $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$, segundo notação de Bunge.

CESAR (2012) observou que para a amostra recozida em altas temperaturas, com 0,6% de estiramento após recristalização primária e laminada em uma única etapa com redução de 89%, apresentou fibra η muito fraca, componentes de fibra α deslocada e fibra γ (FIG. 4.30). Em comparação com a amostra que obteve 13% de estiramento, nota-se o fortalecimento da componente de textura cubo girado e da fibra γ (FIG. 4.31).

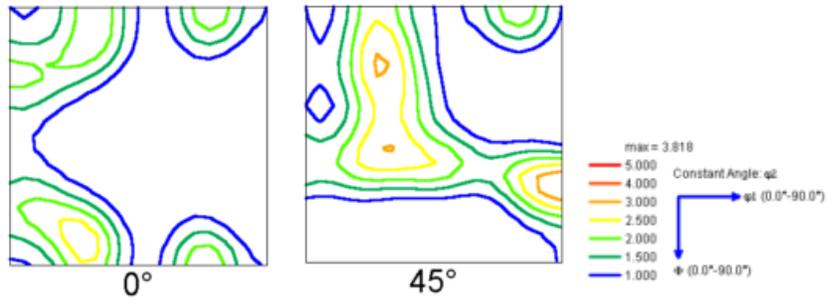


FIG. 4.30 ODF's com $\phi_2=0^\circ$, $\phi_2=45^\circ$ da matriz primária da amostra com 0,6% de estiramento (CESAR, 2012).

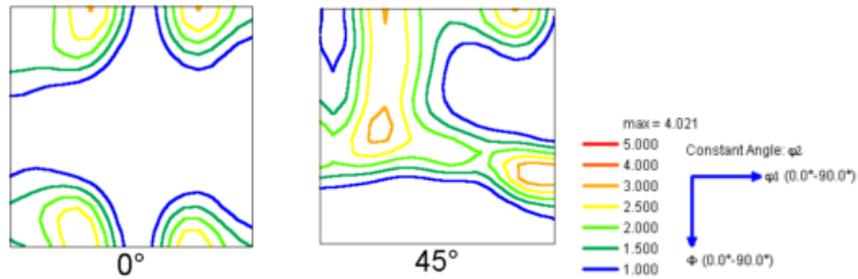


FIG. 4.31 ODF's com $\phi_2=0^\circ$, $\phi_2=45^\circ$ da matriz primária da amostra com 13% de estiramento (CESAR, 2012).

4.7 Estrutura Secundária

Na FIG. 4.32 é mostrada a macrografia das amostras que obtiveram 0,0% e 13,2% de estiramento, após recristalização secundária, indicando uma completa recristalização em ambas as condições e o efeito do estiramento no tamanho de grão final. Observa-se que o tamanho médio dos grãos é maior com o estiramento de 13,2%.

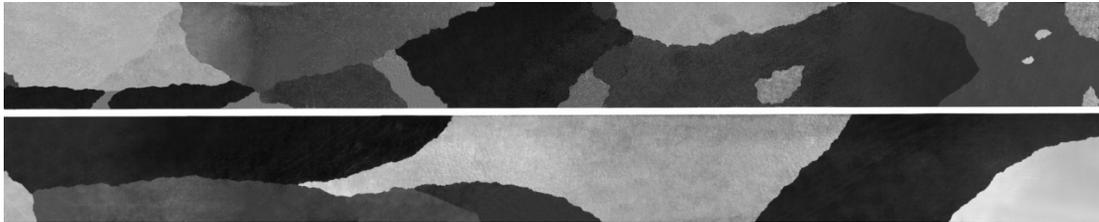


FIG. 4.32 Macrografias da estrutura secundária das amostras após recozimento final com a) 0,0% de estiramento e b)13,2% de estiramento

Medir a textura de recristalização secundária se torna uma tarefa complexa devido aos enormes grãos formados nesta etapa, com tamanho variando de milímetros a centímetros. No entanto, em aços elétricos de grão orientado é comum associar as propriedades magnéticas à textura e a textura às propriedades magnéticas através do ângulo de desorientação da direção $\langle 001 \rangle$ em relação a direção de laminação. Geralmente é aceitável um grau de desorientação de 7° para aços CGO e de 3° para HGO (FROMMERT *et al.*, 2008).

