

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

**BRUNA MADEIRA ARAÚJO DA CRUZ**

**EFEITO DO ESTIRAMENTO DURANTE O RECOZIMENTO PRIMÁRIO DE UM  
AÇO ELÉTRICO DE GRÃO ORIENTADO EM SUA MICROESTRUTURA E  
PROPRIEDADES MAGNÉTICAS**

**RIO DE JANEIRO**

**2019**

**INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

**BRUNA MADEIRA ARAÚJO DA CRUZ**

**EFEITO DO ESTIRAMENTO DURANTE O RECOZIMENTO PRIMÁRIO DE UM  
AÇO ELÉTRICO DE GRÃO ORIENTADO EM SUA MICROESTRUTURA E  
PROPRIEDADES MAGNÉTICAS**

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciência dos Materiais.

Orientador: Luiz Paulo Mendonça Brandão, D.C.

Co-Orientador: Sebastião Da Costa Paolinelli, D.C.

Rio de Janeiro

2019

c2019

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 Praia Vermelha

Rio de Janeiro RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmear 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).

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 /  
Bruna Madeira Araújo da Cruz. -- Rio de Janeiro,  
2019.  
125 f.

Orientador: Luiz Paulo Mendonça Brandão.  
Coorientador: Sebastião da Costa Paolinelli.  
Tese (doutorado) - Instituto Militar de  
Engenharia, Ciência dos Materiais, 2019.

1. Aço elétrico de grão orientado . 2.  
Recozimento contínuo. 3. Estiramento. 4.  
Propriedades magnéticas. I. Paulo Mendonça  
Brandão, Luiz, orient. II. Costa Paolinelli,  
Sebastião da, coorient. III. Título.

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

BRUNA MADEIRA ARAÚJO DA CRUZ

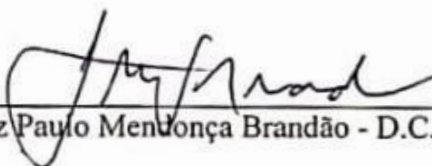
**EFEITO DO ESTIRAMENTO DURANTE O RECOZIMENTO  
PRIMÁRIO DE UM AÇO ELÉTRICO DE GRÃO ORIENTADO EM  
SUA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MAGNÉTICAS**

Tese de Doutorado apresentada ao Curso de Doutorado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciências em Ciência dos Materiais.

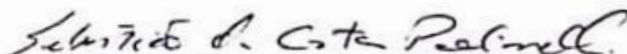
Orientador: Luiz Paulo Mendonça Brandão - D.C.

Coorientador: Sebastião da Costa Paolinelli - D.C.

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



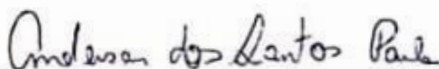
Luiz Paulo Mendonça Brandão - D.C. - Presidente



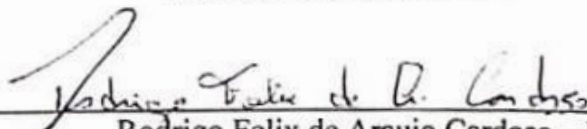
Sebastião da Costa Paolinelli - D.C. da Aperam South America



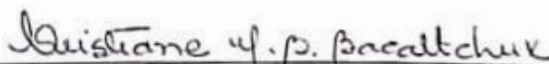
Alaelson Vieira Gomes - D.C. do IME



Andersan dos Santos Paula - D.C. do IME



Rodrigo Felix de Araujo Cardoso - D.C. da UERJ



Cristiane Maria Basto Bacaltchuk - Ph.D. do CEFET/RJ

Rio de Janeiro

2019

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pelo dom da vida e por permitir que tudo isso acontecesse.

Ao meu esposo Renato Batista da Cruz por todo companheirismo ao longo desses anos. Nossa jornada foi longa e agora, graças a Deus, estamos concluindo parte dela. Nada do que alcancei seria possível sem o seu amor e parceria. Juntos vamos conquistar muitos dos nossos sonhos. Meu amor por você é sem fim.

Aos meus pais Geraldo Araújo e Maria de Lourdes Araújo, e ao meu irmão Ewerton Madeira vocês são o meu porto seguro, sem o apoio de vocês eu não chegaria até aqui. Amo vocês!

A segunda família que Deus me concedeu, meus sogros Victor da Cruz e Isabel da Cruz, e minhas cunhadas Izabela da Cruz e Lorena Vaz. Agradeço por todo incentivo, amizade e apoio.

Ao professor Luiz Paulo Brandão por seu otimismo e dedicação.

Ao Sebastião da Costa Paolinelli por direcionar grande parte desse estudo, sua contribuição foi fundamental para a realização desse trabalho. Obrigada por se colocar sempre disponível e por todas as discussões enriquecedoras.

Ao Tarcisio Reis e Marco Antônio, professores dedicados que desde a graduação fazem diferença na minha vida.

Aos pesquisadores do centro de pesquisas da Aperam: Ângelo José, Dirce Amorim, Jose Rogério e Norma Elisabete; Geovane Martins, Hélio Alves, Rafael Lopes, Reginaldo Barbosa, Wilian Labiapari e Adolfo Viana. Em especial a Carolina Cesconetto por dividir comigo seu ambiente de trabalho, pelas sugestões e todo incentivo. Conviver com vocês me fez crescer muito.

Aos técnicos do centro de pesquisas da Aperam, principalmente os que participaram de forma direta na execução dessa tese: Hamlet Dutra, Marcos Oliveira e Paulo José; Ronilson Geraldo; Mardlório José e Guilherme Figueiredo; Robson Guimarães e Rodrigo Barony; Luciana Favarato, Michella Barony, Anderson Jonne e Marília Barony. Não há palavras que possam expressar o quanto sou grata.

Aos amigos que tornaram minha rotina muito mais leve: Aline Malta, Edivânia Maria, Raquel Bassoto, Nilcilene Aparecida, Débora Rocha, Amadeu Mourão, Jairo Ferreira e Mateus Wenceslau. Sentirei saudades de todas as conversas no horário do almoço.

Ao Geraldo Júnior, Edna Leite e Vitor Pagani por todo apoio e presteza. Ao Cláudio Alcântara e Ricardo José, pela simpatia e palavras diárias de incentivo.

Aos amigos do laboratório DRX e da pós-graduação do IME: Rodolfo Teixeira, Mônica Aline, Juciane Alves, Talita Gama, Camila Sousa, Marina Saad, Náhrima Chambela, Larissa Fernandes, Rogério Itaboraí, Ângelo Siqueira, Gabriel Onofre, Géssica Seara, Eustáquio Baeta, Natália Barony, Ramon Botelho, Saulo Brinco e Thiago Ferrão. As palavras de coragem ficarão para sempre registradas, vocês tornaram a trajetória muito mais agradável. Sentirei muitas saudades. Em especial a Marcelly Quintão por ser minha companheira de pesquisa e dividir comigo experiências e sentimentos, graças a Deus vencemos mais essa etapa.

Aos amigos mais incríveis Andrey Casanova e Caroline Serafim. Talvez eu não tenha palavras suficientes que me permitam agradecer a vocês com o devido merecimento, mas saibam que são mais que especiais em minha vida. Muito obrigada por tudo!

Aos professores do Instituto Militar de Engenharia por todos os ensinamentos transmitidos.

Aos meus familiares que em especial nesse momento tão difícil se mostraram fortes e unidos. Dói e vai doer por um tempo, mas estar com vocês é reconfortante.

À Aperam South America pelo material cedido para este estudo.

À Capes pelo incentivo financeiro.

## SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES .....	9
LISTA DE TABELAS .....	14
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS.....	15
LISTA DE SIGLAS .....	17
<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>20</b>
1.1 OBJETIVOS .....	21
1.1.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	21
<b>2. REVISÃO DA LITERATURA .....</b>	<b>22</b>
2.1 AÇOS ELÉTRICOS DE GRÃOS ORIENTADOS .....	22
2.2 CONCEITOS BÁSICOS DE MAGNETISMO .....	26
2.3 PERDAS MAGNÉTICAS .....	32
2.4 FATORES QUE AFETAM AS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS .....	33
2.4.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA .....	33
2.4.2 PRECIPITADOS E INCLUSÕES.....	35
2.4.3 ESPESSURA.....	35
2.4.4 TAMANHO DE GRÃO .....	36
2.4.5 CONTROLE DOS DOMÍNIOS MAGNÉTICOS.....	37
2.5 EVOLUÇÃO DA TEXTURA .....	37
2.6 ESTADO DA ARTE.....	48
<b>3. MATERIAL E MÉTODOS.....</b>	<b>52</b>
3.1 MATERIAL.....	52
3.2 PROCESSAMENTO .....	53

3.2.1	RECOZIMENTO PRIMÁRIO DE DESCARBONETAÇÃO E ESTIRAMENTO..	55
3.2.2	NITRETAÇÃO.....	58
3.2.3	RECOZIMENTO EM CAIXA .....	59
3.3	TÉCNICAS EXPERIMENTAIS .....	60
3.3.1	MICROSCOPIA ÓPTICA .....	61
3.3.2	DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	61
3.3.3	DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS (EBSD).....	62
3.3.4	MACROGRAFIA.....	63
3.3.5	ANÁLISES CARBONO .....	63
3.3.6	ANÁLISE DE NITROGÊNIO .....	63
3.3.7	TESTES MAGNÉTICOS.....	64
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>65</b>
4.1	MATERIAL DE PARTIDA .....	65
4.2	TESTE EXPLORATÓRIO .....	66
4.2.1	RECOZIMENTO PRIMÁRIO DE DESCARBONETAÇÃO E ESTIRAMENTO..	66
4.2.2	MICROESTRUTURA PRIMÁRIA .....	68
4.2.3	COMPOSIÇÃO QUÍMICA .....	70
4.2.4	ESTRUTURA SECUNDÁRIA .....	73
4.2.5	PROPRIEDADES MAGNÉTICAS .....	76
4.3	RESULTADOS POSTERIORES AO TESTE EXPLORATÓRIO.....	79
4.3.1	RECOZIMENTO PRIMÁRIO DE DESCARBONETAÇÃO E ESTIRAMENTO..	79
4.3.2	MICROESTRUTURA PRIMÁRIA .....	83
4.3.3	COMPOSIÇÃO QUÍMICA .....	89
4.3.4	TEXTURA PRIMÁRIA .....	92
4.3.5	ESTRUTURA SECUNDÁRIA .....	101
4.3.6	PROPRIEDADES MAGNÉTICAS .....	105



4.3.7	SEPARAÇÃO DAS PERDAS .....	110
5	CONCLUSÃO .....	116
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	117
7	REFERÊNCIAS .....	118

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG. 2.1 Representação da textura Goss. DL: direção de laminação e DT: direção transversal (adaptado de GÜNTHER et al, 2005). .....	22
FIG. 2.2 Histórico de produção de aços elétricos (adaptado de USHIGAMI et al, 2003). .....	25
FIG. 2.3 Curvas típicas de magnetização de (a) diamagnético; (b) paramagnético; (c) ferromagnético ou ferrimagnético (adaptado de CULLITY, 1972). .....	28
FIG. 2.4 Processo de alinhamento dos domínios magnéticos na direção do campo magnético (B) aplicado; (a) domínios desmagnetizados e (b) domínios magnetizados. ....	29
FIG. 2.5 Ciclo de histerese de um material ferromagnético e os processos de magnetização (adaptado de BOHN et al, 2004). .....	30
FIG. 2.6 Curvas de magnetização com o campo magnético externo aplicado em 3 diferentes direções cristalinas de um monocristal de ferro (adaptado de CULLITY, 1972). .....	31
FIG. 2.7 Efeito do teor de Si na perda magnética total a 1,7 T/50 Hz para aços HGO com diferentes resultados de $B_8$ e espessura de tira 0,35 e 0,30 mm (adaptado de TAGUCHI et al., 1976). .....	34
FIG. 2.8 Efeito da espessura nas perdas magnéticas totais para amostras de HGO e CGO, medidas em 1,0, 1,3 e 1,5 T. (adaptado de FOSTER e LITTMANN, 1985) .....	36
FIG. 2.9 Mapas derivados de EBSD obtidos por microscopia de orientação por imagem (OIM) da seção transversal de aço GO laminado a quente (a) mapa coberto com limites de altos ângulos de grãos ( $>15^\circ$ ) e (b) função de distribuição de orientação cristalina (FDOC) das seções $\phi_2 = 0^\circ$ e $45^\circ$ para a superfície e as áreas centrais da seção transversal de chapa de aço (adaptado de SHIN et al, 2008). .....	39
FIG. 2.10 Frações volumétricas das orientações cristalinas dos principais componentes de textura para um aço GO após cada etapa de processamento (adaptado de SHIN et al, 2008). .....	40
FIG. 2.11 Fração de área de grãos orientados Goss na faixa da recristalização primária e as amostras extraídas no processo de recozimento de alta temperatura. (a) Amostra com recristalização primária, (b) H1, (c) H2, (d) H3. (adaptado de LING et al, 2014). .....	44

FIG. 2.12 Evolução da frequência de ( $\Sigma 3 + \Sigma 5 + \Sigma 9$ ) em torno de grãos Goss e demais grãos das amostras extraídas de (a) H1, (b) H2, (c) H3. (adaptado de LING et al, 2014). .....	45
FIG. 2.13 (a) Micrografia esquemáticas de aço ao silício parcialmente recristalizado mostrando crescimento grãos Goss e matriz (b) micrografia esquemática ampliada, onde GCL e GHB correspondem a AB e DE, respectivamente no grão 1 (adaptado de RAJMOHAN e SZPUNAR, 2001). .....	47
FIG. 2.14 Efeito do esforço de tração aplicado sobre a perda total $P_T$ em 1,0; 1,2; e 1,5 T. De amostras não revestidas de 0,27 mm CGO e 0,29 mm de HGO (adaptado FOSTER e LITTMANN, 1985). .....	49
FIG. 2.15 Perda de energia $P_{1.7}$ de chapa de aço elétrico HGO como função da tensão mecânica aplicada durante a medição (adaptado de BEYER et al, 2011). .....	50
FIG. 2.16 Efeito do estiramento nas propriedades magnéticas. Cada resultado magnético corresponde à medida de duas tiras de 100 x 30 mm no quadro chapa única de 100 mm. .....	51
FIG. 3.1 Ilustração esquemática do corte das amostras fornecidas pela Aperam South América. .....	53
FIG. 3.2 Fluxograma das atividades realizadas no teste exploratório. .....	54
FIG. 3.3 Fluxograma das atividades realizadas no processamento posterior ao teste exploratório. .....	55
FIG. 3.4 Representação esquemática do forno contínuo de descarbonetação (adaptado de CESAR, 2012). .....	56
FIG. 3.5 Procedimento para medir o estiramento ocasionado durante o recozimento de descarbonetação. .....	58
FIG. 3.6 Ábacos na notação de bunge para $\phi_2 = 0$ e $45^\circ$ .....	62
FIG. 4.1 Micrografia na espessura do aço laminado. .....	65
FIG. 4.2 Funções de Distribuição de Orientação Cristalográfica para $\phi = 0^\circ$ e $45^\circ$ do aço laminado, segundo a notação de Bunge. .....	66
FIG. 4.3 Estiramento durante o recozimento de descarbonetação a 860 e 880 °C das amostras laminadas. .....	68
FIG. 4.4 Micrografias do aço por microscopia óptica ao longo da espessura após o recozimento primário de descarbonetação (a) 860 °C e 0% de estiramento; (b) 860	

°C e 9,61% de estiramento; (c) 880 °C e 0% de estiramento e (d) 880 °C e 19,73% de estiramento.....	69
FIG. 4.5 Variação do tamanho de grão primário após a descarbonetação em função do estiramento para as amostras recozidas em 860 e 880 °C.....	70
FIG. 4.6 Concentração de nitrogênio em função do estiramento alcançado para as dois fluxos de NH <sub>3</sub> e recozimento primário de descarbonetação a 860 °C.....	72
FIG. 4.7 Concentração de nitrogênio em função do estiramento alcançado para as dois fluxos de NH <sub>3</sub> e recozimento primário de descarbonetação a 880 °C.....	73
FIG. 4.8 Diâmetro equivalente dos grãos secundários (mm) em função do percentual de estiramento alcançado na recristalização primária.....	76
FIG. 4.9 Indução magnética máxima em função do percentual de estiramento.....	78
FIG. 4.10 Perda magnética total em função do percentual de estiramento.....	78
FIG. 4.11 Perfil térmico de uma amostra (50 x 650 x 0,27 mm) durante a descarbonetação no forno contínuo a 860 °C e velocidade de 1 m/min.....	80
FIG. 4.12 Média dos valores de estiramentos alcançadas durante o recozimento primário de descarbonetação a 860 °C.....	82
FIG. 4.13 Redução da largura e da espessura das amostras em função da tensão de tração aplicada durante o recozimento primário de descarbonetação.....	83
FIG. 4.14 Micrografias das amostras recristalizadas primariamente.....	84
FIG. 4.15 Micrografias das amostras recristalizadas primariamente (a) após a etapa de nitretação; (b) detalhe amostra após o recozimento de descarbonetação; (c) detalhe amostra após a nitretação.....	85
FIG. 4.16 Medida do tamanho de grão primário (µm) em função do estiramento alcançado para as amostras descarbonetadas e nitretadas.....	86
FIG. 4.17 Micrografias evidenciando a camada de óxido sobre a superfície das amostras após a descarbonetação e nitretação.....	88
FIG. 4.18 Comparação das medidas da espessura média da camada de óxido (µm) após a descarbonetação e nitretação.....	89
FIG. 4.19 Variação da concentração de nitrogênio (ppm) em função do estiramento (%) alcançado no recozimento de descarbonetação.....	91
FIG. 4.20 FDOC para (a) $\varphi_2 = 0^\circ$ e (b) $\varphi_2 = 45^\circ$ da amostra com estiramento de -0,16% após a etapa de descarbonetação.....	92

FIG. 4.21 FDOC para (a) $\varphi_2 = 0^\circ$ e (b) $\varphi_2 = 45^\circ$ da amostra com estiramento de 15,65% após a etapa de descarbonetação. ....	92
FIG. 4.22 FDOC para (a) $\varphi_2 = 0^\circ$ e (b) $\varphi_2 = 45^\circ$ da amostra com estiramento de -0,16% após a etapa de nitretação. ....	93
FIG. 4.23 FDOCs para (a) $\varphi_2 = 0^\circ$ e (b) $\varphi_2 = 45^\circ$ da amostra com estiramento de 15,65% após a etapa de nitretação. ....	93
FIG. 4.24 Variação da intensidade da fibra $\theta$ em função de $\varphi_1$ para as amostras descarbonetadas. ....	94
FIG. 4.25 Variação da intensidade da fibra $\theta$ em função de $\varphi_1$ para as amostras nitretadas. ....	94
FIG. 4.26 Variação da intensidade da fibra $\alpha$ em função de $\Phi$ para as amostras descarbonetadas. ....	95
FIG. 4.27 Variação da intensidade da fibra $\alpha$ em função de $\Phi$ para as amostras nitretadas. ....	96
FIG. 4.28 Variação da intensidade da fibra $\gamma$ em função de $\varphi_1$ para as amostras descarbonetadas. ....	97
FIG. 4.29 Variação da intensidade da fibra $\gamma$ em função de $\varphi_1$ para as amostras nitretadas. ....	97
FIG. 4.30 Variação da intensidade das componentes de textura $\{223\}\langle 241\rangle$ e $\{114\}\langle 148\rangle$ em relação à carga aplicada durante o recozimento primário para as amostras descarbonetadas. ....	98
FIG. 4.31 Variação da intensidade das componentes de textura $\{223\}\langle 241\rangle$ e $\{114\}\langle 148\rangle$ em relação à carga aplicada durante o recozimento primário para as amostras nitretadas. ....	99
FIG. 4.32 Ciclo térmico a partir dos dados experimentais do recozimento em caixa. ....	101
FIG. 4.33 Variação do diâmetro equivalente dos grãos após a recristalização secundária em relação ao estiramento alcançado durante o recozimento primário. ....	103
FIG. 4.34 Variação do tamanho de grão secundário (mm) em relação à concentração de nitrogênio (ppm) alcançada após a nitretação. ....	104
FIG. 4.35 Efeito do estiramento na indução magnética a 800 A/m ( $B_8$ ). ....	105
FIG. 4.36 Efeito da carga aplicada durante o recozimento primário na indução magnética a 800 A/m ( $B_8$ ). ....	106
FIG. 4.37 Efeito do estiramento na perda magnética total a 1,7 T e 60 Hz. ....	107
FIG. 4.38 Efeito da carga aplicada durante o recozimento primário na perda magnética total a 1,7 T e 60 Hz. ....	107

FIG. 4.39 Efeito da variação indução magnética a 800 A/m ( $B_8$ ) na perda magnética total a a 1,7 T e 60 Hz .....	108
FIG. 4.40 Efeito da variação indução magnética a 800 A/m ( $B_8$ ) em relação ao diâmetro equivalente dos grãos secundário (mm). .....	109
FIG. 4.41 Efeito da variação da perda magnética total a 1,7 T e 60 Hz em relação ao diâmetro equivalente dos grãos secundário (mm). .....	110
FIG. 4.42 Variação das perdas magnéticas totais a 1,7 T e 60 Hz em relação ao percentual de estiramento. ....	111
FIG. 4.43 Variação das perdas magnéticas totais a 1,7 T e 60 Hz em relação a carga aplicada durante o recozimento primário .....	111
FIG. 4.44 Variação das parcelas das perdas magnéticas a em relação ao percentual de estiramento. ....	112
FIG. 4.45 Variação das parcelas das perdas magnéticas a em relação a carga aplicada durante o recozimento primário de descarbonetação . ....	112
FIG. 4.46 Variação dos percentuais das parcelas das perdas em função do alongamento.....	114
FIG. 4.47 Variação das perdas por histerese e excesso em função do tamanho de grão secundário.....	115

## LISTA DE TABELAS

TAB. 2.1 Métodos de fabricação dos aços silício de grão orientado (adaptado TAKAHASHI, SUGA e KOBAYASHI, 1996). .....	24
TAB. 2.2 Comparação entre os processos de produção do aço GO por inibidores adquiridos e inerentes (adaptado de KUMANO, HARATANI e FUJII, 2005).....	26
TAB. 3.1 Composição química (% em massa) do aço em estudo. ....	52
TAB. 3.2 Parâmetros operacionais do recozimento primário de descarbonetação no forno contínuo .....	56
TAB. 3.3 Parâmetros operacionais da nitreção na linha piloto. ....	58
TAB. 3.4 Parâmetros operacionais do recozimento em caixa.....	60
TAB. 4.1 Resultados dos estiramentos obtidos para cada amostra descarbonetada. ....	67
TAB. 4.2 Composição química após as principais etapas do processamento.....	71
TAB. 4.3 Macroestruturas totalmente recristalizadas das amostras recozidas primariamente a 860 °C.....	74
TAB. 4.4 Macroestruturas totalmente recristalizadas das amostras recozidas primariamente a 880 °C.....	75
TAB. 4.5 Resultados dos ensaios magnéticos do teste exploratório.....	77
TAB. 4.6 Parâmetros do recozimento primário e resultado por amostra do estiramentos obtido .....	81
TAB. 4.7 Composição química após as principais etapas do processamento.....	90
TAB. 4.8 Valores das intensidades máximas alcançadas pelas componentes de textura em relação ao aço com textura aletória. ....	99
TAB. 4.9 Macroestruturas e diâmetros equivalentes referentes das amostras após o recozimento em caixa.....	102

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

HCl	–	Ácido clorídrico
$\alpha$		alfa
NH <sub>3</sub>	–	Amônia
A	–	Ampere
Å	–	angström
$\varphi_1, \Phi$ e $\varphi_2$	–	Ângulos de Euler
H <sub>c</sub>	–	campo coercitivo ou coercividade
H	–	campo magnético fundamental
h	–	hora
cm	–	centímetro
R <sup>2</sup>	–	Coefficiente de determinação
$\Delta$	–	delta
B	–	densidade de fluxo magnético ou indução magnética
CO <sub>2</sub>	–	Dióxido de carbono
Fe <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	–	Faialita
Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	–	Forsterita
Co-Ni-P	–	fosfato de níquel-cobalto
$\gamma$	–	gama
°	–	grau
°C	–	grau Celsius
Hz	–	hertz
LaB <sub>6</sub>	–	Hexaboreto de lantânio
B <sub>8</sub>	–	indução magnética no campo de 800 A/m
kg		quilograma
kgf	–	quilograma-força
kV		quilovolts
$\lambda$	–	lambda
lb	–	libra
M	–	magnetização
MPa	–	megapascal



m	–	metro
Ma	–	miliampére
Mm	–	milímetro
AlN	–	Nitreto de Alumínio
CrAlN	–	nitreto de cromo e alumínio
TiN	–	Nitreto de titânio
MgO	–	Óxido de magnésia
Mr	–	remanência magnética
μm	–	micrometro
N	–	Newton
Oe	–	oersted
μ	–	permeabilidade magnética
%	–	por cento
s	–	segundo
MnSe	–	Seleneto de Manganês
SiO <sub>2</sub>	–	Sílica
MnS	–	Sulfeto de manganês
X	–	suscetibilidade magnética
T	–	tesla
emu	–	unidade eletromagnética
W	–	watt

## LISTA DE SIGLAS

CCC	Cúbico de corpo centrado
CGO	Aço elétrico de grão orientado convencional
CSL	<i>Coincident Site Lattice</i> (Rede de sítios coincidentes)
DL	Direção de Laminação
DN	Direção Normal
DRX	Difração de raios X
DT	Direção Transversal
EBS	<i>Electron Backscatter Diffraction</i> (Difração de elétrons retroespalhados)
EBSP	<i>Electron Backscattered Patterns</i> (Padrão de elétrons retroespalhados)
FDOC	Função de distribuição de Orientação Cristalográfica
GBH	<i>Grain Bulge Height</i> (Altura da curvatura do grão)
GCL	<i>Grain Chord Length</i> (Comprimento da corda do grão)
GNO	Grão Não Orientado
GO	Grão Orientado
GOSS	orientação cristalográfica $\{110\}\langle 001\rangle$
HE	<i>High-Energy</i> (Alta energia)
HGO	<i>High Permeability Grain Oriented Steel</i> (Aço elétrico de grão orientado de alta permeabilidade)
HI-B	Aço silício de grão orientado de alta permeabilidade
IME	Instituto Militar de Engenharia
MEV	Microscópio Eletrônico De Varredura
MET	Microscópio Eletrônico De Transmissão
MIO (OIM)	Microscopia de Orientação por Imagem
OP	<i>Orientation Pinning</i> (Fixação da orientação)
P <sub>T</sub>	Perda total
Ppp	Parte por milhão
RG-H	Aço elétrico de grão orientado de alta permeabilidade
SST	<i>Single Sheet Tester</i> (Teste chapa única)

## RESUMO

Foi estudado o efeito do estiramento durante o recozimento primário de descarbonetação em um aço elétrico de grão orientado processado com baixa temperatura de reaquecimento de placa. As amostras laminadas foram recozidas em um forno contínuo para descarbonetação, em que a tensão de tração variou de 3 a 26 MPa, aproximadamente, de modo a proporcionar alongamentos na direção de laminação. Posteriormente as amostras foram nitretadas e recozidas em caixa para possibilitar a determinação das propriedades magnéticas. As amostras tiveram a microestrutura analisada por microscopia óptica e a textura por difração de raios X. O recozimento primário sob tensão de tração variável foi capaz de induzir estiramentos sem prejudicar o processo de descarbonetação no aço, de forma que ao final do recozimento, todas as condições apresentaram concentração de carbono inferior a 30 ppm. A matriz primária apresentou componentes de textura pertencentes a fibra  $\alpha'$ , em que a máxima intensidade da  $\{411\}\langle 148 \rangle$  favorece a recristalização secundária pela formação dos contornos CSL  $\Sigma 9$ , que são preferencialmente consumidos pelos grãos com orientação de Goss. As propriedades magnéticas pioram significativamente quando o alongamento médio alcançou 16,74%. O incremento do estiramento durante a recristalização primária proporcionou grãos secundários maiores, provavelmente pelo acréscimo da capacidade inibidora do crescimento normal dos grãos; com isso o deletério efeito do aumento da perda total é referente ao incremento das parcelas da perda anômala e por histerese.

## ABSTRACT

The effect of stretching during primary annealing of decarburizing on a grain oriented electrical steel processed with low temperature slab reheating was studied. The cold rolled samples were annealed in a continuous furnace for decarburization where the tensile strength ranged from about 3 to about 26 MPa to provide elongations in the rolling direction. Subsequently the samples were nitrated and annealed in box annealing furnaces to enable determination of the magnetic properties. The samples had a microstructure analyzed by optical microscopy and a texture by X-ray diffraction. Variable tensile annealing during the primary decarburization annealing was able to induce stretching without deteriorate the decarburization process in the steel. The primary matrix exhibit texture components belonging to  $\alpha'$  fiber, where the maximum intensity  $\{411\}\langle 148 \rangle$  favors secondary recrystallization by the formation of CSL  $\Sigma 9$  boundaries, which are preferably consumed by Goss oriented grains. Magnetic properties worsen with increasing stretching, especially when the average stretching reached 16.74%. The increase of the stretching during primary recrystallization provided the increase of the secondary grain size probably by the increase of the grain growth inhibition capacity, the deleterious effect of the increase of the losses is related to the increase of the anomalous losses and hysteresis.

## 1. INTRODUÇÃO

Os aços elétricos são materiais magnéticos de grande importância e muito utilizados por possuírem a capacidade de amplificar um campo magnético aplicado externamente, sendo que essa característica é o que possibilita a existência da maioria das máquinas elétricas.

A pesquisa para o desenvolvimento dos aços elétricos desperta o interesse em dois importantes segmentos econômicos no Brasil, as indústrias siderúrgicas e de eletricidade. Em nosso país, o consumo total desses produtos (aços elétricos de grão orientado GO, grão não orientado GNO e semiprocessados) é estimado em 400 mil toneladas anuais, e mundialmente a estimativa é de 12,5 milhões de toneladas ao ano (LANDGRAF, 2002; ZAPAROLLI, 2017).

Uma das tendências de estudos voltados para esses materiais é justamente a busca por aços com maior rendimento, devido à necessidade de conservação de energia. Portanto, torna-se cada vez mais relevante o desenvolvimento de materiais magnéticos de alto desempenho. (BACALTCHUK, CASTELLO-BRANCO, RAPTOPOULOS, 2013)

Nesse contexto, os aços elétricos de grão orientado de alta permeabilidade (HGO - High Permeability Grain Oriented Steel) têm significativa importância. Esses materiais caracterizam-se por apresentar acentuada textura Goss ( $\{110\}\langle 001\rangle$ ) na estrutura recristalizada após o recozimento secundário.

Devido ao significativo interesse industrial e científico de controlar a textura Goss, grande atenção tem sido dada a fabricação dos aços elétricos de grão orientado. Atualmente, existem diversas técnicas de produção, porém independente da rota de fabricação a recristalização primária é realizada em linhas de recozimento contínuo com a tira do aço sob tração. À vista disso, é fundamental compreender como o alongamento devido à variação da tensão de tração, aplicada durante o recozimento primário, pode afetar a microestrutura recristalizada (primária e secundária) e as propriedades magnéticas (CESAR, 2012).

É relevante destacar que na literatura não foram encontrados estudos sobre o efeito da tensão de tração durante a descarbonetação em aços elétricos GO produzidos com baixa temperatura de reaquecimento de placa, bem como os impactos na microestrutura e propriedades magnéticas.

## 1.1 OBJETIVOS

Estudar o efeito do estiramento durante o recozimento primário de descarbonetação de um aço elétrico de grão orientado, produzido com baixa temperatura de reaquecimento de placa, em sua microestrutura e propriedades magnéticas.

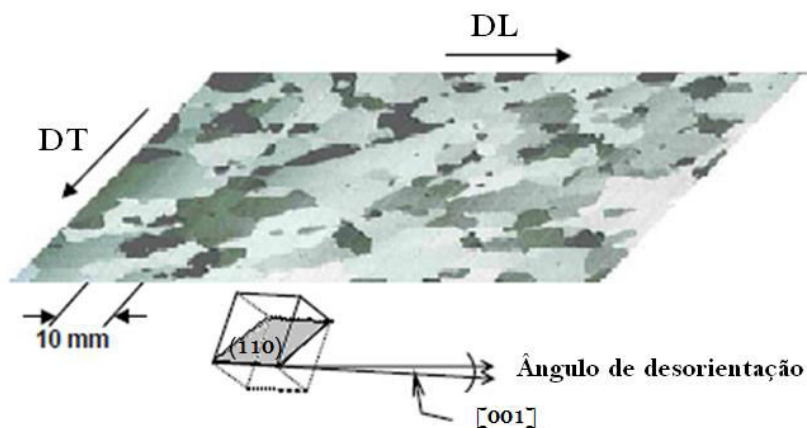
### 1.1.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- ✓ Avaliar a estrutura primária considerando o tamanho de grão, textura cristalográfica e análise de carbono residual;
- ✓ Avaliar a estrutura após a recristalização secundária considerando o tamanho de grão secundário e análise química;
- ✓ Realizar a separação das parcelas da perda magnéticas total;
- ✓ Correlacionar os resultados da micro e macroestrutura com as propriedades magnéticas obtidas.

## 2. REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 AÇOS ELÉTRICOS DE GRÃOS ORIENTADOS

Os aços elétricos de grão orientado são materiais magnéticos moles que são usados principalmente em núcleos de transformadores. Suas propriedades magnéticas estão intimamente relacionadas com o alto grau de orientação da textura  $\{110\}\langle 001\rangle$  (Goss), ilustrada na FIG. 2.1, que se desenvolve devido ao crescimento anormal desses grãos durante o recozimento secundário (KUBOTA, FUJIKURA e USHIGAMI, 2000; LANDGRAF, 2002; DORNER et al, 2006; SHIN et al, 2008; XIA, KANG e WANG, 2008; PARK et al, 2011; BEYER et al, 2011; LING et al, 2014).



**FIG. 2.1** Representação da textura Goss. DL: direção de laminação e DT: direção transversal (adaptado de GÜNTHER et al, 2005).

Esse material também é considerado o único produto fabricado na indústria siderúrgica que envolve o mecanismo da recristalização secundária, sendo por muitas vezes nomeado o “produto artístico do ferro” (SHIN et al, 2008; XIA, KANG e WANG, 2008; LING et al, 2014).

A presença do silício na composição química desses aços, aliada ao rígido controle das etapas de produção, assegura excelentes propriedades magnéticas. A incorporação do silício

no ferro já data mais de um século, sendo que em 1903 aços com silício passaram a ser produzidos industrialmente na Alemanha (LITTMANN, 1971; TAGUCHI, 1976).

A patente de Hadfield, emitida em 1903, deu o direito a uma empresa norte americana de iniciar a fabricação dos aços elétricos em escala industrial, e em 1906 aços com até 3% de silício já eram produzidos. Com isso, a qualidade desses materiais foi melhorada ano após ano devido ao aumento do teor de silício, redução do carbono e avanços tecnológicos nas siderúrgicas, que possibilitaram elevar a temperatura de recozimento desses aços (apud TAGUCHI, 1976).

Uma das grandes inovações que ocorreram durante a evolução dos aços elétricos foi a produção desses materiais com o grão orientado. Isso foi possível em 1934, ano em que Goss obteve a patente sobre o processo de fabricação. Tal método consiste na redução a frio em dois estágios com um recozimento intermediário. Essa técnica foi industrializada pela Armco Steel Corporation dos Estados Unidos. (TAGUCHI, 1976; DORNER et al, 2006).

Um destaque dentro desse segmento foi a produção de um novo tipo de aço elétrico GO com alta permeabilidade pela Nippon Steel Corporation em 1968. O aço então nomeado de HI-B teve o desalinhamento dos grãos com orientação Goss diminuída de 7° para 3°, a indução magnética no campo de 800 A/m ( $B_8$ ) aumentou de 1,82 T para 1,92 T, e a perda por histerese reduziu aproximadamente 0,19 W/kg a 1,7 T, 50 Hz. Em 1973, a Kawasaki Steel também conseguiu desenvolver o aço elétrico de grão orientado com alta permeabilidade e deu-lhe o nome de RG-H (TAGUCHI et al, 1976; TAKAHASHI, SUGA e KOBAYASHI, 1996; XIA, KANG e WANG, 2008).

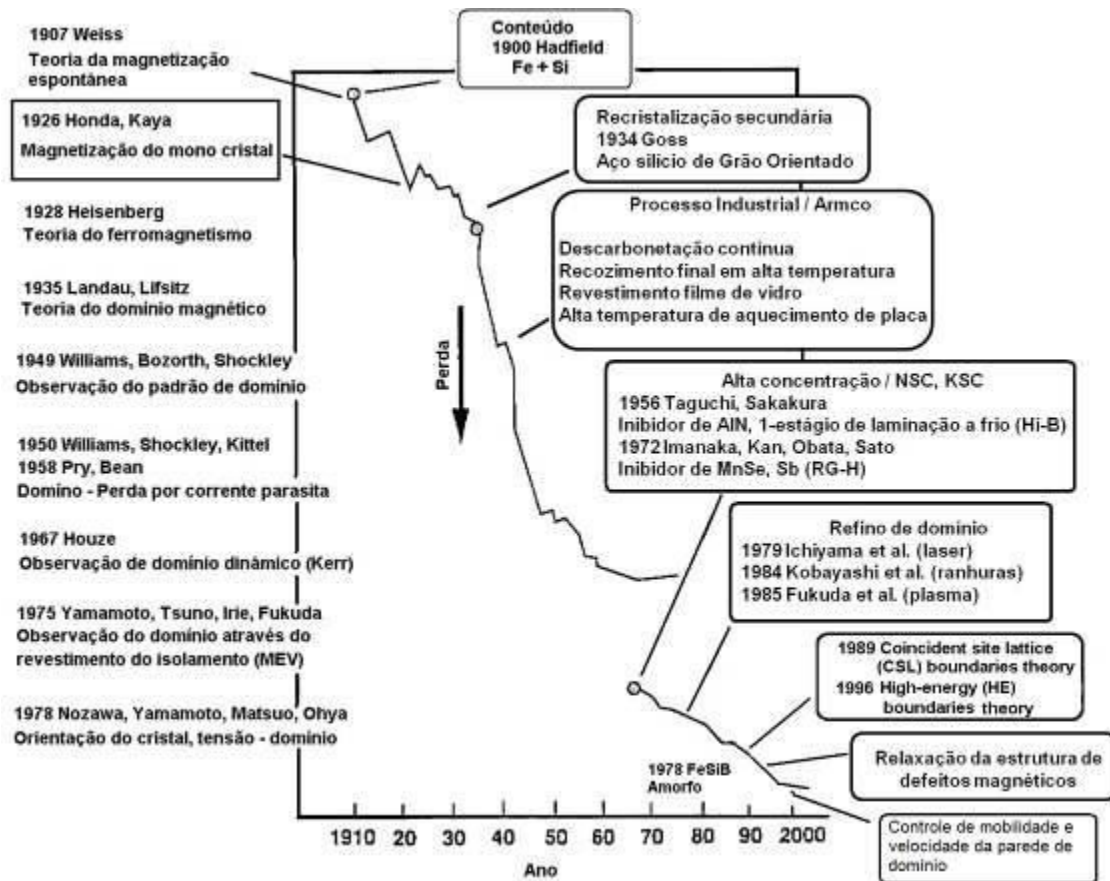
Desde então, os aços elétricos de grão orientado passaram a ser classificados em dois tipos: CGO (aço elétrico de grão orientado convencional) e HI-B (RG-H ou HGO) (aço elétrico de grão orientado de alta permeabilidade ou super orientado). As principais diferenças entre os processos de fabricação desses materiais são apresentadas na TAB. 2.1.



**TAB. 2.1 Métodos de fabricação dos aços silício de grão orientado (adaptado TAKAHASHI, SUGA e KOBAYASHI, 1996).**

<b>Método Armco (CGO)</b>	<b>Método Nippon Steel (HI-B)</b>	<b>Método Kawasaki (RG-H)</b>
Inibidor (Mn, S ou Se)	Inibidor (Al, N, Mn, S, Sn)	Inibidor (Mn, S ou Se, Sb)
Laminação a quente, reaquecimento de placa T > 1300 °C	Laminação a quente, reaquecimento de placa T > 1300 °C	Laminação a quente, reaquecimento de placa T > 1300 °C
Recozimento de normalização	Recozimento em alta temperatura	Recozimento de normalização
Primeira laminação a frio		Primeira laminação a frio
Recozimento intermediário	Forte laminação a frio com redução de 87%	Recozimento intermediário
Segunda laminação a frio com redução de 50%		Segunda laminação a frio com redução de 65%
Descarbonetação	Descarbonetação	Descarbonetação
Recozimento final	Recozimento final	Recozimento final
Aplainamento térmico e revestimento	Aplainamento térmico e revestimento	Aplainamento térmico e revestimento

Apesar de uma longa história de contínua melhoria das propriedades magnéticas, conforme mostrado por Ushigami e colaboradores (2003) na FIG. 2.2, o desenvolvimento dos aços elétricos de grão orientado ainda é um campo de estudo muito explorado. Atualmente as forças motrizes para a pesquisa são em busca de aços com menor perda do núcleo, objetivando transformadores energeticamente eficientes, além da pressão para reduzir os custos de produção com o objetivo de fabricar um produto competitivo (KUBOTA, FUJIKURA e USHIGAMI, 2000; GÜNTHER et al, 2005; BEYER et al, 2011).



**FIG. 2.2 Histórico de produção de aços elétricos (adaptado de USHIGAMI et al, 2003).**

As melhorias nas propriedades magnéticas dos aços elétricos nas últimas décadas resultaram no controle de impurezas, chapas mais finas, revestimentos melhorados, aperfeiçoamento da textura, otimização de tamanho de grão e estabelecimento de técnicas de refino dos domínios magnéticos (XIA, KANG e WANG, 2008; MOSES, 2012).

Já relacionado ao processo produtivo, os pesquisadores têm visado rotas de produção compactas e mais baratas. A produção convencional dos aços GO, além de ser longa, utiliza a temperatura de reaquecimento de placa muito alta (GÜNTHER et al, 2005; XIA, KANG e WANG, 2008).

O estudo mais avançado com aplicação industrial é o uso de temperatura mais baixa no reaquecimento das placas antes da laminação de desbaste. Quando as placas são reaquecidas a temperaturas muito elevadas, com o objetivo de proporcionar precipitados finos como inibidores, pode ocorrer a fusão de parte do material e demandar reparação constante do equipamento, aumentando os custos do processo de fabricação (GÜNTHER et al, 2005; XIA, KANG e WANG, 2008).

Para o uso de baixas temperaturas de reaquecimento de placas é necessário utilizar o método inibidor adquirido, onde os inibidores do crescimento de grão secundário são produzidos por nitretação da chapa descarbonetada através da injeção de amônia na atmosfera do forno. A temperatura necessária para o reaquecimento da placa, nesse processo, é na faixa de 1100 a 1200 °C. Já no método inibidor inerente, os elementos inibidores são adicionados ao aço fundido e precipitados durante o reaquecimento a altas temperaturas (KUMANO, HARATANI e FUJII, 2005; XIA, KANG e WANG, 2008).

Na TAB. 2.2 são apontadas as principais diferenças entre os processos de produção do aço GO por inibidores adquiridos e inerentes.