A medida da orientação preferencial, ou textura, da amostra com 13,2% de estiramento após recristalização secundária foi feita usando difração de raios X considerando cada grão como um monocristal, uma vez que os grãos são demasiadamente crescidos. Na FIG. 4.33 é mostrada a identificação numérica dos grãos. O objetivo era encontrar o desvio médio da orientação de Goss através da relação angular com a figura de pólo (110) (FIG. 4.34).



FIG. 4.33 Amostra com 13,2% de estiramento com identificação numérica dos grãos para análise de textura secundária.

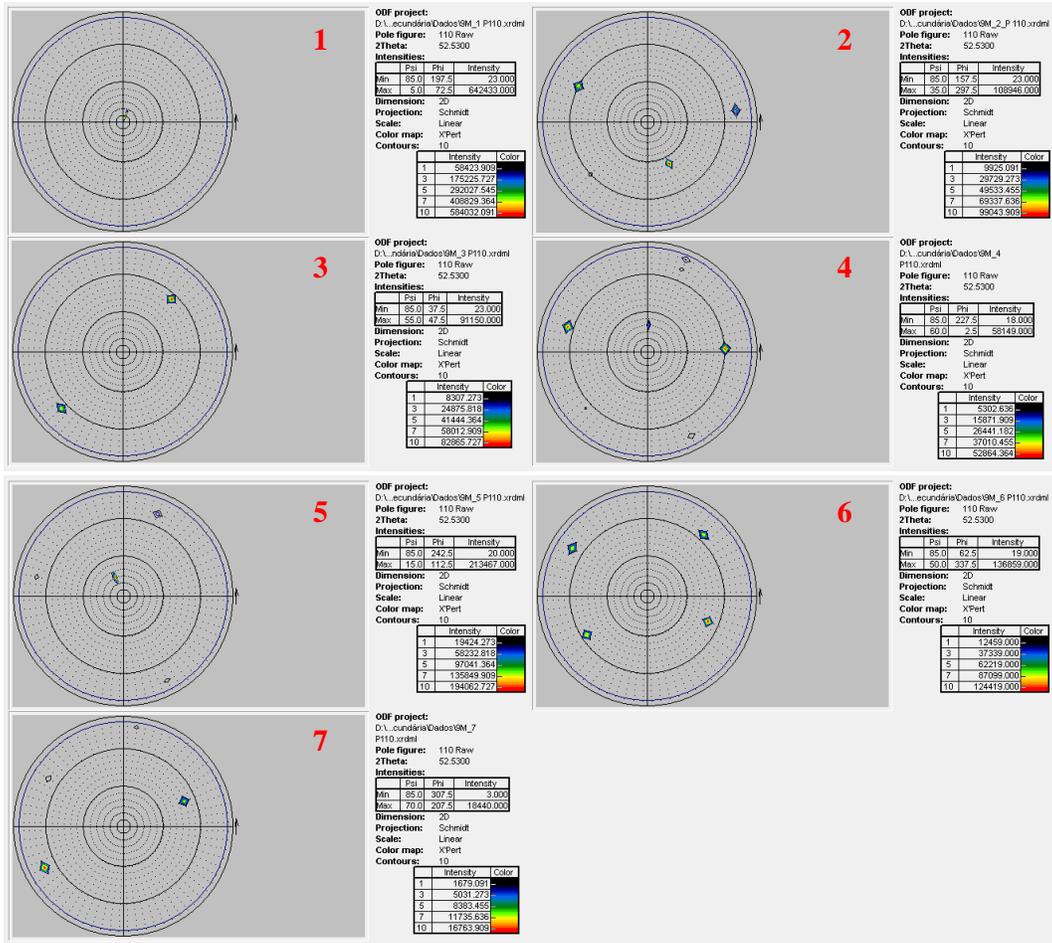


FIG. 4.34 Figuras de pólo (110) de cada grão da amostra de aço GO com 13,2% de estiramento após recristalização secundária.