**TAB. 2.2 Comparação entre os processos de produção do aço GO por inibidores adquiridos e inerentes (adaptado de KUMANO, HARATANI e FUJII, 2005).**

<b>Classificação por tipo de preparação de inibidor</b>	<b>Temp. de reaquecimento da placa</b>	<b>Principais inibidores</b>	<b>Redução na última etapa de laminação</b>	<b>Tecnologia</b>
Inibidor Inerente (Solução sólida, Alta temperatura de reaquecimento da placa)	Temperatura	MnS	50%	Armco
	alta de	AlN, MnS	> 85%	Nippon Steel
	reaquecimento			
	T > 1300 °C	MnSe, (Sb)	> 65%	Kawasaki Steel
Inibidor adquirido (Nitretação, baixa temperatura de reaquecimento da placa)	Baixa temperatura	AlN	> 85%	Nippon Steel
	1100 1200 °C	(Nitretação)		

## 2.2 CONCEITOS BÁSICOS DE MAGNETISMO

As forças magnéticas, que são responsáveis pelas características dos aços elétricos, são geradas quando partículas eletricamente carregadas se movimentam. Ao submeter uma amostra de ferro, por exemplo, a um campo magnético, logo esse material torna-se

magnetizado e o nível de magnetização depende da força do campo aplicado (CULLITY, 1972; PADILHA, 2000; CALLISTER e RETHWISCH, 2012).

O campo magnético fundamental (H) é o campo que produz a magnetização (M) em materiais magnéticos. Já a densidade do fluxo magnético ou indução magnética (B) é a intensidade do campo magnético no interior de um material que está sujeito a um campo magnético externo (CULLITY, 1972; LANDGRAF, 2002; CALLISTER e RETHWISCH, 2012).

Com isso, Cullity (1972) descreveu que as propriedades magnéticas de um material são caracterizadas pela forma como a magnetização varia com o campo magnético. A razão entre essas duas medidas é chamada de suscetibilidade (X), EQ. 2.1:

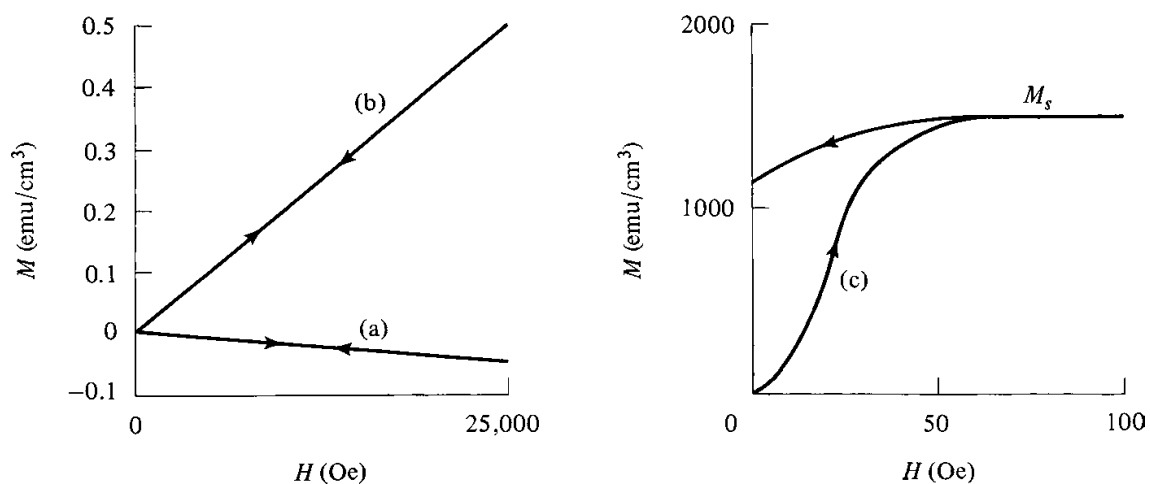
$$X = \frac{M}{H} \quad \text{EQ. 2.1}$$

Os efeitos magnéticos originam-se nas minúsculas correntes elétricas associadas a elétrons em órbitas atômicas ou a spins de elétrons, por isso os diferentes materiais respondem de formas distintas à exposição a campos magnéticos. De acordo com o comportamento magnético os materiais podem ser classificados em diamagnéticos, paramagnéticos, ferromagnéticos, antiferromagnéticos e ferrimagnéticos (PADILHA, 2000).

Os materiais magnéticos de tecnologia, como ferro, cobalto e níquel, conhecidos como ferromagnéticos, são capazes de serem magnetizados por campos relativamente fracos, além de apresentarem um momento magnético permanente na ausência de um campo externo (CALLISTER e RETHWISCH, 2012; HECK, 2013).

Gráficos típicos de magnetização são apresentados na FIG. 2.3. Os traçados (a) e (b), diamagnético e paramagnético, respectivamente, apresentam curvas lineares em circunstâncias normais e não retêm magnetismo quando o campo é removido. Já o comportamento mostrado na curva (c) é referente a um material ferromagnético. Esta curva apresenta aspecto não linear e indica os fenômenos da saturação e histerese (CULLITY, 1972).

A saturação refere-se à situação em que valores suficientemente elevados do campo magnético proporcionam magnetização constante, e a histerese é o fenômeno em que, após a saturação, a diminuição do campo magnético para zero não reduz a magnetização ao mesmo valor (CULLITY, 1972).



**FIG. 2.3** Curvas típicas de magnetização de (a) diamagnético; (b) paramagnético; (c) ferromagnético ou ferrimagnético (adaptado de CULLITY, 1972).

A fase ferromagnética ocorre em materiais cristalinos cujos átomos apresentam orbitais eletrônicos preenchidos por elétrons com spins desemparelhados na camada 3d. Esta fase é caracterizada pelo alinhamento dos momentos de dipolos magnéticos dos átomos constituintes do material (CULLITY, 1972).

As principais características desses materiais são que a relação entre a magnetização e intensidade do campo não é um valor único (sendo caracterizado por histerese); abaixo da temperatura de Curie existem regiões elementares de magnetização nos materiais, conhecidos como domínios Weiss; e esses materiais estão associados a determinadas formações de estrutura de cristal (HECK, 2013).

Para os materiais ferromagnéticos é mais interessante conhecer a permeabilidade magnética ( $\mu$ ) do que a suscetibilidade. Portanto, a permeabilidade magnética, EQ.2. 2, é dada pela razão da densidade de fluxo ( $B$ ) por um campo ( $H$ ) (CULLITY, 1972).

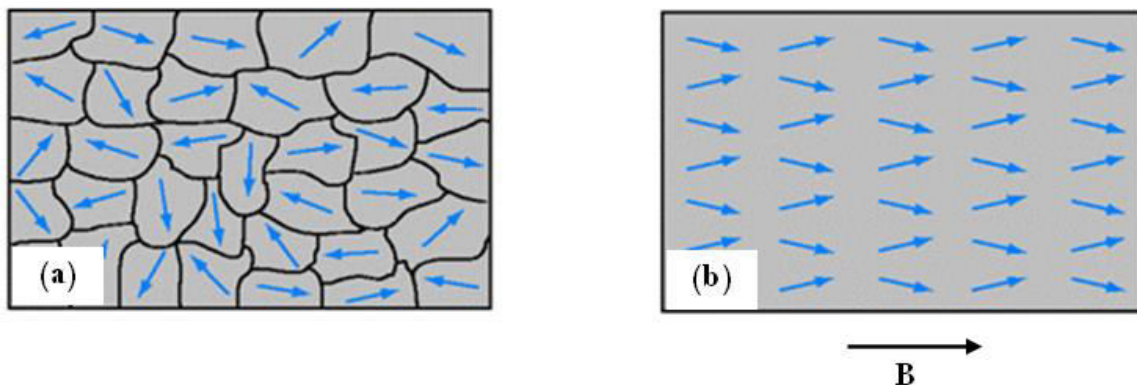
$$\mu = \frac{B}{H} \quad \text{EQ. 2.2}$$

Essa propriedade pode ser entendida como a capacidade de amplificação do campo magnético do material. A permeabilidade é o parâmetro mais importante para os materiais magnéticos moles, pois indica a quantidade de indução magnética que é gerada por um material quando colocado sob a ação de um determinado campo magnético. Porém, essa propriedade apresenta principalmente significado qualitativo, uma vez que ela varia com o

campo aplicado e é fortemente sensível à estrutura, pureza, tratamento térmico, deformação, etc (CULLITY, 1972; LANDGRAF, 2002; JILES, 2015).

Os materiais ferromagnéticos e ferrimagnéticos são classificados como moles ou como duros com base nas suas características de histerese. Os materiais magnéticos moles são usados em aplicações que podem envolver mudanças contínuas na direção de magnetização e onde as perdas de energia têm que ser baixas. Por esse motivo, a área relativa no interior do ciclo de histerese deve ser pequena, sendo caracteristicamente fina e estreita. Consequentemente, o material magnético mole deve possuir uma elevada permeabilidade inicial, além de uma baixa coercibilidade. O material que possui essas propriedades pode atingir a sua magnetização de saturação com a aplicação de um campo relativamente pequeno (isto é, facilmente magnetizado e desmagnetizado) e ainda possuir baixas perdas de energia por histerese (PADILHA, 2000; CALLISTER e RETHWISCH, 2012).

Durante o processo de magnetização os domínios tendem a se alinharem com o campo magnético aplicado, conforme a FIG. 2.4 (BOHN et al, 2004).



**FIG. 2.4 Processo de alinhamento dos domínios magnéticos na direção do campo magnético (B) aplicado; (a) domínios desmagnetizados e (b) domínios magnetizados.**

Ao submeter um material ferromagnético, inicialmente desmagnetizado, a um campo magnético externo com intensidade crescente, a magnetização medida na direção do campo irá aumentar até atingir o valor de saturação, a partir do qual um aumento no campo magnético externo não é capaz de proporcionar variações significativas na magnetização (BOHN et al, 2004).

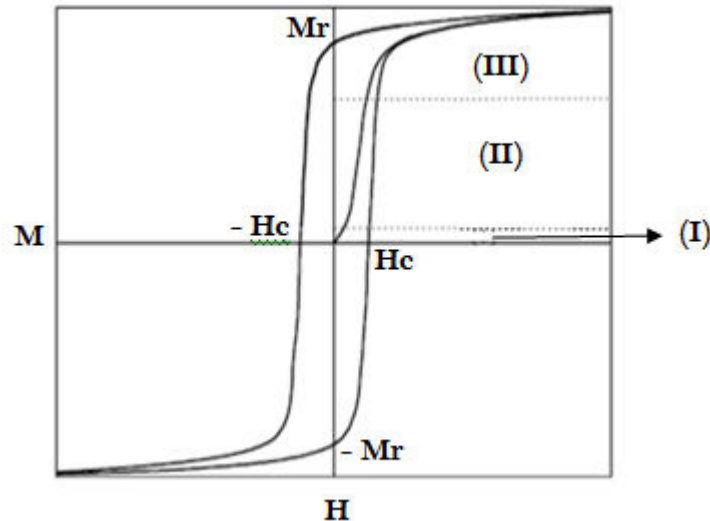
De acordo com o gráfico apresentado na FIG. 2.5 a região I é caracterizada pela área em que ocorrem variações reversíveis na magnetização. O processo de magnetização dá-se

principalmente por deslocamentos reversíveis das paredes dos domínios, mas também ocorrem, em menor intensidade, rotações irreversíveis da magnetização (BOHN et al, 2004).

A medida que o campo aumenta, o processo de magnetização torna-se irreversível (região II da FIG. 2.5). Nesta faixa predominam os movimentos irreversíveis da parede do domínio e rotações irreversíveis da magnetização (BOHN et al, 2004).

Por fim, atinge-se a faixa de aproximação da saturação (região III da FIG. 2.5). Nesta região predomina a rotação da magnetização e a partir deste ponto, o material entra na área de saturação técnica, onde o aumento do campo produzirá variações pequenas na magnetização (BOHN et al, 2004).

Ao diminuir o valor do campo magnético aplicado, a magnetização retorna ao valor de remanência ( $M_r$ ), quando o campo é nulo. Para que a magnetização seja zero é necessário aplicar um campo com sentido contrário e aumentar sua intensidade até o campo coercitivo ( $-H_c$ ). Intensificando ainda mais esse campo atinge-se o valor de saturação na direção oposta. Diminuindo-se a intensidade do campo atinge-se a remanência negativa ( $-M_r$ ) e aumentando-se o campo no sentido positivo a magnetização passa o zero, em ( $+H_c$ ), e alcança o valor de saturação novamente fechando o ciclo completo de histerese (BOHN et al, 2004).

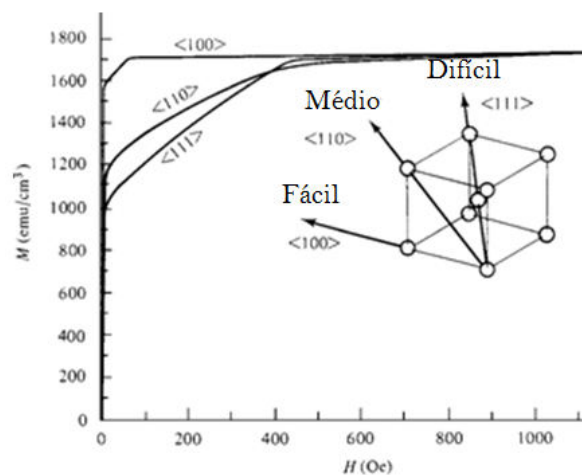


**FIG. 2.5 Ciclo de histerese de um material ferromagnético e os processos de magnetização (adaptado de BOHN et al, 2004).**

Uma propriedade intrínseca dos materiais ferromagnéticos é a forte anisotropia magnetocristalina, que pode ser entendida como a resposta que é dada a uma determinada energia de magnetização pelas diferentes direções cristalográficas do material. Portanto, as

propriedades magnéticas dependerão da direção em que o campo magnético é aplicado (LANDGRAF, 2002; SANTOS, 2005).

Para ilustrar esse efeito faz-se vista da FIG. 2.6, na qual são mostradas as curvas de magnetização para as três direções  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  e  $\langle 111 \rangle$  em um monocristal de ferro. Nota-se que na direção  $\langle 100 \rangle$  a saturação é atingida com intensidades de campos mais baixas, já nas direções  $\langle 110 \rangle$  e  $\langle 111 \rangle$  exige-se campos mais altos (LANDGRAF, 2002; SANTOS, 2005).



**FIG. 2.6** Curvas de magnetização com o campo magnético externo aplicado em 3 diferentes direções cristalográficas de um monocristal de ferro (adaptado de CULLITY, 1972).

A temperatura também pode influenciar as características magnéticas dos materiais. Para os materiais ferromagnéticos, antiferromagnéticos e ferrimagnéticos, os movimentos térmicos atômicos vão ao contrário das forças de pareamento entre os momentos dipolo atômicos adjacentes, causando algum desalinhamento do dipolo, independente do fato de um campo externo estar presente. Isso resulta na diminuição na magnetização de saturação (CALLISTER e RETHWISCH, 2012).

Os materiais ferromagnéticos quando aquecidos a temperaturas suficientemente altas tornam-se paramagnéticos, essa temperatura de transição é chamada de temperatura de Curie. Neste ponto ocorre queda repentina da permeabilidade do material e a coercividade e remanência magnética tornam-se zero (JILES, 1998).



## 2.3 PERDAS MAGNÉTICAS

A perda magnética é um dos principais parâmetros técnicos de seleção e controle dos aços elétricos, e por essa razão, nas últimas décadas, as perdas nos materiais magnéticos moles constituídos por ferro, com alta densidade de fluxo magnético, diminuíram progressivamente (GAVRILA e IONITA, 2002; LANDGRAF, 2002; BOHN et al, 2004).

As perdas de corrente alternada, que são características de materiais magnéticos moles, não são valores absolutos, pois dependem da densidade de fluxo magnético máxima, campo de excitação e da sua frequência, área do ciclo de histerese, condutividade elétrica do material, espessura e direção de corte da amostra em relação à direção de laminação (GAVRILA e IONITA, 2002; LANDGRAF, 2002; BOHN et al, 2004).

Geralmente as perdas magnéticas são divididas em três tipos principais: perdas causadas por histerese, perdas por correntes de Foucault e perdas em excesso (GAVRILA, IONITA, 2002; LANDGRAF, 2002).

As perdas por histerese referem-se à energia dissipada na forma de calor devido ao processo de reorientação dos domínios durante cada ciclo da corrente alternada aplicada ao material, uma vez que há um atraso entre a indução magnética e o campo magnético. Tais perdas são sensíveis a microestrutura dos aços, beneficiando-se do aumento do tamanho de grão, redução dos teores de elementos formadores de inclusões não metálicas (sulfetos, nitretos e óxidos) e da melhoria da orientação dos cristais no material laminado (TAGUCHI et al, 1976; BOHN et al, 2004; DE PINHO, 2009).

Por outro lado, as perdas por correntes de Foucault são associadas às correntes geradas pela variação da indução no material. A tendência do caminho da corrente, observado em uma seção transversal, é a formação de anéis perpendiculares à direção do fluxo. Formas de dificultar a formação dessas correntes parasitas são optar pelo material em lâminas com menor espessura, além de buscar aços com maior resistividade elétrica, como por exemplo, com maior teor de silício (TAGUCHI et al, 1976; BATISTELA, 2001; GAVRILA, IONITA, 2002; LANDGRAF, 2002; DE PINHO, 2009).

Por fim as perdas em excesso estão diretamente relacionadas à velocidade da parede do domínio. À medida que a largura do domínio diminui, com a redução do tamanho de grão, as paredes têm que percorrer uma distância menor e conseqüentemente a velocidade da parede

também diminui, proporcionando a redução nessa parcela das perdas (BOON e ROBEY, 1968).

## 2.4 FATORES QUE AFETAM AS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS

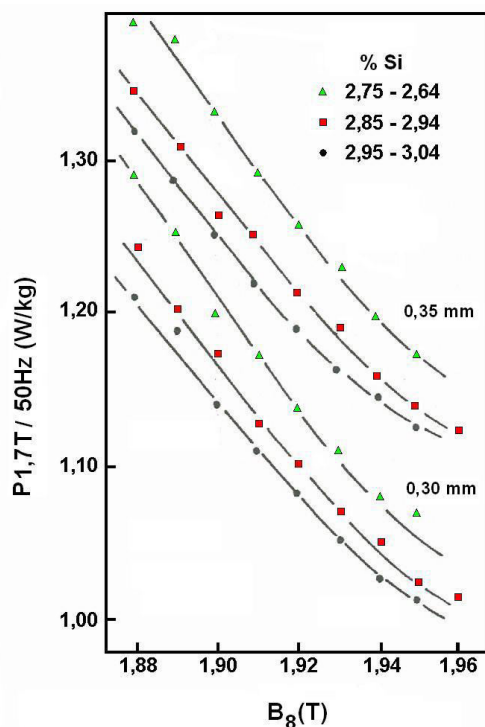
As demandas cada vez mais exigentes para os aços elétricos requerem propriedades magnéticas mais refinadas, como alta permeabilidade, baixa perda do núcleo e baixa magnetostricção, com o objetivo de reduzir o tamanho e o peso dos equipamentos, economizar energia e diminuir o ruído característico dos transformadores, respectivamente (TAGUCHI et al, 1976).

Por esses motivos, os aços elétricos de grãos orientados de alta permeabilidade possuem propriedades superiores, com o objetivo de melhorar as perdas por histerese pelo elevado grau de orientação do cristal, e melhorar a perda de correntes de Foucault devido ao efeito de tensões de tração elástica (TAGUCHI et al, 1976).

Além desses, muitos outros fatores estão associados às propriedades magnéticas dos aços elétricos entre eles a microestrutura, as variáveis da composição química, tamanho de grão e a distribuição e tamanhos de precipitados (LANDGRAF, 2002; CUNHA e PAOLINELLI, 2002).

### 2.4.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

A composição química é muito relevante para os aços elétricos, uma vez que ela pode alterar a resistividade elétrica desses materiais. O principal elemento químico que altera a resistividade elétrica dos aços para fins eletromagnéticos é o silício, sendo que o aumento do teor de silício nesses aços é capaz de reduzir as perdas por correntes de Foucault (FOSTER e LITTMANN, 1985; LANDGRAF, 2002; CARDOSO, DA CUNHA, BRANDÃO, 2013). Na FIG. 2.7 é apresentada a influência do teor de silício em amostras do HGO com diferentes espessuras.



**FIG. 2.7** Efeito do teor de Si na perda magnética total a 1,7 T/50 Hz para aços HGO com diferentes resultados de B<sub>8</sub> e espessura de tira 0,35 e 0,30 mm (adaptado de TAGUCHI et al., 1976).

De acordo com a FIG. 2.7, o aumento do teor de silício, em uma faixa de 2,75 a 3,04%, provoca o decréscimo da perda magnética total, sendo esse efeito observado em chapas de diferentes espessuras.

Teores de silício próximos a 3,2% são capazes de aliar os benefícios do aumento da resistividade elétrica e redução da anisotropia, sem dificultar o desenvolvimento de uma boa orientação magnética ou torná-lo quebradiço. Outra função muito importante do silício é a de dificultar a transformação de fase no ferro, permitindo uma grande variedade de tratamentos térmicos dentro do campo ferrítico (LITTMANN, 1967; BOHN et al, 2004; SANTOS, 2005).

O carbono também desempenha um papel muito importante sobre os aços elétricos, pois ele na forma de carbonetos pode proporcionar o envelhecimento magnético, principalmente nos produtos de maior espessura, e piorar as propriedades com o uso. Diante disso, tem-se a preocupação em manter o teor final de carbono nesses materiais abaixo de 0,003% (KUBOTA, FUJIKURA e USHIGAMI, 2000; LANDGRAF, 2002).

O alumínio combinado com o nitrogênio para formar nitreto de alumínio (AlN) atua principalmente como um inibidor secundário. O AlN é formado tanto antes do tratamento de

nitretação como durante o recozimento a alta temperatura e, para assegurar uma quantidade suficiente de AlN formado nos dois estágios, é necessário um teor de alumínio entre 0,01 e 0,10%. Se o teor de alumínio for inferior a 0,01%, o efeito do AlN como um inibidor secundário é insuficiente, tornando impossível obter grãos com textura Goss acentuada de forma estável e, quando excede 0,10% pode causar danos a película de vidro (OHATA et al, 2002).