Para cálculo do desvio médio do plano (110) foi considerada a área representada por cada grão e os respectivos ângulos, conforme TAB. 4.5.

TAB. 4.5 Área e ângulos de desvio do plano (110) equivalentes a cada grão selecionado da amostra com 13,2 % de estiramento.

Figura de Polo {110}			
Grão	Área (cm ²)	Ψ	ϕ
1	19,69836	5	72,5
2	9,127657	35	297,5
3	27,57605	55	47,5
4	2,411094	60	2,5
5	3,397285	5	112,5
6	17,36541	50	337,5
7	6,746532	70	207,5

Os ângulos Ψ e ϕ obtidos nas figuras de pólo correspondem aos ângulos de latitude- α e longitude- β , respectivamente, na trajetória espiral percorrida pela amostra conforme apresentado na FIG. 2.25. O desafio foi encontrar um ângulo que representasse essa orientação para encontrar o desvio médio de Goss. Por isso, o ensaio proposto foi inconclusivo.

Contudo, pode-se ainda correlacionar o desvio da orientação de Goss às propriedades magnética. Dessa maneira, para a amostra com 0,0% de estiramento estima-se de forma indireta que os grãos estão em quase sua totalidade com orientação ideal de Goss, através da correlação entre o desvio da orientação de Goss e a indução a 800 A/m (B_8) estabelecida por Craik e McIntyre (1969, apud Litmann, 1971). Conforme mostrado na FIG. 4.35, para $B_8 = 1,899$ T o ângulo de desvio médio da orientação ideal de Goss é de aproximadamente 2° . Para a amostra com 13,2% de estiramento, em que $B_8 = 1,610$ T, estima-se, através da curva, um ângulo de desvio próximo a 11° .

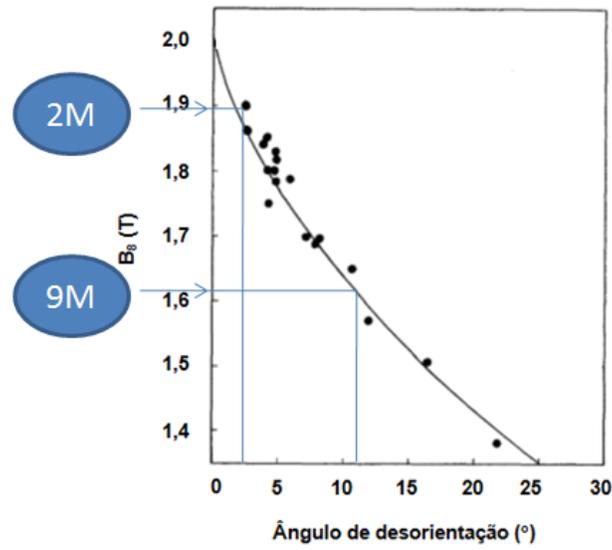


FIG. 4.35 Efeito do ângulo de desvio da orientação Goss (110)[001] no valor da indução magnética a 800 A/m. Curvas calculadas por Craik e McIntyre (Littmann, 1971).

5 CONCLUSÕES

O estiramento provocou uma redução da largura e principalmente da espessura das amostras.

Após a laminação a frio foram encontrados precipitados do tipo AlN e $\text{Cu}_x\text{S}+\text{AlN}$ e coprecipitados.