Para o nitrogênio o limite superior, antes da nitretação, é de 0,0075%, pois teores maiores que esse provoca precipitação irregular durante a laminação a quente. A quantidade adicionada à chapa no tratamento de nitretação está limitada a 0,001 a 0,03% em massa. Pois, se for inferior a 0,001%, a recristalização secundária torna-se instável e, quando excede 0,03%, defeitos na película de vidro ocorrem com frequência (OHATA et al, 2002).

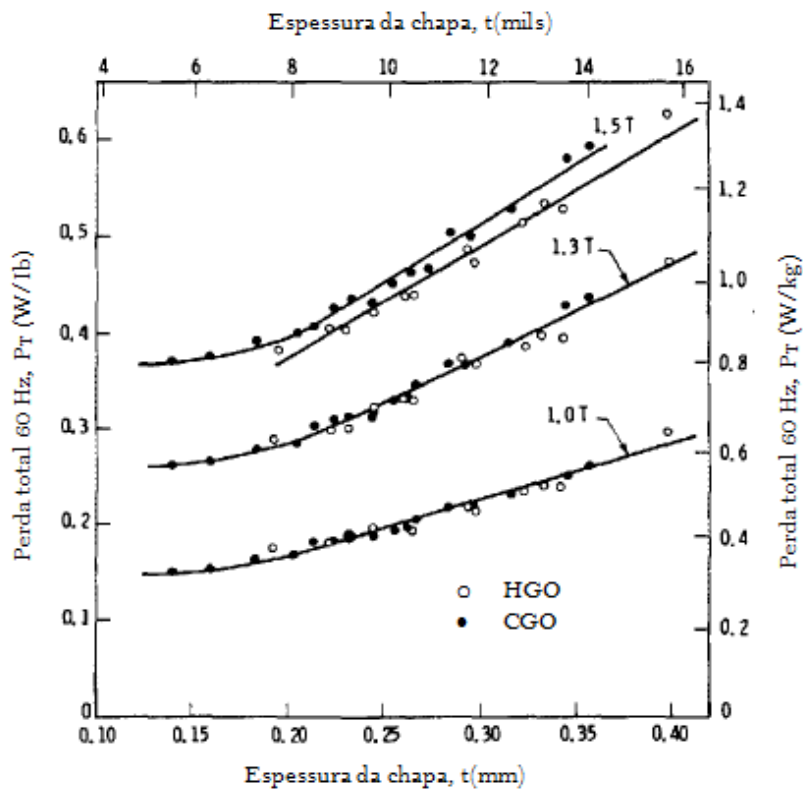
#### 2.4.2 PRECIPITADOS E INCLUSÕES

Alguns elementos podem formar inclusões tais como óxidos, nitretos e sulfetos, que possuem efeito nocivo às propriedades magnéticas. Os precipitados podem proporcionar o aumento da componente histerética das perdas, pois provocam o bloqueio das paredes dos domínios, exigindo campos magnéticos mais altos para movê-las. Essas inclusões também são capazes de restringir o crescimento dos grãos e formar textura com características aleatórias, influenciando nas propriedades magnéticas (LANDGRAF, 2002).

#### 2.4.3 ESPESSURA

A espessura é outra variante que também influencia as propriedades magnéticas dos aços elétricos de grão orientado. Geralmente ocorre diminuição das perdas parasitas com a redução da espessura dos materiais, porém, caso a espessura das lâminas seja inferior a 0,20 mm pode ocorrer aumento das perdas por histerese, e a vantagem da redução das perdas parasitas são compensadas (FOSTER e LITTMANN, 1985). Na FIG. 2.8 é possível observar a variação das

perdas em função da espessura dos aços elétricos de grão orientado regular (CGO) e de alta permeabilidade (HGO).



**FIG. 2.8** Efeito da espessura nas perdas magnéticas totais para amostras de HGO e CGO, medidas em 1,0, 1,3 e 1,5 T. (adaptado de FOSTER e LITTMANN, 1985)

Como indicado, nota-se que as perdas totais diminuem linearmente com o decréscimo da espessura até aproximadamente 0,20 mm, onde a partir de então as perdas por histerese tendem a aumentar (FOSTER e LITTMANN, 1985)

#### 2.4.4 TAMANHO DE GRÃO

O tamanho de grão é outro fator que interfere nas propriedades magnéticas dos materiais e esse efeito é considerado como o resultado da redução do espaçamento dos domínios magnéticos com o tamanho de grão decrescente. A parcela da perda que interfere no aumento

da perda total em relação ao tamanho de grão é perda por excesso (FOSTER e LITTMANN, 1985; BOON e ROBEY, 1968).

Como o aumento do tamanho de grão diminui a perda por histerese, porém aumenta as perdas por excesso, é necessário encontrar um tamanho de grão ótimo que possa minimizar a perda total.

#### 2.4.5 CONTROLE DOS DOMÍNIOS MAGNÉTICOS

O controle dos domínios magnéticos, como um meio de reduzir as perdas, pode ser realizado a partir da redução do tamanho de grão, indução de tensão de tração e por efeitos mecânicos e de textura (FOSTER e LITTMANN, 1985).

O método mecânico bem-sucedido de controle de domínio consiste em proporcionar arranhões na direção de laminação do material. Para um aço muito bem orientado, as reduções nas perdas totais podem chegar a 20% para 1,7 T (FOSTER e LITTMANN, 1985).

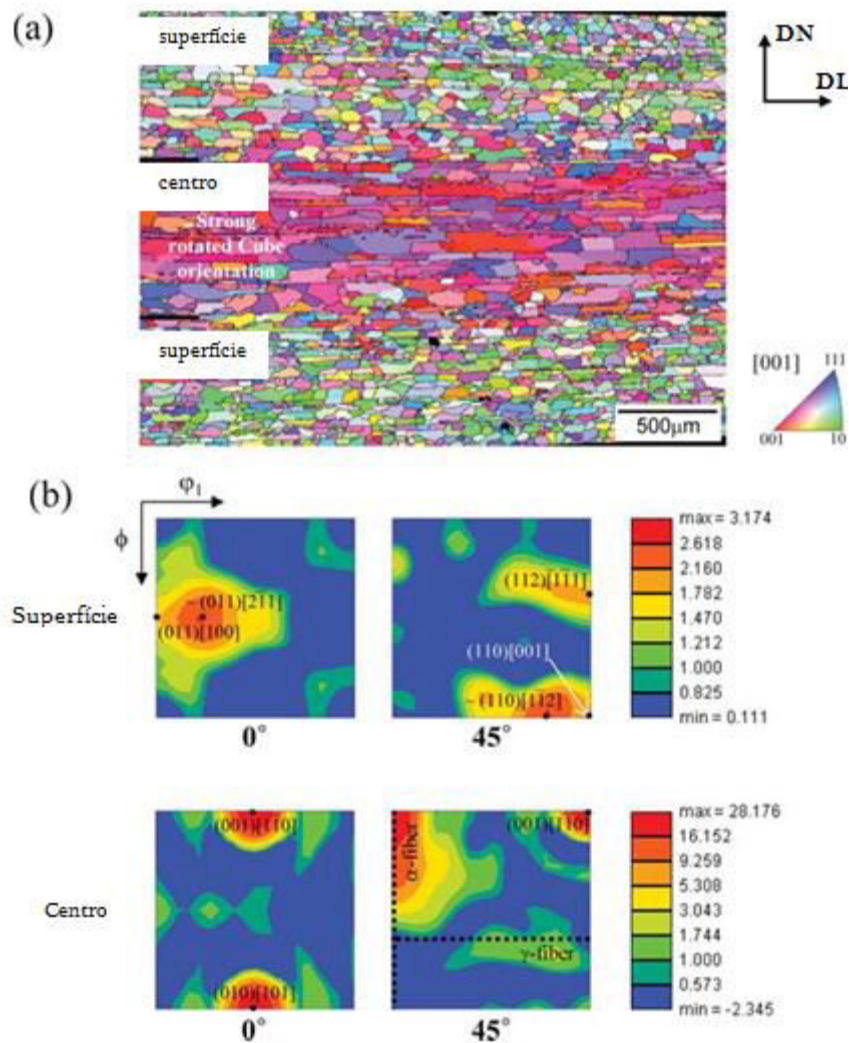
Outro método de refinamento do domínio está relacionado com a orientação cristalográfica do material, sendo que a observação de pequenos desvios da inclinação ( $2 - 3^\circ$ ) do plano (110) resulta no refinamento do domínio devido a efeitos magnetostáticos. Deve-se notar que a maioria dos métodos de controle dos domínios não é aditiva. Assim, se o tamanho do grão for diminuído, então os efeitos da textura ou de tração também serão minimizados. (TAGUCHI, YAMAMOTO e SAKAKURA, 1974; FOSTER e LITTMANN, 1985).

#### 2.5 EVOLUÇÃO DA TEXTURA

Um dos fenômenos mais importantes durante o processamento dos aços elétricos de grão orientado é o desenvolvimento da textura Goss ( $\{110\}\langle 001\rangle$ ) acentuada. A obtenção da textura de recristalização secundária adequada é que irá determinar o bom desempenho das propriedades magnéticas.

Os primeiros grãos com orientação Goss aparecem na microestrutura do aço GO laminado a quente (DORNER et al, 2006), porém essa não é a textura exclusiva dessa etapa do processamento. De acordo com Yan (2011) e seus colaboradores, durante a laminação a quente, além da textura Goss, duas outras texturas de cisalhamento se desenvolvem: a textura latão ( $\{110\}\langle 112\rangle$ ) e textura cobre ( $\{112\}\langle 111\rangle$ ), sendo essas as componentes de textura fortes nesta etapa.

O aço após a laminação a quente apresenta microestrutura não uniforme ao longo da sua espessura, conforme observado na FIG. 2.9 (a).



**FIG. 2.9** Mapas derivados de EBSD obtidos por microscopia de orientação por imagem (OIM) da seção transversal de aço GO laminado a quente (a) mapa coberto com limites de altos ângulos de grãos ( $>15^\circ$ ) e (b) função de distribuição de orientação cristalina (FDOC) das seções  $\phi_2 = 0^\circ$  e  $45^\circ$  para a superfície e as áreas centrais da seção transversal de chapa de aço (adaptado de SHIN et al, 2008).

Os grãos da superfície da chapa, que foram submetidos a fortes tensões de cisalhamento durante a laminação a quente, apresentaram forma equiaxial, enquanto que os grãos mais próximos às áreas centrais da amostra apresentaram forma alongada, dado que foram sujeitos a condições de deformação plana (SHIN et al, 2008).

Em relação à textura, conforme FIG. 2.9 (b), foi constatado que a região central da amostra apresentou forte textura fibra  $\alpha$  e cubo rodado ( $\{001\}\langle 110\rangle$ ), e fraca textura fibra  $\gamma$ .

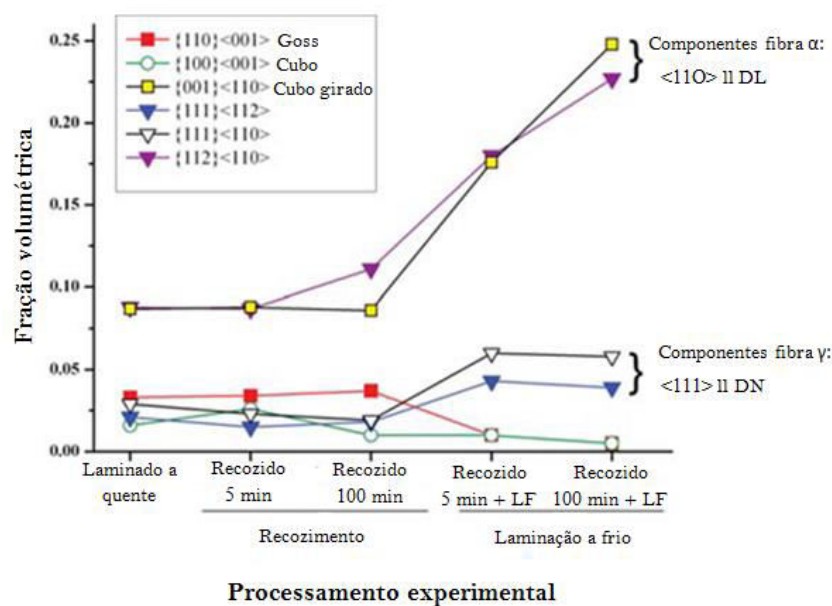


Na superfície foram observadas texturas latão e cobre fortes, e fraca textura Goss (SHIN et al, 2008).

A mudança no modo da deformação, variando de cisalhamento, na superfície, para deformação plana, no centro, resultou não apenas em uma microestrutura heterogênea, mas também conduziu a um gradiente de textura ao longo da espessura da amostra laminada a quente (SHIN et al, 2008).

No processo de laminação a frio as componentes de textura típicas são a fibra  $\alpha$  pronunciada e fibra  $\gamma$  fraca, sendo que as componentes ao longo da fibra  $\alpha$ , que já foram desenvolvidas na área central após a laminação a quente, foram reforçadas ao longo de toda a seção transversal durante a laminação a frio (DORNER et al, 2006; PARK et al, 2011; SHIN et al, 2008).

NA FIG. 2.10 é possível observar a evolução das componentes de textura, desde a laminação a quente até a laminação a frio. Nota-se que as componentes de textura  $\{001\}\langle 110\rangle$  e  $\{112\}\langle 110\rangle$ , pertencentes a fibra  $\alpha$ , são as que apresentam maior fração volumétrica em todas as etapas.



**FIG. 2.10** Frações volumétricas das orientações cristalinhas dos principais componentes de textura para um aço GO após cada etapa de processamento (adaptado de SHIN et al, 2008).

No estudo realizado por Dorner e colaboradores (2007) foi possível observar, por meio da técnica de EBSD, que há uma pequena concentração de textura Goss, cerca de 1%, logo após a laminação a frio, com desorientação máxima de 15°. A textura Goss ficou restrita às áreas com orientações próximas a  $\{111\}\langle 112\rangle$ , onde a maioria dos grãos estavam alinhados ao longo das bandas de cisalhamento. Essas observações foram ratificadas por Park e colaboradores (2011), em que grãos Goss foram encontrados próximos a superfície da chapa laminada a frio. Esses grãos foram em sua maioria formados em microbandas de deformação ou em bandas de cisalhamento, onde uma parte dos grãos foi originada a partir da chapa laminada a quente recozida, enquanto a outra foi formada durante a laminação a frio. (DORNER, ZAEFFERER, RAABE, 2007; PARK et al, 2011)

Nota-se na FIG. 2.10, que ao contrário da componente Goss, as componentes da fibra  $\gamma$ ,  $\{111\}\langle 110\rangle$  e  $\{111\}\langle 112\rangle$ , aumentaram durante a laminação a frio. Isso ocorre, pois os grãos com orientação Goss sofrem rotação para a orientação  $\{111\}\langle 112\rangle$  durante a laminação a frio (SHIN, 2008).

Foi analisado o efeito do envelhecimento, a 250 °C por 5 minutos entre os passes de redução na laminação a frio em um aço GO de alta permeabilidade. Tanino e demais pesquisadores (1981) notaram que a estrutura deformada com envelhecimento apresentou o aumento das bandas de cisalhamento localizadas perpendicularmente à direção de laminação. De acordo com os autores, os grãos com a orientação  $\{110\}\langle 001\rangle$  são instáveis na laminação a frio, e por isso rotacionam para  $\{111\}\langle 112\rangle$  durante a deformação.

O envelhecimento entre os passes provocou o travamento de alguns sistemas de deslizamento, devido à interação das discordâncias com os precipitados da matriz. Esse recurso levou a retenção da orientação Goss nas bandas de cisalhamento para os aços submetidos à baixa redução da espessura. Para elevadas deformações, orientações pertencentes ao eixo  $\langle 001\rangle$  foram desenvolvidas (TANINO et al, 1981).

Um estudo semelhante foi realizado por Amorim (2012). Neste trabalho a autora concluiu que a indução magnética não apresentou alterações, indicando que a textura não foi afetada pelo tratamento de envelhecimento entre passes de laminação, porém a perda magnética diminuiu com a redução do tamanho de grão, alcançando melhores resultados para a temperatura de envelhecimento de 200 °C.

De acordo com Park e colaboradores (2002) a estrutura primária recristalizada, textura e distribuição dos tamanhos dos precipitados antes do recozimento a alta temperatura, são importantes para a recristalização secundária de aços elétricos de grão orientado. Para os aços

de grão orientado de alta permeabilidade as orientações dominantes após a recristalização primária se encontram próximo de  $\{111\}\langle 112\rangle$ , pertencente à fibra  $\gamma$ , uma vez que a acentuada textura de laminação  $\{112\}\langle 110\rangle$  conduz a uma pronunciada textura de recristalização  $\{111\}\langle 112\rangle$  devido a sua correlação de orientação de  $35^\circ$  em torno de  $\langle 110\rangle$ . A orientação Goss é encontrada em menor grau em um aço elétrico de alta permeabilidade, se comparado à textura do aço elétrico convencional, e tais grãos não possuem vantagem de tamanho em comparação com os demais (DORNER et al, 2006; XIA, KANG e WANG, 2008; SHIN, 2008).

Em outro estudo (PARK et al, 2011) foi avaliada a interferência da taxa de aquecimento durante a recristalização primária na textura Goss; os pesquisadores observaram que durante a recristalização, o tamanho dos grãos com orientação Goss não foi influenciado pela velocidade de aquecimento, embora a fração e a distribuição desses grãos fossem influenciadas. Para taxas de aquecimento elevadas, a fração de grãos Goss é maior, e estes grãos apresentaram distribuições semelhantes, tanto na superfície quanto nas camadas médias.

Esses resultados foram confirmados na pesquisa na qual se verificou que durante a recristalização primária, a fração de grãos Goss recristalizados aumentou quando a velocidade de aquecimento é rápida, e isto foi mais relevante na camada superficial. Contudo, sob uma taxa de aquecimento típica, muitos dos grãos Goss são destruídos durante a fase inicial de recristalização. Quando a recristalização é completa, no caso de um taxa de aquecimento rápida, o número de grãos Goss com desorientação de  $\pm 5^\circ$  é aproximadamente o dobro, se comparada a uma taxa de aquecimento típico (PARK, JOO, PARK, 2013).

Os aços GO submetidos à forte laminação a frio, com reduções por volta de 89%, apresentam textura de recozimento um pouco diferente da mencionada anteriormente. A textura varia principalmente entre  $\{001\}\langle 120\rangle$  -  $\{113\}\langle 361\rangle$ , incluindo as componentes típicas  $\{001\}\langle 120\rangle$ ,  $\{114\}\langle 481\rangle$  e  $\{113\}\langle 361\rangle$ . Essas componentes podem ser classificados como fibra  $\{h, h, l\}\langle 1,2, 1/h\rangle$  textura (paralela à fibra  $\alpha$  em ODF em  $\phi_2 = 45^\circ$ ).

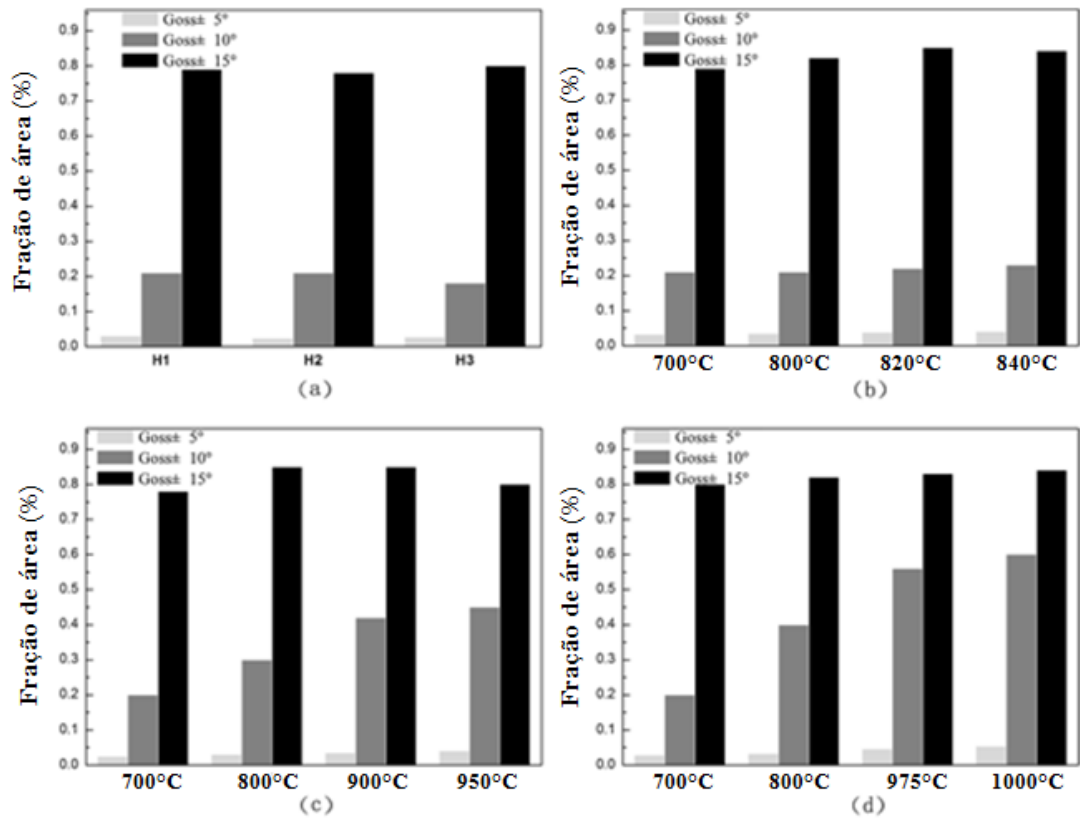
Por fim, ao finalizar o recozimento em altas temperaturas, os aços elétricos de grão orientado apresentam a microestrutura totalmente recristalizada com predominância de grãos com orientação Goss (CUNHA e PAOLINELLI, 2002).