Para a amostra com 0,0% de estiramento após recozimento e descarbonetação foram encontrados precipitados (Al,Si,Mn)N, MnS, (Cu,Mn)S, (Cu,Mn)S+AlN, Cu_xS e pequenas partículas de Cu.

Para a amostra com 13,2% de estiramento os precipitados encontrados foram: (Al,Si,Mn)N, MnS, (Cu,Mn)S, (Cu,Mn)S+AlN, e SiC.

A quantidade de precipitados encontrados não foi representativa podendo haver mais tipos e em maiores quantidades. No entanto, comparando a amostra com 0,0 e 13,2% de estiramento sugere-se um aumento no tamanho e na quantidade das partículas com o estiramento da tira quando submetida a recozimento e descarbonetação com carga de 35 Kgf a 860 °C operado em forno contínuo.

O estiramento da tira de aço GO 3,2% Si de 0,0 para 13,2% aumentou o tamanho de grão médio de recristalização primária e modificou a textura provocando o enfraquecimento das componentes de textura {100}<130> (cubo girado) e o fortalecimento da fibra γ .

A estrutura secundária também sofreu modificação com o estiramento. O estiramento de 0,0 para 13,2 % aumentou o tamanho de grão após recristalização secundária.

A perda magnética do aço GO 3,2% Si aumentou com o estiramento, alcançando o pior resultado no estiramento de 13,2%. O melhor resultado com a menor perda magnética foi de 0,716 W/Kg na condição 1,5 T/50 Hz da amostra submetida a 5 Kgf de carga de tração.

O recozimento de descarbonetação das tiras sob uma tensão de tração de 25,9 MPa afeta a nucleação e o crescimento dos grãos primários e sem estiramento sob uma tensão de tração de 3,7 MPa modifica favoravelmente o tamanho dos precipitados, favorecendo o crescimento anormal dos grãos.

O estiramento causado pelo maior aumento da tensão de tração durante a recristalização primária levou a formação de precipitados grosseiros que influenciaram no crescimento normal dos grãos secundários gerando grãos grandes com maior desvio de Goss. O aumento

do tamanho de grão secundário aumenta as perdas magnéticas resultando em propriedades magnéticas indesejáveis.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Analisar a distribuição de tamanho e padrão de difração para cada tipo de precipitado e correlacionar ao estiramento;

Caracterizar o material após laminação a quente relativo ao processo analisado;

Realizar análise via microscopia eletrônica de varredura com maiores aumentos com o intuito de confirmar a presença e natureza da segunda fase que possa se fazer presente no material laminado a frio;

Aperfeiçoar o método proposto neste trabalho para cálculo do desvio médio de orientação cristalográfica na estrutura secundária;

Analisar a separação de perdas (histeréticas/ parasitas/ anômalas) e correlacionar à textura e tamanho de grão;

Conduzir um trabalho similar sugerindo o processamento de descarbonetação e nitretação operado em linha por escala industrial.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALCÂNTARA, F.; BARBOSA, R; CUNHA, M. **Study of aluminum nitride precipitation in Fe- 3%Si steel.** Materials Research, 2013.

ALCÂNTARA, Fabrício Luiz de. **Estudo da precipitação de MnS, AlN e CuS no aço 3% Si, em uma laminação a quente com acabamento reversível.** Doutorado em engenharia metalúrgica e de minas. Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2012.

AMORIM, Dirce de Souza Costa. **Efeito do envelhecimento entre passes durante a laminação a frio sobre as propriedades magnéticas do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade.** Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica E De Minas. Universidade Federal De Minas Gerais, Belo Horizonte, 2012.

APERAM. Aços Elétricos de Grão Orientado de Grão Não-Orientado. **Catálogo aços elétricos.** Aperam South America, julho 2012. Disponível em: <<https://brasil.aperam.com/wp-content/uploads/2015/08/A%C3%A7os-El%C3%A9tricos-GO-e-GNO-2.pdf>>. Acesso em 31 mar. 2018.

BATISTELA, Nelson J. *et al.* **Caracterização magnética de lâminas de aço silício e avaliação das perdas no ferro sob vários regimes de indução.** Sba: Controle e Automação, Campinas, v. 13, n.2, p.156-164, Agosto 2002.

BERNIER, Nicolas, et al. **Structure analysis of aluminium silicon manganese nitride precipitates formed in grain-oriented electrical steels.** Materials Characterization. Vol. 86. Pag. 116-126. 2013.

BOHN, F. *et al.* **Propriedades magnéticas de aços elétricos de grão não-orientado.** In: Anais do XVI Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais. 2004.

BUNGE, H. J. **Three-dimensional texture analysis.** International Materials Reviews Journal; vol. 32; p. 265 – 291, 1987.

CALLISTER, William D.; RETHWISCH, David G. **Materials science and engineering: an introduction**. 8th ed. 2009.

CARDOSO, Rodrigo Felix de Araujo. **Aços elétricos de alto silício por imersão a quente: análise do processo e da microestrutura**. Tese de Doutorado. Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2010.

CESAR, M. G. M. M. **Efeito do estiramento da tira durante o recozimento e descarbonetação nas estruturas primária e secundária e nas propriedades magnéticas de um aço 3% Si**. Tese de Doutorado em Engenharia de Materiais. Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2012.

CICALE, S.; FORTUNATI, S.; ABBRUZZESE, G.; MATERA, S. **Influence of Inherent Inhibition on the Relationship between Grain Size and Secondary Recrystallization Texture in Oriented Silicon Iron**. International conference; 3rd. Grain growth in polycrystalline materials; 587- 592; TMS, Pittsburgh; PA, 1998.

CRUZ, Bruna Madeira Araújo da. **Efeito do Estiramento Durante o Recozimento Primário de um Aço Elétrico de Grão Orientado em sua Microestrutura e Propriedades Magnéticas**. Tese de Doutorado em Ciência dos Materiais. Instituto Militar de Engenharia, 2019.

CULLITY, B., **Introduction to Magnetic Material**, Addison Wesley, 1972

DUNN, C. G.; DANIELS, F. C.; BOLTON, M. J. **Relative Energies of Grain Boundaries in Silicon Iron**. Journal of Metallurgy, vol. 188, pp. 1245, 1950.

FARADAY, Michael. **Experimental Researches in Electricity**. Philosophical Transactions. Royal Society, Londres, 1831.

FARIA, Rubens N.; LIMA, Luiz Felipe C. P. **Introdução ao magnetismo dos materiais**. São Paulo: Livraria da Física, 2005.

FERREIRA, Leandro de Paulo. **Modelagem da Precipitação de AlN em Aços Elétricos de Grão Orientado**. Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas. Universidade Federal De Minas Gerais, Belo Horizonte, 2011.

FILARDO, J. V. **Perdas Magnéticas**. Curitiba: UFPR, 2003.

FROMMERT, M. *et al.* **Texture measurement of grain-oriented electrical steels after secondary recrystallization**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v. 320, e657-660, 2008.

GOLDSTEIN J.I.; NEWBURY D. E.; ECHIL P; Joy DC; Romig Jr AD; Lyman CE; Fiori C; Lifshin E. **Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis**. New York: Plenum Press; 1992.

GOSS, N. P. **Electrical sheet and method and apparatus for its manufacture and test**. United States Patent Office. Youngstown, Ohio, 1934.

GUO, Wei; MAO, Weimin. **Abnormal Growth of Goss Grains in Grain-oriented Electrical Steels**. J. Mater. Sci. Technol., 2010.

HEWITT, P. G. **Física conceitual**. 12. ed. Porto Alegre: Bookman, 2015.

HILLERT, M. **On the Theory of Normal and Abnormal Grain Growth**. ACTA Metallurgica. Vol. 13, 1965.