O crescimento anormal dos grãos Goss durante a recristalização secundária ainda é objeto de pesquisa. Seu entendimento é crucial para o aperfeiçoamento das propriedades magnéticas dos aços GO, e não há uma clara compreensão dos fatores que levam ao crescimento somente

dos grãos com orientação  $\{110\}\langle 001\rangle$ . Portanto, a seguir estão relacionados alguns estudos que buscaram investigar esse assunto.

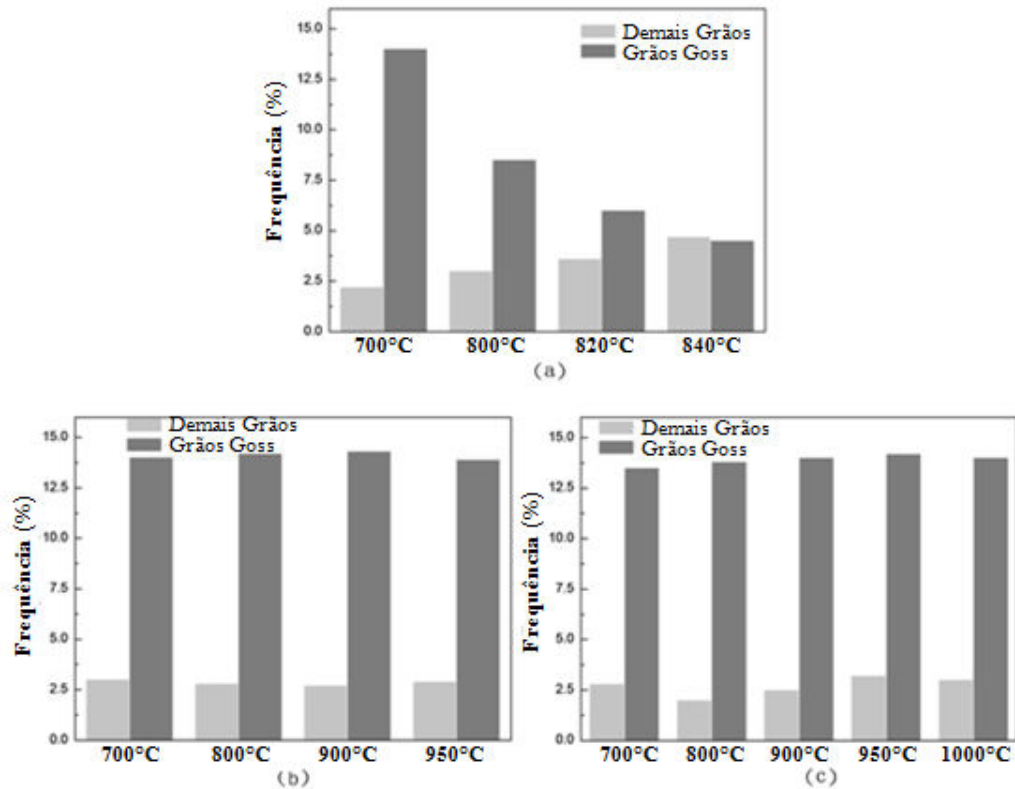
Em 1953, Dunn analisou monocristais de ferro silício laminados a frio com deformação de 70%, em três diferentes orientações, com o objetivo de determinar a origem da estrutura proveniente da recristalização secundária. Ao final de seus estudos, ele pôde verificar que quando a recristalização primária produziu uma estrutura de grão fina, as estruturas que durante a recristalização primária apresentaram vantagem de tamanho médio, cresceram durante a recristalização secundária, em que a força motriz principal desse processo foi a energia dos contornos de grão.

Seguindo outra linha de raciocínio relacionada ao crescimento anormal dos grãos Goss, Ling e colaboradores (2014) estudaram a relação entre os inibidores de crescimento de grão e as características da recristalização secundária do aço elétrico de grão orientado de alta permeabilidade. O objetivo principal desse trabalho foi investigar os desvios dos grãos da exata orientação Goss e observar a evolução da distribuição dos contornos de grão no estágio primário do recozimento de alta temperatura antes da recristalização secundária. De acordo com a FIG. 2.11 foi observado que com o aumento da capacidade inibidora ( $H1 < H2 < H3$ ), e conseqüentemente aumento da temperatura de início da recristalização secundária, a fração dos grãos com desvio de  $\pm 5^\circ$  e  $\pm 10^\circ$  da orientação Goss aumentaram, indicando que uma capacidade inibidora suficiente pode diminuir os desvios de orientação dos grãos em relação à Goss.



**FIG. 2.11** Fração de área de grãos orientados Goss na faixa da recristalização primária e as amostras extraídas no processo de recozimento de alta temperatura. (a) Amostra com recristalização primária, (b) H1, (c) H2, (d) H3. (adaptado de LING et al, 2014).

Já na FIG. 2.12 os pesquisadores observaram a evolução dos contornos CSL (*Coincident Site Lattice*)  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 5$  e  $\Sigma 9$  em torno dos grãos com orientação Goss e dos demais grãos. Os autores apontaram que com o aumento da capacidade inibidora, a frequência dos contornos ( $\Sigma 3 + \Sigma 5 + \Sigma 9$ ) em torno de grãos Goss será sempre maior do que os demais grãos até a ocorrência de recristalização secundária, o que garantiu a vantagem do crescimento anormal de grãos Goss em relação aos demais, principalmente para as composições H2 e H3.



**FIG. 2.12** Evolução da frequência de ( $\Sigma 3 + \Sigma 5 + \Sigma 9$ ) em torno de grãos Goss e demais grãos das amostras extraídas de (a) H1, (b) H2, (c) H3. (adaptado de LING et al, 2014).

Esse modelo de crescimento também foi discutido por Homma e Hutchinson (2003), onde levou em consideração que o crescimento dos grãos Goss está associado à presença de contornos do tipo CSL.

Também em 2003, Homma e Hutchinson juntamente com Kubota investigaram o mecanismo de produção da orientação Goss altamente preferencial em um aço HGO em comparação com o convencional. A medida da orientação dos grãos foi realizada pelo EBSD. Os autores inferiram que a fase de nucleação criou uma vasta gama de orientações e a fase de crescimento promoveu distintiva seleção dos grãos, onde no aço de alta permeabilidade cada processo de seleção produziu orientações consideravelmente diferentes e, conseqüentemente, pequena tolerância de desvio de ângulo foi aceitável, produzindo elevada permeabilidade magnética; já no material convencional ocorreu uma seleção moderada durante o crescimento dos grãos, o que resultou numa maior difusão nas orientações secundárias.

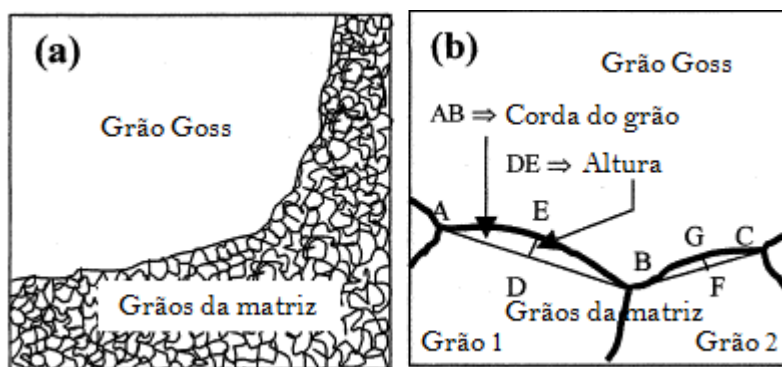
Hayakawa e Kurosawa (2002) discutiram outra teoria relacionada ao crescimento anormal dos grãos Goss durante a recristalização secundária. Neste trabalho, os autores objetivaram aplicar o modelo baseado nas propriedades físicas dos contornos de alta energia

(*High-Energy*, HE), sendo esses definidos como contornos com ângulos de desorientação entre 20 e 45°. Além disso, outros dois modelos, CSL e OP (*Orientation Pinning*), foram testados.

Foram avaliadas amostras de aço Fe-3,3%Si-0,05%C contendo AlN e MnS como inibidores, sendo que elas foram laminadas a frio em duas condições distintas: laminação convencional e laminação cruzada, objetivando diferentes texturas ao final da recristalização secundária. Os pesquisadores concluíram que o modelo HE pôde prever o desenvolvimento da textura durante o recozimento de recristalização secundária, uma vez que durante a recristalização primária, as amostras apresentaram maior frequência de contornos de alta energia em torno dos grãos com desvio entre 10 e 20° da orientação predominante na recristalização secundária. Porém, tal fato não foi observado nos demais modelos testados (HAYAKAWA, KUROSAWA, 2002)

Em concordância com os estudos de Hayakawa e Kurosawa, os pesquisadores Rajmohan e Szpunar (2001) realizaram análises de microscopia de imagem de orientação no aço HGO. Os resultados sugeridos foram que os contornos com desorientação entre 20 e 45° tem taxa de migração superior em comparação com os demais limites. Dessa forma, os grãos “ilhas” são formados como resultado de contornos muito lentos em torno deles. Estes contornos em torno dos grãos “ilhas” eram predominantemente de baixa (< 20°) ou elevada (> 45°) desorientação.

A metodologia deste trabalho foi baseada na observação das variações existentes nos contornos de grãos em crescimento limítrofes aos grãos Goss. Dessa forma, por meio dos parâmetros *Grain Chord Length* (GCL) e *Grain Bulge Height* (GBH), se a razão GBH/GCL for pequena, a taxa de migração do contorno de grão é alta, caso a razão seja elevada, a taxa de migração é baixa. Na FIG. 2.13 é mostrado como foram realizadas as medidas dos parâmetros GCL e GHB (RAJMOHAN e SZPUNAR, 2001).



**FIG. 2.13 (a) Micrografia esquemáticas de aço ao silício parcialmente recristalizado mostrando crescimento grãos Goss e matriz (b) micrografia esquemática ampliada, onde GCL e GHB correspondem a AB e DE, respectivamente no grão 1 (adaptado de RAJMOHAN e SZPUNAR, 2001).**

Morawiec (2000) fez um levantamento das hipóteses a respeito do crescimento anormal dos grãos Goss nos aços ao silício, e nesse estudo ele comentou as teorias de “nucleação seletiva” e “crescimento seletivo”, no qual estão englobadas as teorias de contornos de grãos CSL e contornos de grãos de alta energia (HE). Porém o autor concluiu que tais teorias funcionam como filtros adicionais para a seleção da componente Goss durante o crescimento secundário e que nenhum desses modelos traz uma explicação aceitável do fenômeno completo, onde tais hipóteses não passam de especulações científicas.

Mais recentemente, outros estudos como o de Ko e colaboradores (2008) sugeriu a abordagem do molhamento no estado sólido com objetivo de procurar evidências experimentais do crescimento anormal dos grãos por junção tripla, como forma de explicar o crescimento anormal dos grãos Goss durante a recristalização secundária.

Nessa mesma perspectiva, Park e colaboradores (2010) examinaram a existência de subcontornos no crescimento anormal dos grãos Goss, por microscopia eletrônica de transmissão (TEM), na fase inicial de recristalização secundária. O material utilizado neste estudo foi de Fe-3%Si com AlN (nitreto de alumínio) empregado como um inibidor de crescimento de grãos. Os autores concluíram que o crescimento anormal dos grãos Goss nesse material podia estar relacionado à característica única deles apresentarem subcontornos, formados por discordâncias aresta de muito baixo ângulo, dentro de um intervalo de desorientação de  $0,1^\circ$  -  $0,5^\circ$ . A justificativa apresentada foi que se um grão contém subcontornos de muito baixa energia a probabilidade do grão crescer por molhamento do estado sólido ao longo de junções



triplas torna-se tão alta que os grãos contendo subcontornos se submetem ao crescimento anormal de grão seletivo.

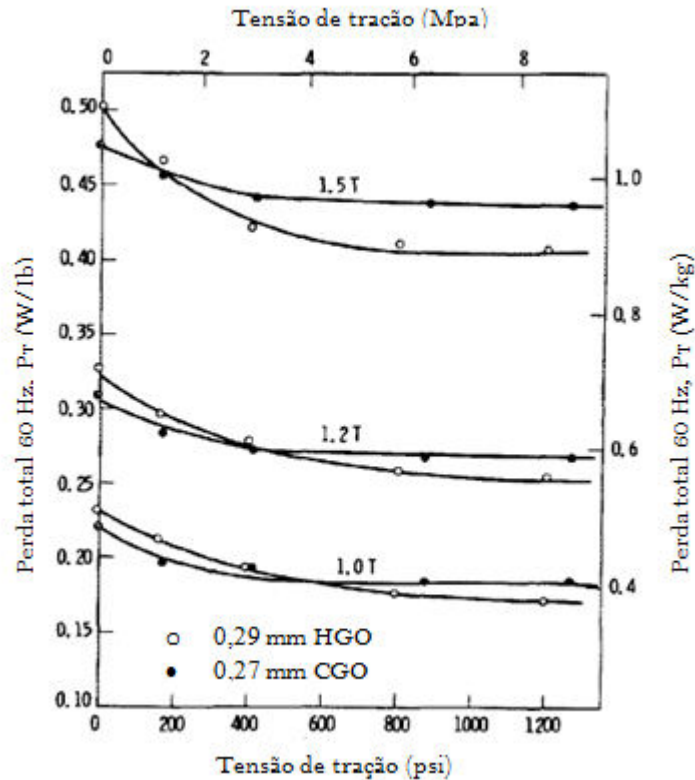
Por fim, Morawiec (2011) conclui que a evolução da textura e a acentuada textura final nos aços de grão orientado pode ser explicada se grãos com baixa energia livre de superfície têm uma alta probabilidade de crescimento. A descrição proposta do fenômeno do crescimento anormal de grãos Goss tem por objetivo contornar as deficiências das teorias baseadas puramente sobre as propriedades dos limites de grão. No entanto, apenas alguns conceitos foram delineados e muitas lacunas precisam ser preenchidas.

## 2.6 ESTADO DA ARTE

Alguns estudos relatam o efeito da tensão de tração nas propriedades magnéticas dos aços elétricos, porém a maioria em contextos que diferem do proposto nesta tese. A principal aplicação desses trabalhos é relacionada ao uso de revestimentos indutores de tensão.

Na produção dos aços elétricos de grão orientado há a formação de um revestimento vítreo denominado forsterita ( $Mg_2SiO_4$ ). Esse revestimento cerâmico é formado durante a recristalização secundária a partir de reações de difusão da faialita ( $Fe_2SiO_4$ ) e sílica ( $SiO_2$ ) com a magnésia ( $MgO$ ) depositada sobre o aço.

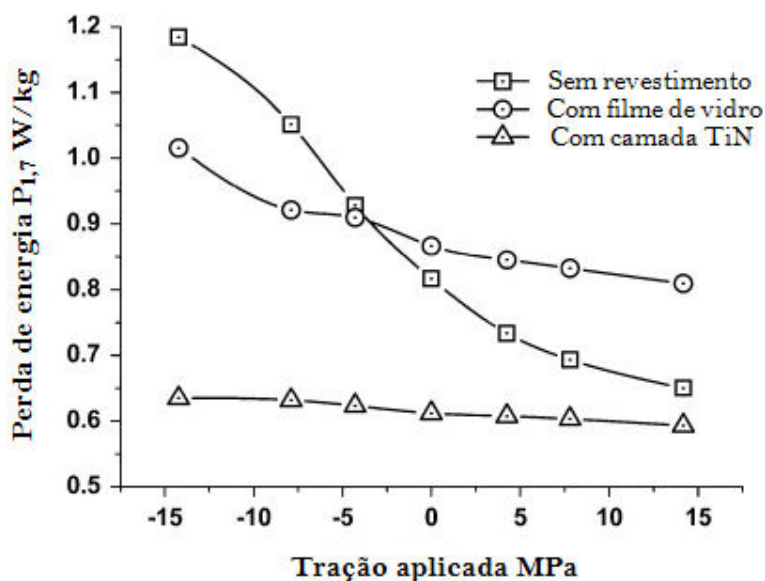
Foster e Littmann (1985) comprovaram que o revestimento cerâmico provoca tensão sobre a superfície das amostras, ocasionando a redução das perdas totais, conforme a FIG. 2.14.



**FIG. 2.14** Efeito do esforço de tração aplicado sobre a perda total  $P_T$  em 1,0; 1,2; e 1,5 T. De amostras não revestidas de 0,27 mm CGO e 0,29 mm de HGO (adaptado FOSTER e LITTMANN, 1985).

De acordo com os autores, a melhora das perdas totais é devida a redução do espaçamento entre os domínios magnéticos.

O mesmo efeito foi constatado por Beyer e colaboradores (2011), porém nesse estudo além da forsterita foi aplicado outro revestimento de TiN (nitreto de titânio) sobre a superfície de um aço elétricos de grãos orientado de alta permeabilidade. A maior redução da perda do núcleo alcançada foi de 28% (de  $P_{1,7} = 0,86$  W / kg para chapas de aço elétricas revestidas comercialmente da HGO com filme de vidro para 0,62 W / kg para material revestido com TiN), sendo que a redução da perda total foi devida a diminuição da parcela da perda em excesso (FIG. 2.15). Também já foram testados outros tipos de revestimento, como o nitreto de cromo e alumínio (CrAlN) e fosfato de níquel-cobalto (Co-Ni-P), em ambos os estudos foi constatado que a aplicação do revestimento na superfície do aço, promoveu tensão de tração e melhorias nas perdas totais, pelo estreitamento dos domínios magnéticos (GOEL et al, 2016).

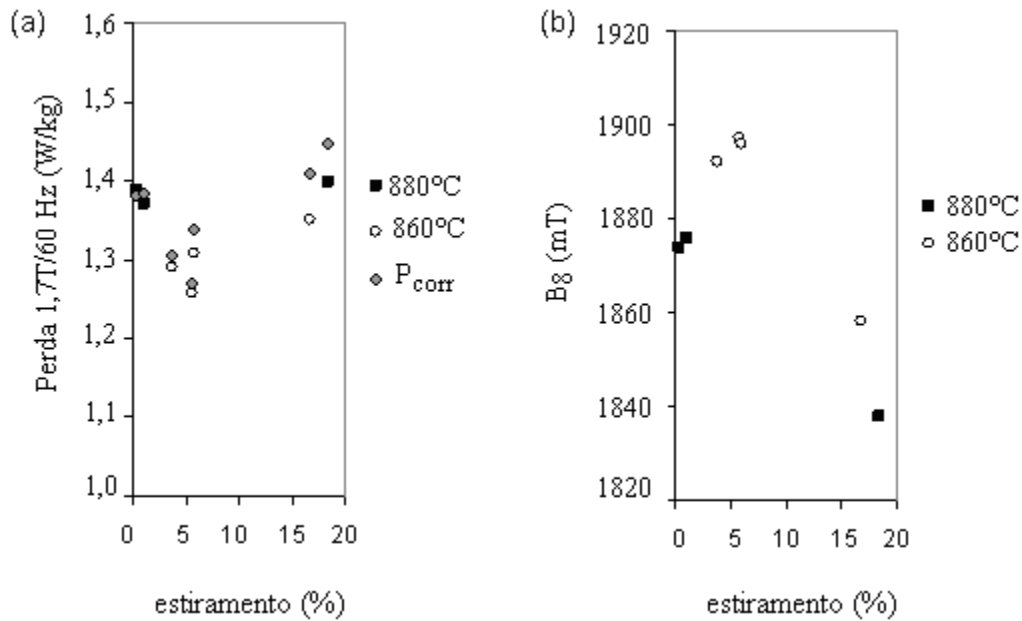


**FIG. 2.15** Perda de energia  $P_{1,7}$  de chapa de aço elétrico HGO como função da tensão mecânica aplicada durante a medição (adaptado de BEYER et al, 2011).

No âmbito dessa tese, Cesar (2012) estudou o recozimento e descarbonetação de tiras de aço 3%Si (CGO) sob tensões de tração de até 25 MPa. Nesta pesquisa o aço foi processado com alta temperatura de recozimento de placa. Amostras de chapas laminadas a quente foram laminadas a frio em um ou dois estágios, em seguida, foram processadas em um forno de recozimento contínuo com uma tensão de tração variável para promover estiramento das amostras durante o processo.

Os resultados obtidos para a laminação a frio em dois estágios sugeriram que o recozimento de descarbonetação de tiras de aço 3% Si sob uma tensão de tração de 20-22 MPa afeta a nucleação e o crescimento dos grãos primários. Outra consequência do estiramento notada é que o alongamento entre 4 e 6% pode modificar favoravelmente o tamanho das partículas de MnS, aumentando a inibição ao crescimento normal dos grãos.

Na FIG. 2.16 são apresentados os resultados obtidos por Cesar (2012) da indução magnética (B8) e perda em função dos estiramentos alcançados.



**FIG. 2.16 Efeito do estiramento nas propriedades magnéticas. Cada resultado magnético corresponde à medida de duas tiras de 100 x 30 mm no quadro chapa única de 100 mm. Perda magnética e (b) Indução magnética a 800 A/m (B<sub>8</sub>) (Adaptado de Cesar, 2012)**

A autora constatou que a indução magnética aumentou e a perda total diminuiu com o estiramento até cerca de 6%. Acima de 15%, o estiramento apresentou resultados de B<sub>8</sub> menores que os obtidos com estiramento menor ou igual a 1%.

Sendo assim, pôde-se observar que a tensão de tração pode promover alterações significativas nas propriedades magnéticas dos aços elétricos, porém ainda não foi relatado como a variação da tensão durante o recozimento primário de descarbonização de um aço produzido com baixa temperatura de reaquecimento de placa pode modificar as propriedades magnéticas, em virtude do estiramento provocado durante esta etapa do processamento. Esse estudo torna-se ainda mais relevante considerando a necessidade da redução dos custos de produção e conseqüentemente o processo de fabricação dos aços elétricos GO estarem convergindo para o uso de temperaturas mais baixas de reaquecimento de placas.

### 3. MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.1 MATERIAL

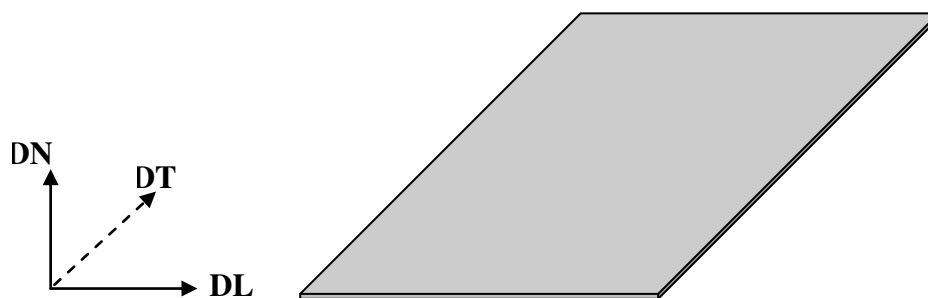
O material em estudo foi fornecido pela Aperam South America e amostrado durante o processamento industrial da liga do aço elétrico de grão orientado, denominada P989A, produzida com baixa temperatura de reaquecimento de placa. A composição química referente a essa liga é apresentada na TAB. 3.1.

**TAB. 3.1 Composição química (% em massa) do aço em estudo.**

<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>S</b>	<b>Si</b>	<b>Al</b>	<b>Cu</b>	<b>Sn</b>	<b>Ni</b>	<b>Nb</b>	<b>Ti</b>
0,044	0,1525	0,0049	3,137	0,03	0,1908	0,0376	0,0068	0,0035	0,0019

O processo de produção desse aço compreende as seguintes etapas: o gusa proveniente do alto-forno é levado para a aciaria onde ocorrem os processos de ajustes da composição química e temperatura, além do lingotamento contínuo para a obtenção das placas. As placas com aproximadamente 200 mm de espessura são reaquecidas a 1150 °C, descarepadas, desbastadas e laminadas em um laminador Steckel até a espessura de 2,3 mm. A bobina a quente é recozida a 1000 °C, resfriada em dois estágios, e em seguida decapada. A laminação ocorre em cinco passes, sendo o segundo e o terceiro a morno, na temperatura de 190 °C, onde é usado o artifício de ajuste da velocidade de laminação e vazão de emulsão. Para este estudo, o material foi laminado para a espessura final 0,27 mm, totalizando, aproximadamente, 89% de redução. As amostras para os testes laboratoriais foram recolhidas após esta etapa da laminação industrial.

A amostragem foi realizada com as dimensões de 750 x 1045 x 0,27 mm (DL x DT x DN), conforme a ilustração esquemática representada na FIG. 3.1.



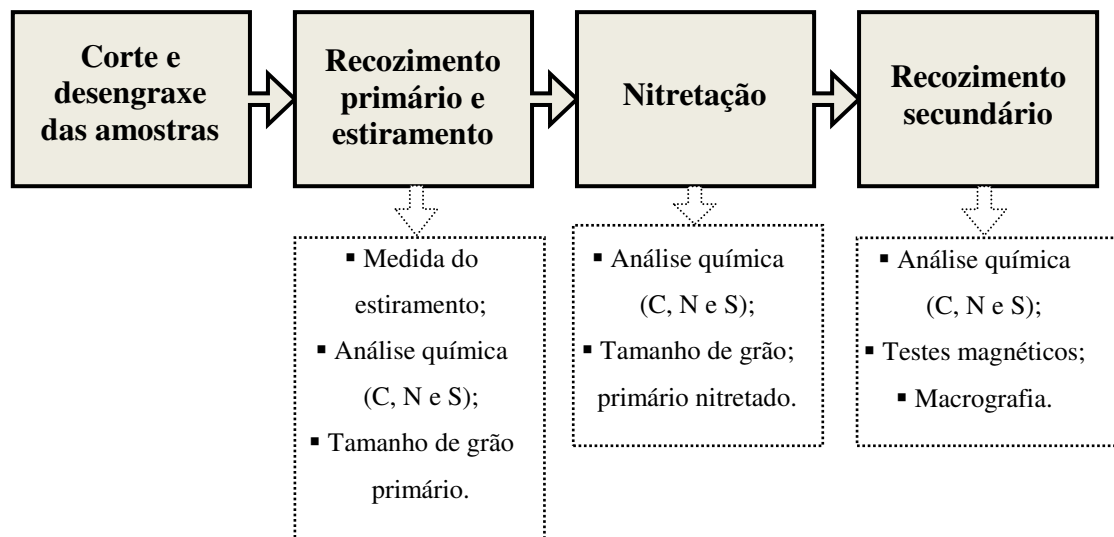
**FIG. 3.1 Ilustração esquemática do corte das amostras fornecidas pela Aperam South América.**

### 3.2 PROCESSAMENTO

Os experimentos relativos a esse estudo foram realizados nas dependências do Centro de Pesquisas da Aperam South America, localizado em Timóteo Minas Gerais, e no Instituto Militar de Engenharia.

Devido à dificuldade de execução da parte experimental deste trabalho, optou-se por realizar o teste exploratório com o objetivo de definir a rota de processamento em escala laboratorial que fosse mais adequada aos objetivos propostos, possibilitando conhecer previamente as etapas a serem trabalhadas.

O fluxograma das atividades executadas preliminarmente, com 16 amostras, é representado na FIG. 3.2.



**FIG. 3.2 Fluxograma das atividades realizadas no teste exploratório.**

A confecção das amostras para o recozimento primário de descarbonetação foi pensada com o propósito de intensificar o efeito da tensão de tração a qual o corpo de prova foi submetido, de modo a conseguir os valores de estiramentos desejados, considerando a limitação do rolo puxador do forno contínuo de 50 kgf.

Nos ensaios preliminares, foram preparadas 16 amostras com 50 mm de largura e 600 mm de comprimento. Ao final do processamento foi possível obter uma amostra por condição para realizar os testes magnéticos, além das demais caracterizações.

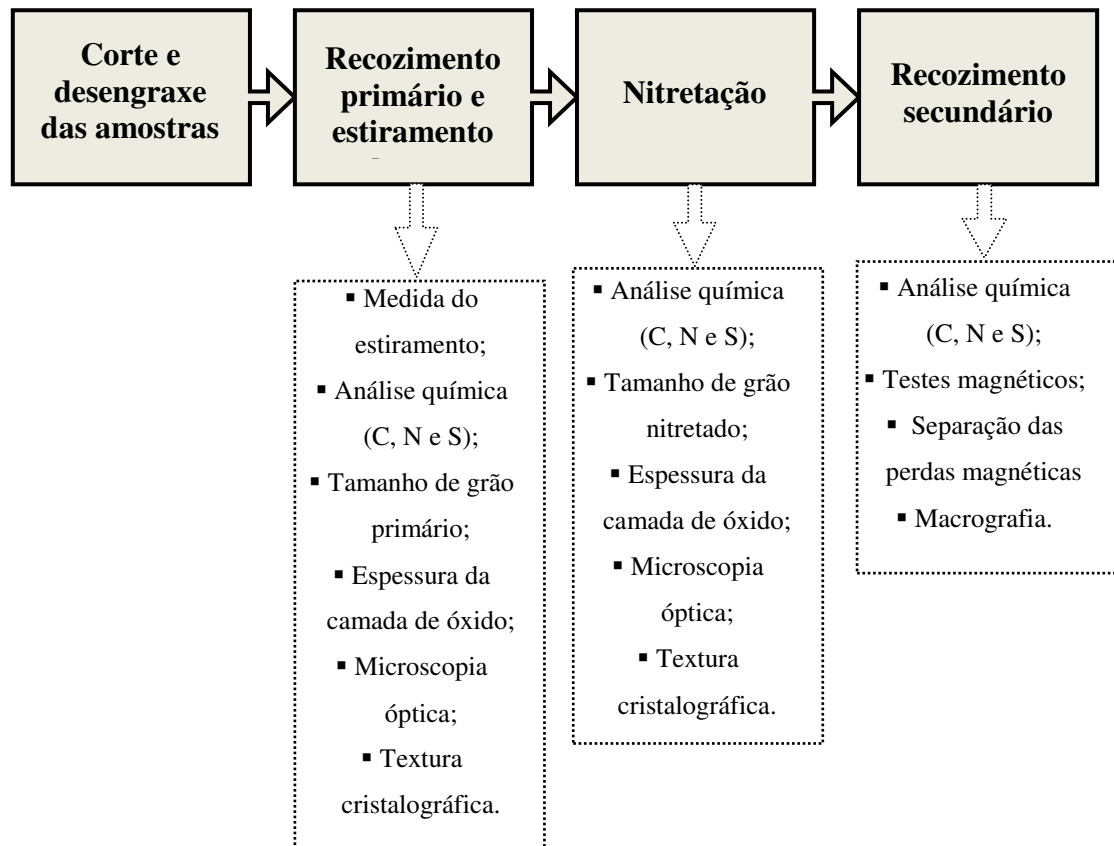
No processamento posterior ao teste exploratório, foram preparadas amostras com 50 mm de largura e 650 mm de comprimento. Essas dimensões possibilitaram a retirada de dois corpos de prova, por amostra, para os testes magnéticos. Nesta etapa foram processadas 5 amostras para cada condição experimental e para a carga de 35 kgf, para a qual foi verificada maior dispersão dos valores dos estiramentos, foram processadas 8 amostras.

De cada conjunto de amostras processadas com os mesmos parâmetros, em duas foram retiradas parte do aço para as análises de caracterização, e conseqüentemente dessas amostras, foi possível obter apenas uma para os testes magnéticos. Ao total foi possível obter 8 amostras para as análises magnéticas referente a cada condição experimental e para as amostras recozidas sob a condição de 35 kgf foram obtidas 14 amostras para os ensaios magnéticos.

Os testes exploratórios auxiliaram no planejamento experimental da tese além de revelar a tendência dos resultados esperados, dessa forma em acréscimo aos experimentos realizados previamente, foram incorporadas a análise da textura cristalográfica primária, a análise da

espessura da camada dos óxidos formados na superfície das amostras e a separação das parcelas da perda magnética.

Na FIG. 3.3 é apresentado o fluxograma executado com o ajustes baseados no teste preliminar.



**FIG. 3.3 Fluxograma das atividades realizadas no processamento posterior ao teste exploratório.**

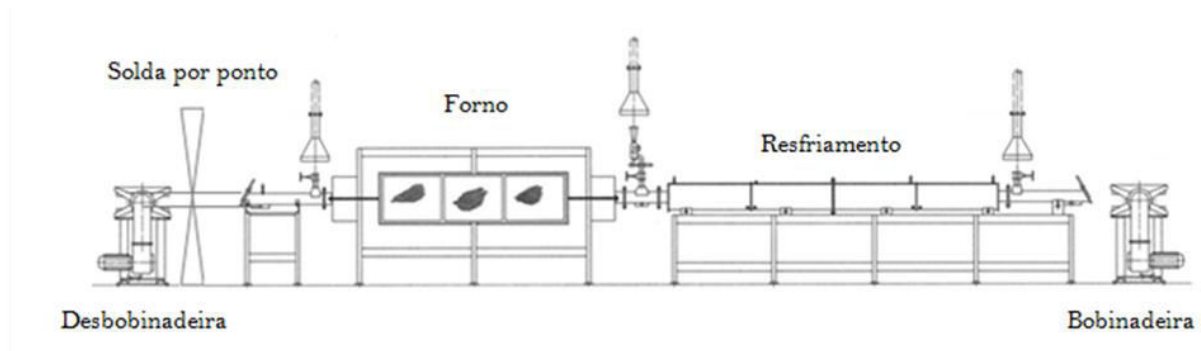
### 3.2.1 RECOZIMENTO PRIMÁRIO DE DESCARBONETAÇÃO E ESTIRAMENTO

O recozimento primário de descarbonetação tem por objetivo promover a recristalização na matriz deformada e descarbonetar o aço para níveis abaixo de 30 ppm de carbono, além de formar uma camada de óxidos que durante o recozimento em caixa vai resultar na forsterita, base para aplicação do revestimento final. Neste estudo esta etapa do processamento tem



outro propósito muito particular que é o de promover o alongamento das amostras por meio de uma tensão de tração.

Portanto, o material laminado em escala industrial foi cortado, desengraxado e processado no forno contínuo, representado na FIG. 3.4. Por tratar-se de um processo contínuo as amostras foram soldadas à tira líder, produzida de aço silício recozido de grão orientado com 50 mm de largura, por solda ponto. A carga do rolo puxador variou de 5 até 35 kgf com o objetivo de provocar os estiramentos ao longo da direção de laminação. Cabe ressaltar que as amostras foram processadas individualmente durante essa etapa, para garantir que as deformações provocadas fossem uniformes ao longo do material.



**FIG. 3.4 Representação esquemática do forno contínuo de descarbonetação (adaptado de CESAR, 2012).**

Além da eficiência da descarbonetação e estiramentos obtidos, foi avaliada, no teste exploratório, a influência da variação da temperatura de recozimento de 860 e 880 °C. Os demais parâmetros operacionais foram mantidos constantes, como observado na TAB. 3.2.

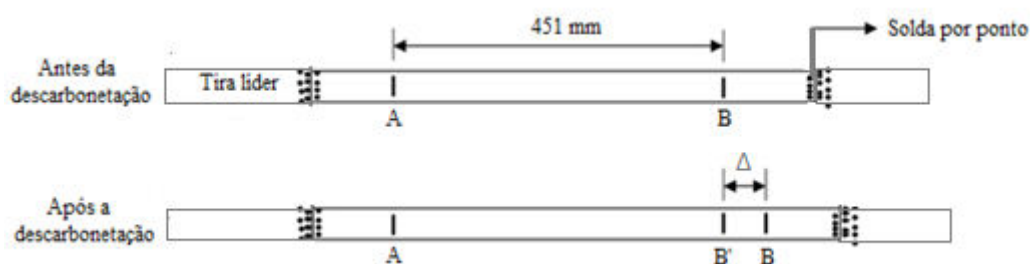
**TAB. 3.2 Parâmetros operacionais do recozimento primário de descarbonetação no forno contínuo**

Processo	Descrição
Velocidade da tira	1 m/min
Atmosfera	50% N <sub>2</sub> e 50% H <sub>2</sub>
Ponto de orvalho	63 °C
Carga	Entre 5 e 35 kgf
Temperatura	860 e 880 °C

Os principais equipamentos/instrumentos utilizados nessa etapa do processamento estão relacionados a seguir:

- Forno contínuo da marca Combustol, com aquecimento por resistência elétrica e capacidade para atingir 1100 °C, comprimento útil de 2,2 m, atmosfera controlada para H<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>, rolo puxador com capacidade de carga máxima de 50 kgf e velocidade entre 0 a 5 m/min;
- Registrador de temperatura da marca: Yokogawa e termopar tipo K com 10 m de comprimento da marca Ecil, para registrar o perfil térmico das amostras;
- Sistema de umidificação composto por banho maria digital e kitazatos preenchidos com água destilada, com a finalidade de proporcionar a umidade requerida a atmosfera do forno;
- Máquina de solda ponto para soldar as amostras à tira líder;
- Analisador de caldos Hartmann & Braun, modelo Caldos-7G, para quantificar o teor de hidrogênio presente na atmosfera do forno;
- Analisador de ponto de orvalho da marca Edgetech, modelo 2A533. Capaz de operar com pontos de orvalho variando entre -40 e 100 °C, teve a finalidade de quantificar o ponto de orvalho característico da atmosfera do forno;
- Gabarito manufaturado com comprimento útil de medida de 451 mm;
- Régua, paquímetro e micrômetro digitais para realizar as medidas da espessura, largura e estiramento das amostras.

A medida do estiramento foi realizada por meio de um gabarito de pontas afiadas com 451 mm de comprimento útil. Antes do processamento no forno contínuo as amostras foram marcadas com o gabarito, (marca AB da FIG. 3.5) e após o processamento foram realizadas novas marcações (marca AB' da FIG. 3.5). A leitura do estiramento (marca B'B, correspondente a  $\Delta$  na FIG. 3.5) foi realizada com o auxílio do paquímetro digital Mitutoyo. Na FIG. 3.5 é detalhado o procedimento adotado para medir o estiramento nas amostras.



**FIG. 3.5 Procedimento para medir o estiramento ocasionado durante o recozimento de descarbonetação.**

### 3.2.2 NITRETAÇÃO

Além das variáveis do processo do recozimento primário no forno contínuo, esta tese também avaliou, em teste exploratório, diferentes níveis de injeção de amônia durante a nitretação. Os parâmetros operacionais referentes à nitretação estão descritos na TAB. 3.3.

**TAB. 3.3 Parâmetros operacionais da nitretação na linha piloto.**

Processo	Etapa	Descrição
Zonas de descarbonetação	Temperatura	800 °C
	Ponto de orvalho	15 °C
	H <sub>2</sub>	50%
	Velocidade	2 m/min
Zonas de nitretação	Temperatura	840 °C
	Ponto de orvalho	5 °C
	H <sub>2</sub>	75%
	Velocidade	2 m/min
	Fluxo de NH <sub>3</sub>	0,20, 0,35 Nm <sup>3</sup> /h

Os equipamentos utilizados nesta etapa do processamento estão listados a seguir:

- Linha piloto composta por forno contínuo, com aquecimento por resistência elétrica e capacidade máxima de 1000 °C, comprimento útil de 30 m, atmosfera controlada

possibilitando a combinação de  $H_2-N_2-NH_3-H_2O$ , rolo puxador com capacidade máxima de 50 kgf, velocidade controlada entre 0 a 5 m/min e sistema de umidificação;

- Analisador de ponto de orvalho da marca Edgetech, modelo 2A533. Capaz de operar com pontos de orvalho variando entre -40 e 100 °C, teve a finalidade de quantificar o ponto de orvalho característico da atmosfera do forno;
- Analisador de caldos Hartmann & Braun, modelo Caldos-7G, para quantificar o teor de hidrogênio presente na atmosfera do forno;
- Máquina de solda por costura para realizar a solda entre a amostra e a tira líder;
- Régua, paquímetro e micrômetro digitais para realizar as medidas nas amostras, tais como espessura e largura.

### 3.2.3 RECOZIMENTO EM CAIXA

Após a etapa de nitretação, as amostras são cortadas, com as dimensões adequadas para os testes magnéticos, revestidas com lama de óxido de magnésia (MgO) mais aditivos ( $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$  e  $TiO_2$ ) e recozidas em um forno do tipo caixa.

O recozimento em caixa é longo, onde o aquecimento é feito com taxa controlada e o encharque em tempo longo para completar as reações necessárias. O ciclo completo é descrito na TAB. 3.4.

**TAB. 3.4 Parâmetros operacionais do recozimento em caixa.**

<b>Processo</b>	<b>Descrição</b>
Ciclo Térmico	Aquecimento da temperatura ambiente até 650 °C a 150 °C/h Aquecimento de 650 °C a 1200 °C a 10°C/h Encharque a 1200 °C por 15 horas Resfriamento de 1200 °C a 50 °C
Atmosfera	25% N <sub>2</sub> e 75% H <sub>2</sub> da temperatura ambiente até 1200 °C Exclusivamente H <sub>2</sub> do encharque até 300 °C Exclusivamente N <sub>2</sub> de 300 °C até a temperatura ambiente
Ponto de orvalho	10 °C da temperatura ambiente até 800 °C Seco de 800 °C até o final do ciclo

Os equipamentos utilizados nessa etapa do processamento são:

- Máquina com rolos emborrachados e ranhurados para aplicação de lama de magnésia;
- Forno mufla para secagem do revestimento a baixa temperatura;
- Forno tipo caixa da marca Analógica Instrumentação e Controle que atinge temperatura máxima de 1200 °C para o recozimento, com comprimento útil de 310 mm e possibilidade de atmosfera controlada H<sub>2</sub>-N<sub>2</sub> úmida ou seca;
- Registrador de temperatura da marca: Yokogawa e termopar tipo K para registrar o ciclo de recozimento.

### 3.3 TÉCNICAS EXPERIMENTAIS

Foram empregadas diversas técnicas experimentais com o objetivo de caracterizar o material, bem como avaliar a evolução da textura e microestrutura. As principais técnicas utilizadas foram microscopia óptica, difração de raios X, difração de elétrons retroespalhados (EBSD), macrografia, análise química e testes magnéticos.

### 3.3.1 MICROSCOPIA ÓPTICA

Foram retiradas amostras após a recristalização primária de descarbonetação e após a nitretação. A observação longitudinal da espessura foi realizada no intuito da análise da estrutura dos grãos e a observação transversal para medida da camada dos óxidos formados na superfície do aço.

As amostras foram submetidas ao procedimento de lixamento na sequência de 220, 400 e 600 mesh, polimento com spray de diamante em ordem decrescente de granulometria (9, 6 e 1  $\mu\text{m}$ ), e por fim ataque com Nital 5% por 12 s para revelar a microestrutura. As fotomicrografias foram obtidas com o auxílio do microscópio Leica, modelo DMRM.

### 3.3.2 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 ( $\lambda = 1,790307 \text{ \AA}$ ) e filtro de ferro. A voltagem e a corrente utilizadas para emissão de raios X foram, respectivamente, 40 kV e 45 mA. Foram realizadas três medidas de figuras de pólo, {110}, {200} e {211}, para cálculo da Função Distribuição de Orientação Cristalina (FDOC). Para calcular a FDOC utilizou-se o software PopLA, com o pacote de ajuste por harmônicos esféricos.

Os resultados de textura a serem apresentados são semiquantitativos e representam o número de vezes que a intensidade de uma dada componente de textura é observada em relação a uma amostra com textura aleatória.