HÖLSCHER, M.; RAABE, D.; LUCKE, K. **Rolling and recrystallization texture of bcc steels**. Steel Research, v. 62, n. 12, p. 567-575, 1991.

INOKUTI, Y.; MAEDA, C.; ITO, Y. **Computer color mapping of configuration of Goss grains after an intermediate annealing in grain oriented silicon steel**. ISIJ, pp.139-144, 1987.

JENKINS, Keith; LINDENMO, Magnus. **Precipitates in electrical steels**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials. Vol. 320, 2008.

KENIKT E. A.; MAZIASZ P. J. **Application of Extraction Replicas and Analytical Electron Microscopy to Precipitate Phase Studies**. CONF-840767—6. 1984. Disponível em: <
https://inis.iaea.org/collection/NCLCollectionStore/_Public/16/033/16033847.pdf?r=1&r=1 >
Acesso em 01 de Nov. 2018.

KNIGHT, Randall. **Física: uma abordagem estratégica**. 2^a ed. Porto Alegre: Bookman, 2009.

KOMATSUBARA, M. *et al.* **Decarburized steel sheet for thin oriented silicon steel sheet having improved coating/magnetic characteristics and method of producing the same**. KAWASAKI STEEL CORPORATION, Japan. Int. Cl6. H01F 104. U. S. P. n° 5,571,342. 14 Dec 1993; 5 Nov 1996.

LANDGRAF, Fernando José Gomes. **Propriedades Magnéticas de Aços para fins Elétricos**. 2001. In: BOTT, Ivani; RIOS, Paulo; PARANHOS, Ronaldo (Org.). **Aços: perspectivas para os próximos 10 anos**. 1 ed. Rio de Janeiro, 2002, p. 109-128. Disponível em: <<http://www.pmt.usp.br/ACADEMIC/landgraf/nossos%20artigos%20em%20pdf/02Lan%20%20recope%20.pdf>>. Acesso em: 31 mar. 2018.

LEITE, Jean Vianeí. **Análise de modelos diferenciais de histerese magnética considerando laços menores de indução**. 2002.

LENZ, E. **Ueber die Bestimmung der Richtung der durch elektodynamische Vertheilung erregten galvanischen Ströme**. St. Petersburg, 1833.

LIAO, Chun-Chih; HOU, Chun-Kan. **Effect of nitriding time on secondary recrystallization behaviors and magnetic properties of grain-oriented electrical steel**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 322, 434–442, 2010.

LIN, P., PALUMBO, G., HARASE, J., AUST, K.T. **Coincidence site lattice (CSL) grain boundaries and Goss texture development in Fe-3% Si alloy**. Acta Mater., 44(12)4677-4683, 1996.

LUZ, Antônio M. R.; ÁLVARES, Beatriz A. **Curso de Física**, volume 3. São Paulo: Scipione, 2005.

MAFRA, Rafael Gonçalves. **Análise Numérica e Experimental do Comportamento Térmico de Transformador à Seco Suprindo Cargas Não Lineares**. Dissertação. Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2017.

MEURER, Evandro Jacob. **Estudo das perdas magnéticas interlaminares em máquinas elétricas**. Dissertação. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2005.

MIRANDA, Priscila Soares de. **Evolução microestrutural de um aço HGO 3% Si ao longo do recozimento de descarbonetação**. Dissertação de Mestrado. Instituto Militar de Engenharia, 2012.

MORAWIEC, A. **Grain misorientations in theories of abnormal grain growth in silicon steel**. Scripta materialia, v. 43, n. 3, p. 275-278, 2000.

PABST, W.; GREGOROVÁ, E. **Characterization of particles and particle systems**. ICT Prague, 2007.

PAOLINELLI, S. C. **Estudo da influência da temperatura de laminação a quente de acabamento sobre a estrutura e propriedades magnéticas de aços GNO com 2,0 e 3,0% Si**. Tese de Doutorado. REDEMAT. Ouro Preto, 2008.