Foi utilizado o software Analysis para transformar as FDOC's obtidas na notação de Roe para Bunge, que é a notação mais usual. Também foram empregados os ábacos da função de distribuição, apresentados na FIG. 3.6, em que os planos e direções cristalográficas são distribuídos no espaço de Euler.

A preparação das amostras envolveu o procedimento de corte nas dimensões de 25 x 25 mm, lixamento na sequência de 220, 400, 600, 800, 1200 e 2000 mesh, polimento

com suspensão de alumina na granulometria de 1  $\mu\text{m}$ , e por fim ataque com Nital 5% pelo intervalo de 20 a 30 s.

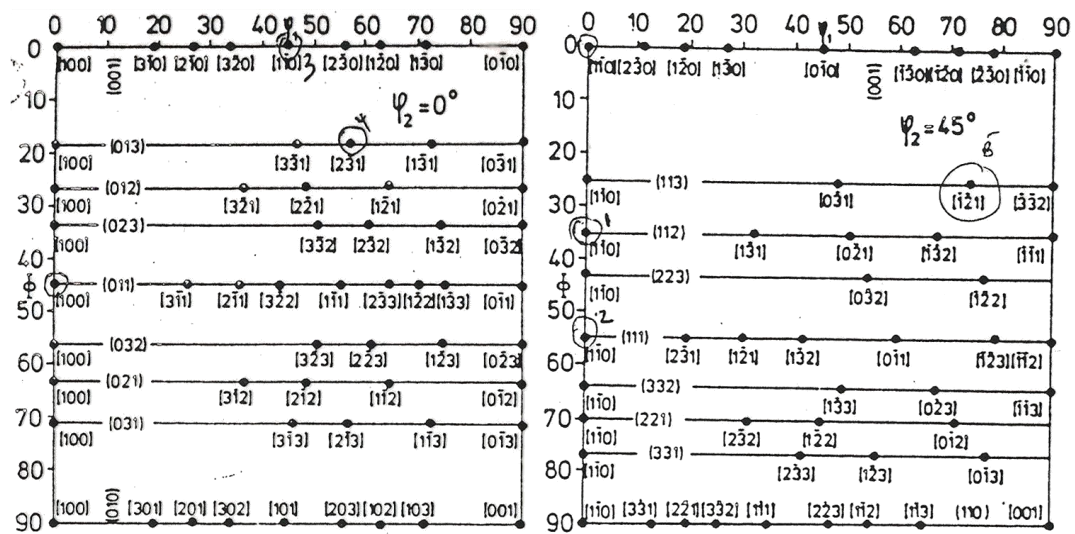


FIG. 3.6 Ábacos na notação de bunge para  $\phi_2 = 0$  e  $45^\circ$ .

### 3.3.3 DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS (EBSD)

A análise do tamanho de grão primário foi realizada por meio do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) do fabricante Philips com filamento de hexaboreto de lantânio  $\text{LaB}_6$ , acoplado a um sistema de EBSD da TSL.

O procedimento utilizado para determinação do tamanho de grão foi pelo método dos interceptos, em que foram analisados 5 campos com grade de 5 linhas por 6 colunas, passe de 1,5  $\mu\text{m}$ , aumento de 200 vezes e contornos com desvio de orientação maior ou igual a  $15^\circ$ .

A preparação de amostra inclui além do procedimento convencional de polimento, utilizado para microscopia óptica, o polimento com sílica coloidal por 30 minutos.

### 3.3.4 MACROGRAFIA

Para observar a estrutura após a recristalização secundária e avaliar o tamanho de grão final do material, as amostras de 305 x 30 mm (DL x DT) foram decapadas em uma solução de 20% HCl (ácido clorídrico) a aproximadamente 60 °C por 10 min, com o objetivo de remoção do filme vítreo. Após a retirada do filme as amostras foram lavadas com água e sabão, secas e recobertas com verniz spray Acrifix brilhante transparente, com o objetivo de evitar a oxidação posterior.

A determinação do tamanho de grão foi realizada a partir da contagem de todos os grãos nas amostras selecionadas que foram utilizadas nas análises magnéticas. Nesta contagem, foi atribuído valor igual a 1 para grãos completamente inteiros dentro da área, 0,5 para grãos interceptados pelos lados e 0,25 para grãos interceptados pelas quinas.

### 3.3.5 ANÁLISES CARBONO

As análises para determinação da concentração de carbono foram realizadas após a descarbonetação, nitretação e recozimento em caixa. As amostras foram picotadas e decapadas por ácido clorídrico quente para remoção da camada dos óxidos formada na descarbonetação e da contaminação do material proveniente do manuseio. A análise foi realizada em um aparelho Leco Cs600. Este equipamento possibilita a análise do carbono e enxofre, em que o valor informado é referente à média de duas análises.

### 3.3.6 ANÁLISE DE NITROGÊNIO

Para a análise dos teores de nitrogênio antes e após a etapa de nitretação, e após a recristalização secundária, foi utilizado o equipamento Leco TC436. Esse instrumento tem como princípio de funcionamento a fusão da amostra em um cadinho de grafite de alta pureza



a temperaturas de até 3000°C com a atmosfera contendo um gás inerte (He). Dessa forma o nitrogênio liberado na forma molecular é determinado utilizando uma célula termocodutiva. Nesta situação, o valor informado também é referente à média de duas análises.

### 3.3.7 TESTES MAGNÉTICOS

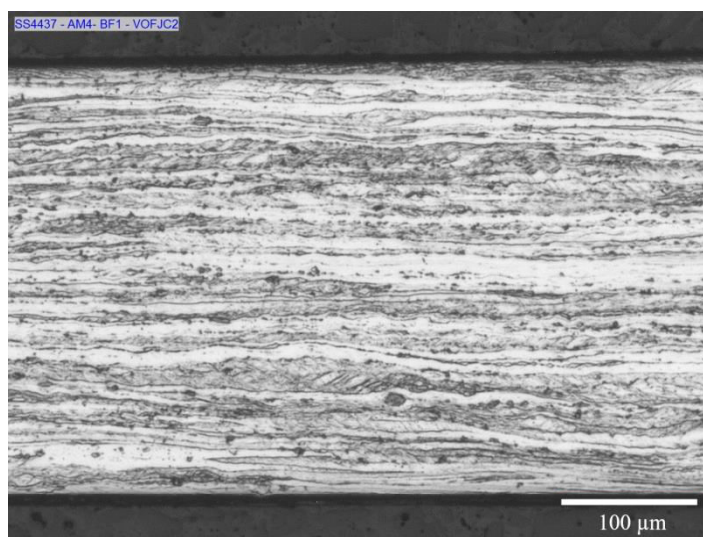
Os testes magnéticos foram realizados com os acessórios *Single Sheet Tester* (SST) e Epstein do aparelho MPG200D, fabricado pela Brockhaus. No teste de chapa única as propriedades magnéticas foram medidas em tiras de 305 x 30 mm (DL x DT). Para as análises realizadas no quadro de Epstein foram utilizadas 8 amostras, com as mesmas dimensões das utilizadas no ensaio SST.

Para verificar a perda magnética total, o ensaio foi realizado a 1,7 T e 60 Hz, e para a indução magnética foi aplicado um campo de 800 A./m

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 MATERIAL DE PARTIDA

A condição de partida para este estudo foi o aço laminado, com cinco passes em um único estágio de laminação e redução de aproximadamente 89%. Ao final da laminação a espessura alcançada foi de 0,270 mm. Observa-se na micrografia obtida, apresentada na FIG. 4.1, a característica deformada da microestrutura.

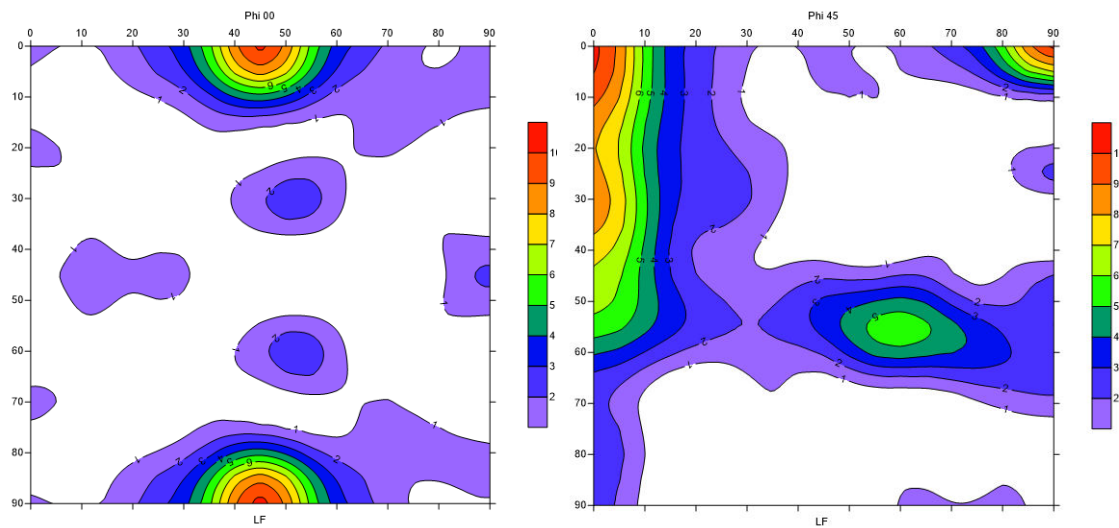


**FIG. 4.1** Micrografia na espessura do aço laminado.

O potencial termodinâmico para a recristalização primária é a energia armazenada durante a deformação, que é capaz de proporcionar a rotação do reticulado cristalino para as orientações mais favoráveis, estabelecendo a textura de deformação (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004).

A textura após a laminação deste aço é a típica de deformação dos materiais CCC (FIG. 4.2). No estado deformado as fibras mais acentuadas são  $\alpha$  e  $\gamma$ . A fibra  $\alpha$ ,  $\langle 110 \rangle // DL$ , é a mais forte e se destaca com a componente cubo rodado ( $\{001\}\langle 110 \rangle$ ) com intensidade

máxima igual a 10,27, em relação ao material aleatório. Já a fibra  $\gamma$ ,  $\langle 111 \rangle // DN$ , contém em maior intensidade a componente  $(111)[0\bar{1}1]$ , com máxima igual a 5,68.



**FIG. 4.2 Funções de Distribuição de Orientação Cristalográfica para  $\phi = 0^\circ$  e  $45^\circ$  do aço laminado, segundo a notação de Bunge.**

A componente Goss não apresentou intensidade significativa em relação ao aço com textura aleatória. A ausência da detecção dessa componente pela técnica escolhida já era esperada, pois como relatado por Dorner e colaboradores (2007), amostras com redução na espessura de 89%, apresentaram poucas regiões com orientação  $\{110\}\langle 100 \rangle$  em bandas de cisalhamento e microbandas.

## 4.2 TESTE EXPLORATÓRIO

### 4.2.1 RECOZIMENTO PRIMÁRIO DE DESCARBONETAÇÃO E ESTIRAMENTO

Na execução do recozimento contínuo do teste exploratório, a tensão de tração nas amostras foi controlada pelo rolo puxador que promoveu tensões entre 3 e 26 MPa, aproximadamente. Na TAB. 4.1 são apresentados os resultados dos estiramentos obtidos por amostra processada.

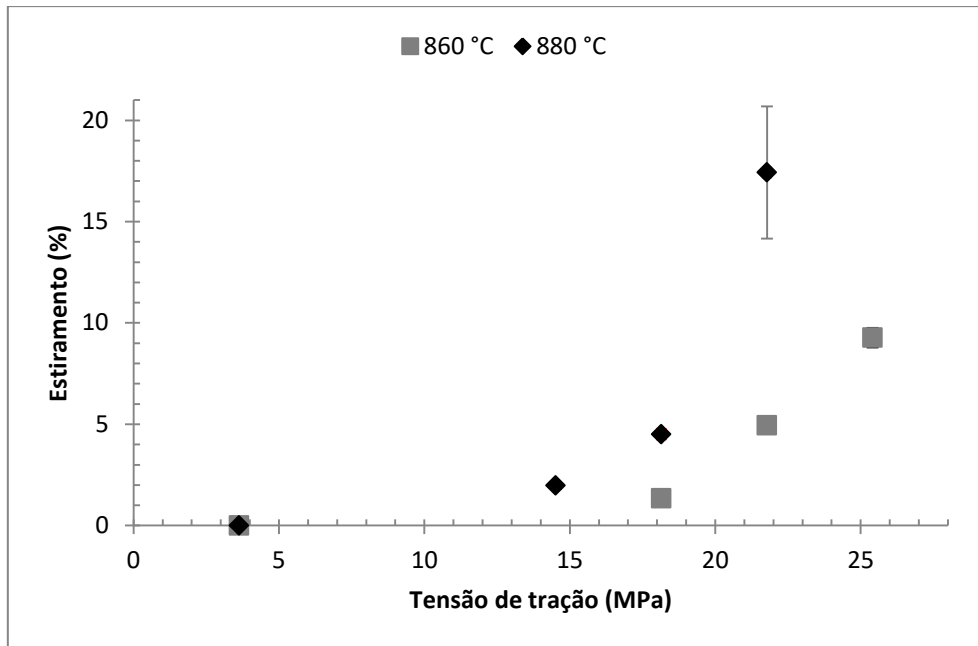
**TAB. 4.1 Resultados dos estiramentos obtidos para cada amostra descarbonetada.**

ID Amostras	Temp.(°C)	Carga (kgf)	Tensão (MPa)	Alongamento		Média (%)
				mm	%	
5/860 - 1	1	5	3,63	0,00	0,00	0,00 ± 0,00
5/860 - 2	2			0,00	0,00	
25/860 - 1	3	25	18,15	6,09	1,35	1,34 ± 0,01
25/860 - 2	4			6,04	1,34	
30/860 - 1	5	30	21,78	21,91	4,86	4,94 ± 0,11
30/860 - 2	6			22,64	5,02	
35/860 - 1	7	35	25,41	40,25	8,92	9,27 ± 0,48
35/860 - 2	8			43,33	9,61	
5/880 - 1	9	5	3,63	0,00	0,00	0,00 ± 0,00
5/880 - 2	10			0,00	0,00	
20/880 - 1	11	20	14,52	8,43	1,87	1,98 ± 0,15
20/880 - 2	12			9,39	2,08	
25/880 - 1	13	25	18,15	20,38	4,52	4,51 ± 0,02
25/880 - 2	14			20,28	4,50	
30/880 - 2	15	30	21,78	88,97	19,73	17,42 ± 3,26
30/880 - 3	16			68,17	15,12	

A partir dos dados apresentados na TAB. 4.1 é possível verificar que ocorreu maior dispersão dos resultados para a tensão de tração de 21,78 MPa nas amostras recozidas à 880 °C, onde o estiramento médio alcançado foi de  $17,42 \pm 3,26\%$ .

Já no recozimento a 860 °C foram alcançados estiramentos menores e com desvios mais baixos, considerando que os menores intervalos entre os alongamentos permitem acompanhar de forma mais detalhada sua influência nas propriedades do material. O máximo alongamento médio atingido foi de  $9,27 \pm 0,48\%$  quando aplicada uma carga de 35 kgf, correspondente a tensão de tração de 25,41 MPa.

O gráfico apresentado na FIG. 4.3 permite constatar a tendência do alongamento em função da tensão de tração para as duas temperaturas de recozimento. Como esperado e constatado nos estudos de Cesar (2012), o aumento da tensão de tração possibilita o alcance de maiores percentuais de estiramentos.

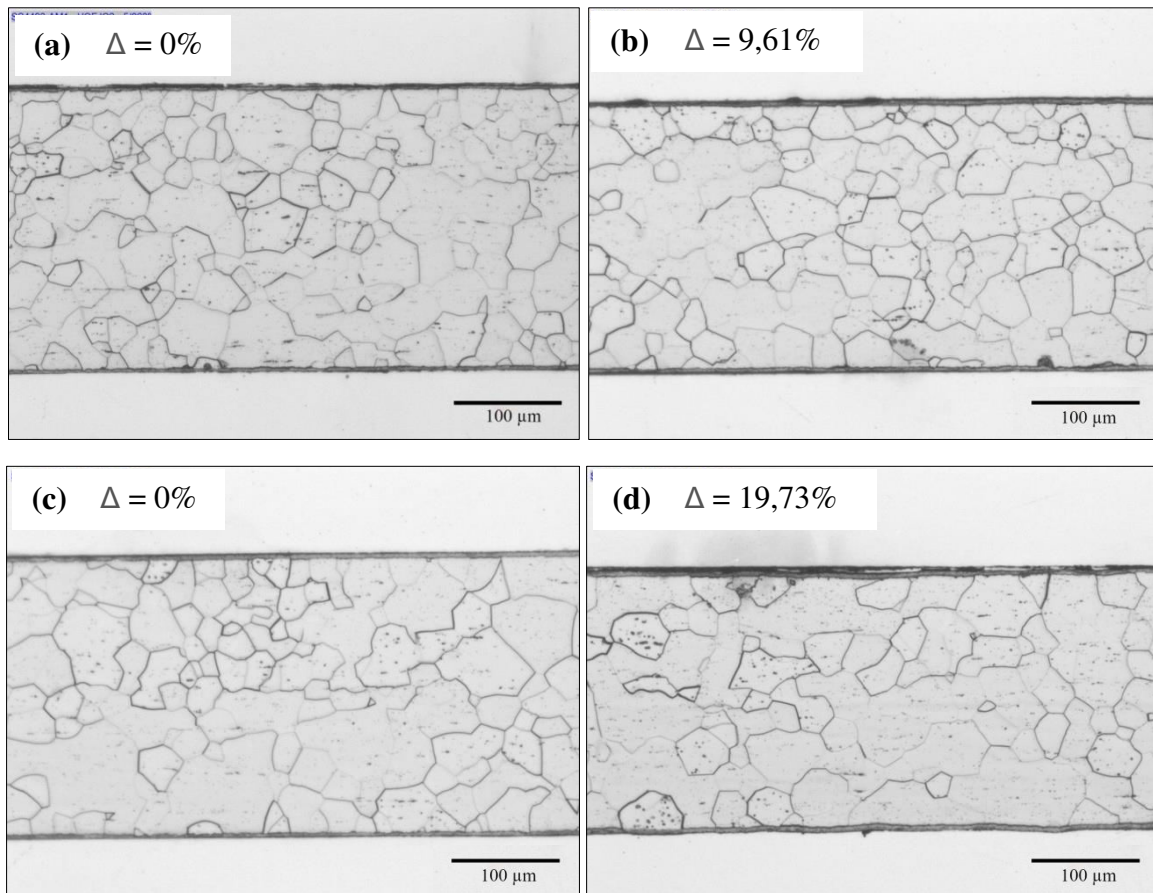


**FIG. 4.3 Estiramento durante o recozimento de descarbonetação a 860 e 880 °C das amostras laminadas.**

#### 4.2.2 MICROESTRUTURA PRIMÁRIA

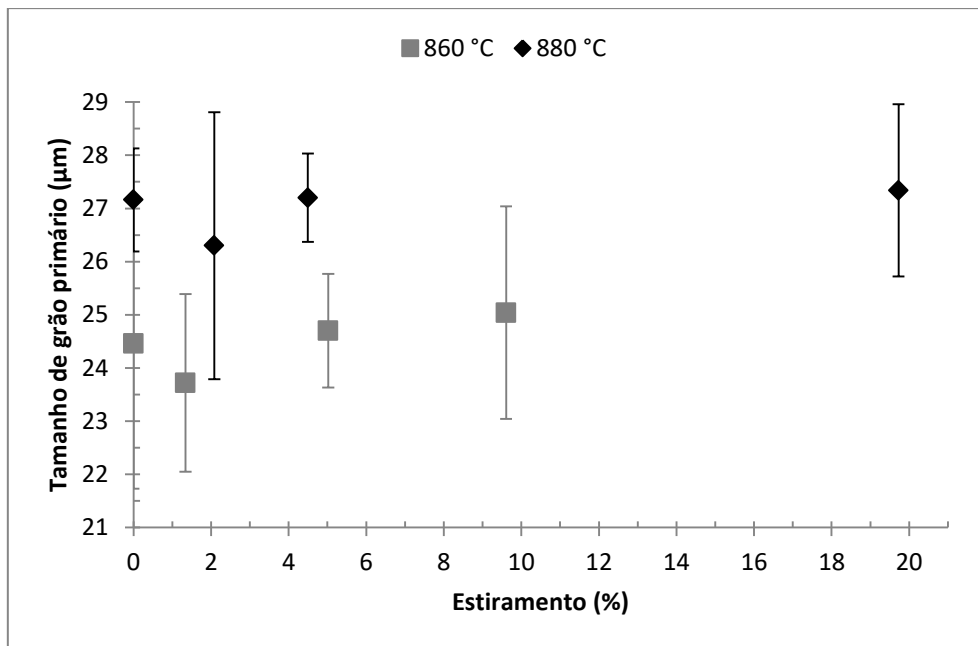
Nas micrografias após o recozimento primário de descarbonetação, parte exibida na FIG. 4.4, as microestruturas apresentaram-se totalmente recristalizadas, para as duas temperaturas do recozimento, em todos os alongamentos alcançados.

A camada de óxido na superfície do aço, composta por faiárita e sílica, revelou-se contínua e uniforme ao longo da direção de laminação para as condições extremas dos estiramentos.



**FIG. 4.4** Micrografias do aço por microscopia óptica ao longo da espessura após o recozimento primário de descarbonetação (a) 860 °C e 0% de estiramento; (b) 860 °C e 9,61% de estiramento; (c) 880 °C e 0% de estiramento e (d) 880 °C e 19,73% de estiramento.

Ocorre uma leve tendência de aumento do tamanho de grão com o estiramento para as duas temperaturas de recozimento primário estudadas, como observado na FIG. 4.5.



**FIG. 4.5** Variação do tamanho de grão primário após a descarbonetação em função do estiramento para as amostras recozidas em 860 e 880 °C.