PAOLINELLI, S. C., CUNHA, M. A.: **Evolution of non-oriented silicon steel texture on recrystallization and grain growth**. Mat. Sc. Forum, Vols. 467-470 (2004), p. 869-874.

PINHO, Luís Carlos Almeida Bastos de. **Materiais Magnéticos e suas Aplicações**. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-graduação em Engenharia Electrotécnica e de Computadores, Universidade do Porto, Portugal, 2009.

REIS, Fabiano Augusto Araújo dos. **Modelagem da precipitação de MnS em aços elétricos de grão orientado**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2010.

RUIZ, D. *et al.* **Magnetic Properties of High Si Steel with Variable Ordering Obtained through Thermomechanical Processing**. Journal of Applied Physics, vol. 93, 2003.

SAKAI, T.; SHIOZAKI, M; TAKASHINA, K. **A study on AlN in high permeability grainoriented silicon steel**. Journal of Applied Physics, 50, 2369, 1979.

SANTOS, Julio Penin. **Influências do ângulo de corte e da anisotropia nas propriedades magnéticas dos aços elétricos: O efeito textura**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2005.

SILVEIRA, C. C.; da CUNHA, M. A.; BUONO, V. T. L. **The influence of internal oxidation during decarburization of a grain oriented silicon steel on the morphology of the glass film formed at high temperature annealing**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 358-359, 65–69, 2014.

STRUDEL, J. L. **Physical Metallurgy**. R. W. Cahn, P. Haasen. 4 Ed. North-Holland: Elsevier, 1996.

TAGUCHI S, et al. **The development of grain-oriented silicon steel with high permeability**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 1976.

TAKAHASHI, N.; SUGA, Y.; KOBAYASHI, H. **Recent developments in grain-oriented silicon-steel**. Journal of magnetism and magnetic materials, v. 160, p. 98-101, 1996.

TOLEDO, Thalita França de. **Siliciação de aço silício**. Dissertação de Mestrado. REDEMAT. Belo Horizonte, 2007.

TOSIN, Giancarlo. **Microscopia Eletrônica de Transmissão**. In: Medidas para a Caracterização e Análise de Materiais. FEEC / UNICAMP, 2000. Disponível em: <<http://www.dsif.fee.unicamp.br/~furio/IE607A/TEM>>. Acesso em 29 de abr. 2018.

USHIGAMI, Y. *et al.* **Influence of primary Recrystallized Structure on Secondary Recrystallization in Fe-3%Si Alloy**. Materials Science Forum, vols. 204-206, pp. 623-628, 1996.

VIANA, C. S. C.; PAULA, A.S. **Texturas de deformação**. Anais Seminário Textura e relações de orientação, EPUSP, 2001.

VIEIRA, Leandro Nakamura Alves. **Aspectos termodinâmicos e microestruturais da precipitação de fases secundárias em 3%Si-Fe bifásico**. Dissertação de Mestrado em engenharia metalúrgica e de minas. Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2011.

VILELA, Tony Jefferson Sales. **Efeito da descarbonetação e nitreção simultâneas sobre estrutura e propriedades magnéticas de um aço silício de grão orientado.** Dissertação de Mestrado em engenharia de materiais - UFOP – UEMG. Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2015.

WILLIAMS, D. B. E CARTER, C. B. **Transmission Electron Microscopy.** Ed. Plenum, New York, 1996.

XIA, Z. *et al.* **Developments in the Production of Grain-Oriented Electrical Steel.** Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2008

ZAPAROLLI, Domingos. **Metais mais eficientes.** In: Revista Pesquisa FAPESP, ed. 251, 2017. Disponível em: < <http://revistapesquisa.fapesp.br/2017/01/10/metais-mais-eficientes/>>. Acesso em 31 de mar. 2018.