A estrutura dos grãos primários tem grande influência na recristalização secundária e consequentemente nas propriedades magnéticas após o recozimento final. Como observado, o recozimento a 860 °C resultou em amostras com tamanhos de grãos menores se comparados às amostras recozidas a 880 °C.

#### 4.2.3 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

Além do tamanho de grão adequado é preciso que a composição química após as principais etapas do processamento desse aço seja apropriada. Na TAB. 4.2 são apresentadas as concentrações em partes por milhão (ppm) dos principais elementos de interesse para este estudo.

**TAB. 4.2 Composição química após as principais etapas do processamento.**

Amostra	Temp. (°C)	C (ppm) <sup>1</sup>	C (ppm) <sup>3</sup>	N (ppm) <sup>2</sup>	N (ppm) <sup>3</sup>	S (ppm) <sup>3</sup>
5 kgf (0,20 NH <sub>3</sub> /h)	860	7	14	158	10	12
25 kgf (0,20 NH <sub>3</sub> /h)		14	10	137	7	13
30 kgf (0,20 NH <sub>3</sub> /h)		15	9	169	8	13
35 kgf (0,20 NH <sub>3</sub> /h)		14	9	180	9	16
5 kgf (0,35 NH <sub>3</sub> /h)	880	-	18	268	9	9
25 kgf (0,35 NH <sub>3</sub> /h)		-	12	229	11	12
30 kgf (0,35 NH <sub>3</sub> /h)		-	11	253	7	14
35 kgf (0,35 NH <sub>3</sub> /h)		-	10	283	6	14
5 kgf (0,20 NH <sub>3</sub> /h)	880	15	8	184	8	13
20 kgf (0,20 NH <sub>3</sub> /h)		11	10	137	9	13
25 kgf (0,20 NH <sub>3</sub> /h)		10	11	155	11	13
30 kgf (0,20 NH <sub>3</sub> /h)		15	9	260	10	14
5 kgf (0,35 NH <sub>3</sub> /h)	880	-	10	247	5	13
20 kgf (0,35 NH <sub>3</sub> /h)		-	10	265	5	14
25 kgf (0,35 NH <sub>3</sub> /h)		-	9	270	3	13
30 kgf (0,35 NH <sub>3</sub> /h)		-	11	294	11	11

<sup>1</sup> Após o recozimento primário de descarbonetação;

<sup>2</sup> Após a nitretação;

<sup>3</sup> Após o recozimento secundário.

O processo de descarbonetação que ocorre durante o recozimento primário é importante para evitar o envelhecimento magnético dos aços elétricos devido à precipitação de carbonetos, dessa forma é objetivado que após esse processo a concentração de carbono seja inferior a 30 ppm.

Com o objetivo de verificar a eficiência do recozimento de descarbonetação, foi analisada uma amostra de cada par de estiramentos, ou seja, de duas amostras processadas na mesma carga (mostrado na TAB. 4.2). Como o par de amostras foi processado com os mesmos parâmetros, o resultado de uma das amostras é representativo para a dupla.

Neste estudo pôde-se observar que o limite de 30 ppm de carbono não foi ultrapassado em nenhuma das condições após o recozimento primário, revelando que a descarbonetação foi efetiva mesmo quando o aço foi submetido a tensões de tração variáveis. A baixa

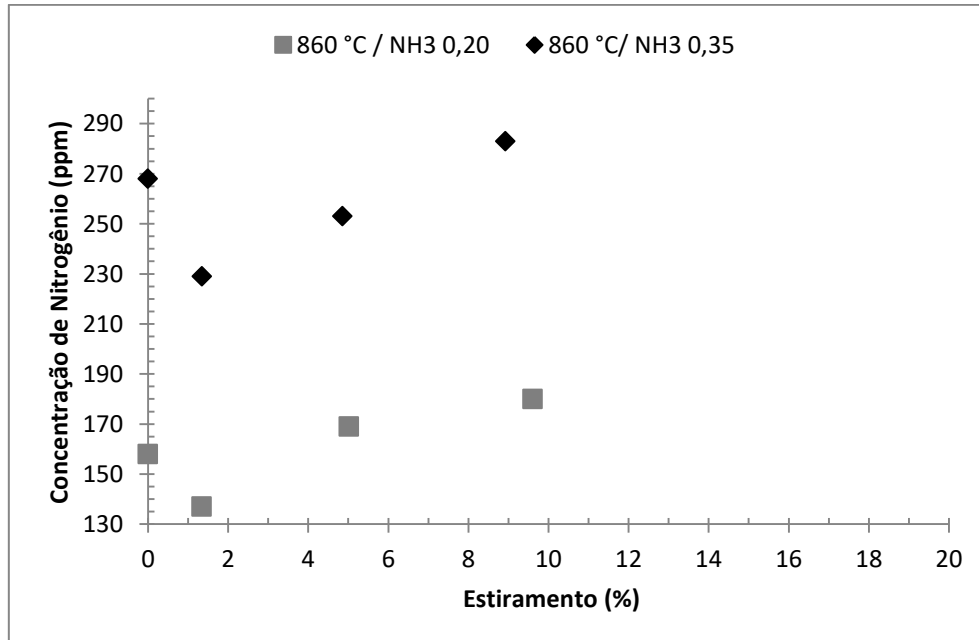


concentração de carbono foi mantida até o final do ciclo do recozimento secundário, sendo que as pequenas variações observadas provavelmente são relativas à amostragem e a própria dispersão estatística do processo de análise. Cabe ressaltar que as análises foram mantidas na mesma amostra ao longo processamento.

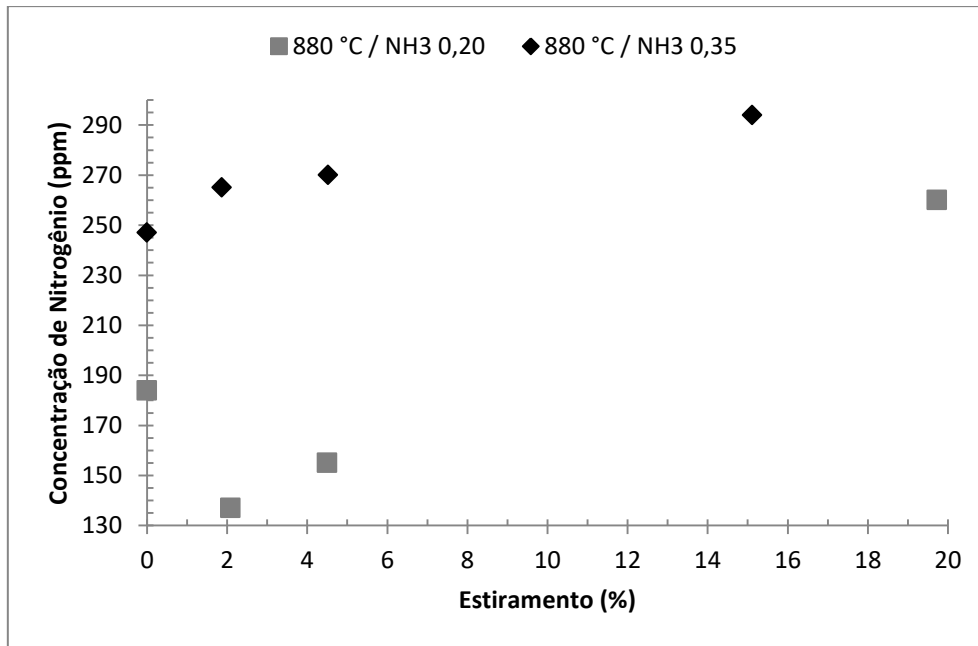
Outro processo muito importante nesta situação em que o aço é produzido com baixa temperatura de reaquecimento de placa é a nitretação, pois ela irá possibilitar a formação dos precipitados que inibirão o crescimento normal dos grãos durante a recristalização secundária.

Neste teste exploratório foram avaliados dois níveis de fluxo de amônia, 0,20 e 0,35 Nm<sup>3</sup>/h. Como esperado, as amostras nitretadas com o maior fluxo de amônia apresentaram em média maior teor de nitrogênio se comparadas às amostras nitretadas com 0,20 Nm<sup>3</sup>/h.

Uma tendência observada nas FIG. 4.6 e FIG. 4.7, é que a concentração de nitrogênio aumentou em função do estiramento provocado no recozimento primário, para as amostras processadas com a mesma temperatura de recozimento e nitretação realizada com o fluxo de amônia constante. Esta tendência foi observada para as duas temperaturas do recozimento primário de descarbonetação.



**FIG. 4.6** Concentração de nitrogênio em função do estiramento alcançado para os dois fluxos de NH<sub>3</sub> e recozimento primário de descarbonetação a 860 °C.











**FIG. 4.7** Concentração de nitrogênio em função do estiramento alcançado para as dois fluxos de  $\text{NH}_3$  e recozimento primário de descarbonetação a  $880\text{ }^\circ\text{C}$ .

Após o recozimento secundário foi realizada uma nova análise química e ao final todas as amostras alcançaram a concentração de nitrogênio inferior ou igual a 11 ppm, mostrando que o processamento foi adequado para se obter a composição química pretendida. Assim como a concentração de enxofre, que após o recozimento secundário atingiu níveis abaixo ou iguais a 16 ppm em todas as amostras.









#### 4.2.4 ESTRUTURA SECUNDÁRIA

As macrografias apresentadas nas TAB. 4.3 e TAB. 4.4, permitem constatar que todas as amostras alcançaram a recristalização secundária, comprovando a adequação da rota de processamento.

**TAB. 4.3 Macroestruturas totalmente recristalizadas das amostras recozidas primariamente a 860 °C.**

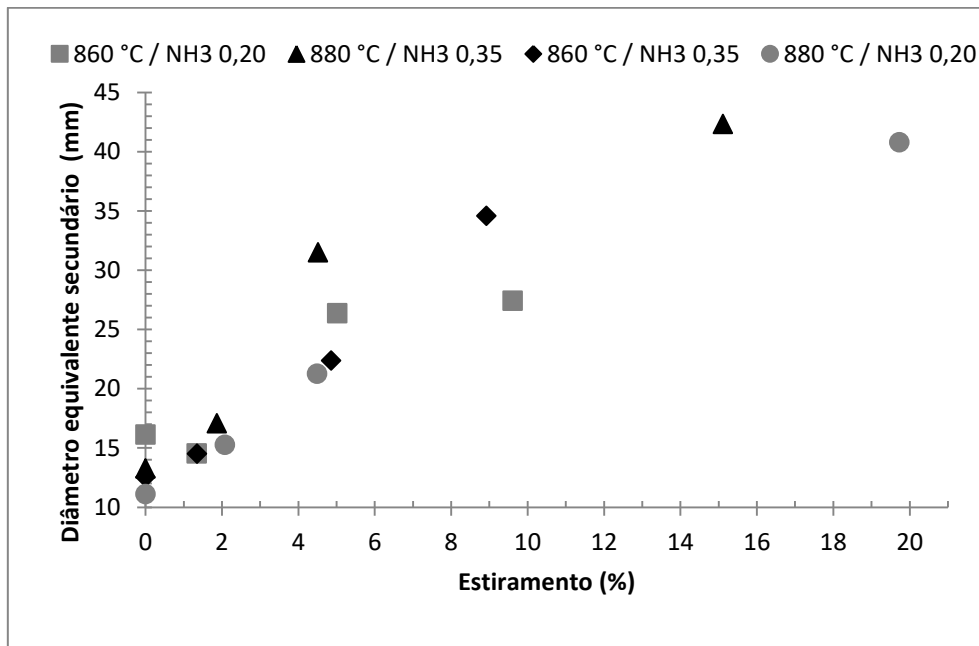
Estiramentos a 860 °C							
0,20 Nm <sup>3</sup> /h				0,35 Nm <sup>3</sup> /h			
0,00%	1,34%	5,02%	9,61%	0,00%	1,35%	4,86%	8,92%
							
Diâmetro equivalente dos grãos recristalizados secundariamente (mm)							
16,14	14,44	26,37	27,42	12,55	14,52	22,38	34,57

**TAB. 4.4 Macroestruturas totalmente recristalizadas das amostras recozidas primariamente a 880 °C.**

Estiramentos a 880 °C							
0,20 Nm <sup>3</sup> /h				0,35 Nm <sup>3</sup> /h			
0,00%	2,08%	4,50%	19,73%	0,00%	1,87%	4,52%	15,12%
							
Diâmetro equivalente dos grãos secundários (mm)							
11,10	15,26	21,27	40,80	13,26	17,07	31,49	42,34

Percebe-se que as amostras apresentam estruturas semelhantes, porém o tamanho de grão visualmente sofreu variação. Valendo-se dos dados disponíveis, é perceptível que o tamanho de grão tem influência do estiramento provocado durante o recozimento primário, em que

quanto maior o estiramento alcançado, maior o tamanho de grão secundário, para as duas temperaturas avaliadas, como apresentado na FIG. 4.8.



**FIG. 4.8** Diâmetro equivalente dos grãos secundários (mm) em função do percentual de estiramento alcançado na recristalização primária.

#### 4.2.5 PROPRIEDADES MAGNÉTICAS

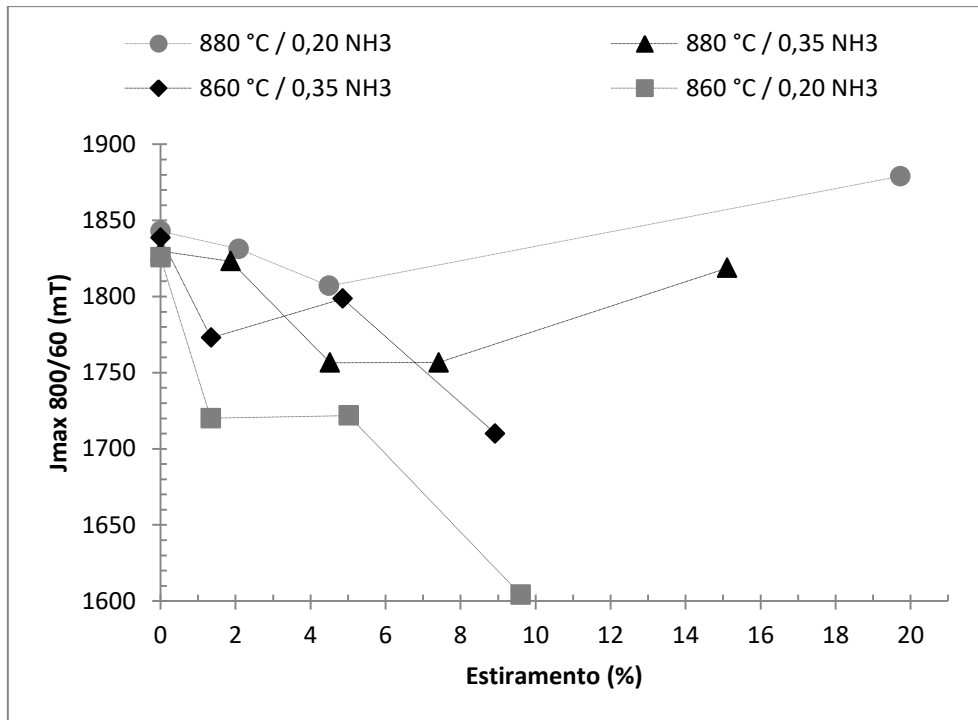
Foram avaliadas as propriedades magnéticas ao final do processamento do aço para verificar a influência do estiramento sobre as perdas e indução magnética. As análises foram realizadas por meio do ensaio SST. Na TAB. 4.5 são apresentados os resultados obtidos.

**TAB. 4.5 Resultados dos ensaios magnéticos do teste exploratório.**

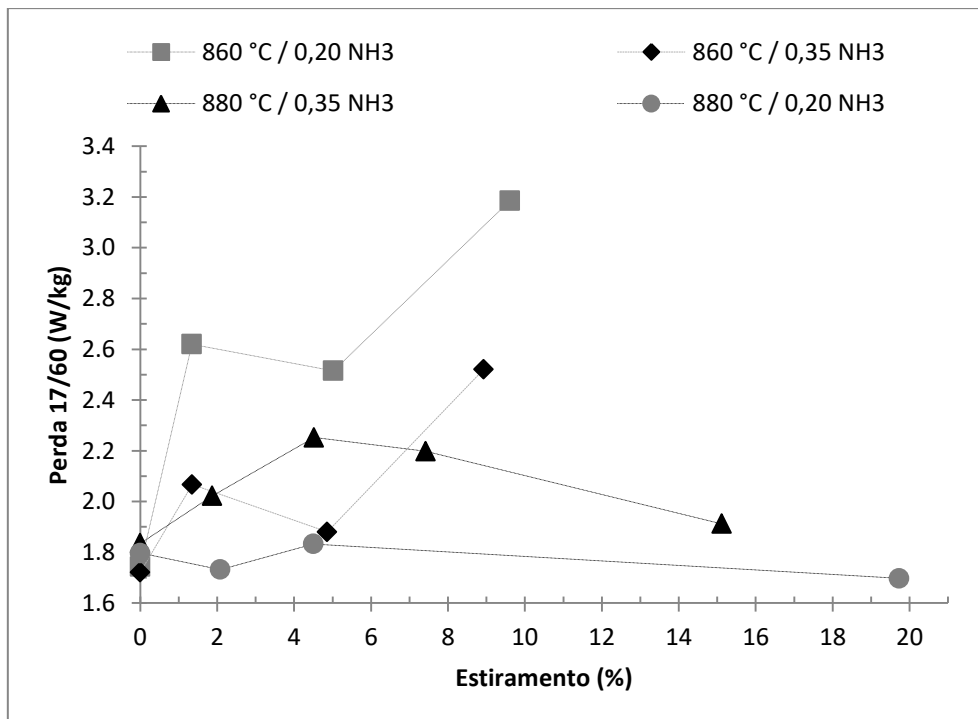
Amostras	N°	Temp° C	Alongamento		Perda 17/60 (W/kg)	Jmax 800/60 (mT)
			mm	%		
5 kgf (0,20 NH <sub>3</sub> /h)	2	860	0,00	0,00	1,744	1825,7
25 kgf (0,20 NH <sub>3</sub> /h)	4		6,04	1,34	2,620	1720,1
30 kgf (0,20 NH <sub>3</sub> /h)	6		22,64	5,02	2,515	1721,8
35 kgf (0,20 NH <sub>3</sub> /h)	8		43,33	9,61	3,185	1604,1
5 kgf (0,35 NH <sub>3</sub> /h)	1		0,00	0,00	1,721	1838,6
25 kgf (0,35 NH <sub>3</sub> /h)	3	6,09	1,35	2,067	1772,9	
30 kgf (0,35 NH <sub>3</sub> /h)	5	21,91	4,86	1,880	1798,6	
35 kgf (0,35 NH <sub>3</sub> /h)	7	40,25	8,92	2,520	1710,0	
5 kgf (0,20 NH <sub>3</sub> /h)	10	880	0,00	0,00	1,797	1843,0
20 kgf (0,20 NH <sub>3</sub> /h)	12		9,39	2,08	1,732	1831,3
25 kgf (0,20 NH <sub>3</sub> /h)	14		20,28	4,50	1,833	1807,0
30 kgf (0,20 NH <sub>3</sub> /h)	15		88,97	19,73	1,697	1879,8
5 kgf (0,35 NH <sub>3</sub> /h)	9		0,00	0,00	1,835	1829,8
20 kgf (0,35 NH <sub>3</sub> /h)	11	8,43	1,87	2,022	1823,2	
25 kgf (0,35 NH <sub>3</sub> /h)	13	20,38	4,52	2,252	1756,5	
30 kgf (0,35 NH <sub>3</sub> /h)	16	68,17	15,12	1,912	1818,8	

Os gráficos apresentados nas FIG. 4.9 e FIG. 4.10 permitiram segmentar os resultados por fluxo de amônia praticado na nitretação e por temperatura de recozimento de descarbonetação.

Os resultados da indução magnética em função do estiramento alcançado no recozimento primário exibiram a tendência de diminuir com o aumento do estiramento. Já as perdas magnéticas tendem a aumentar com o incremento do alongamento. A única exceção observada foi para o maior valor de estiramento alcançado, 19,73%



**FIG. 4.9** Indução magnética máxima em função do percentual de estiramento.



**FIG. 4.10** Perda magnética total em função do percentual de estiramento.

De acordo com os resultados do teste exploratório pertinentes a este estudo, há um possível indicativo de que o alongamento durante o recozimento primário de decarbonetação

pode ser prejudicial às propriedades magnéticas do aço elétrico de grão orientado produzido com baixa temperatura de reaquecimento de placa. Com exceção para o ponto de alongamento máximo, correspondente a 19,73%, na temperatura de 880 °C e fluxo de amônia de 20 Nm<sup>3</sup>/h durante a nitretação, esse fato pode estar relacionado à diminuição da espessura do aço provocada pelo processo de estiramento que diminui a parcela das perdas parasitas. Vale ressaltar também que grandes deformações como essa não são aplicáveis pelo método de processamento descrito nessa tese, pois tendem a produzir amostras irregulares e com estrias.

Nessa situação o teste exploratório auxiliou na determinação da melhor temperatura de recozimento primário a ser aplicada no processamento posterior. Já foi relatado na literatura, que mesmo com taxas de aquecimento variáveis, o tamanho do grão primário é aumentado para temperaturas mais elevadas de descarbonetação. Neste estudo, o recozimento primário a 880 °C proporcionou grãos grandes, se afastando da medida entre 22 - 24 μm considerada mais adequada para alcançar boas propriedades magnéticas (CICALÉ, et al, 1998; HOU e TZENG, 2012; KIM, WOO e CHANG, 2000). Dessa forma, optou-se por realizar o recozimento primário na temperatura de descarbonetação mais baixa testada, ou seja, 860 °C

Preferiu-se variar a carga com menores intervalos, com o objetivo de segmentar a elevação abrupta do estiramento e avaliar se pequenos alongamentos podem proporcionar alguma influência na microestrutura e propriedades magnéticas do aço.

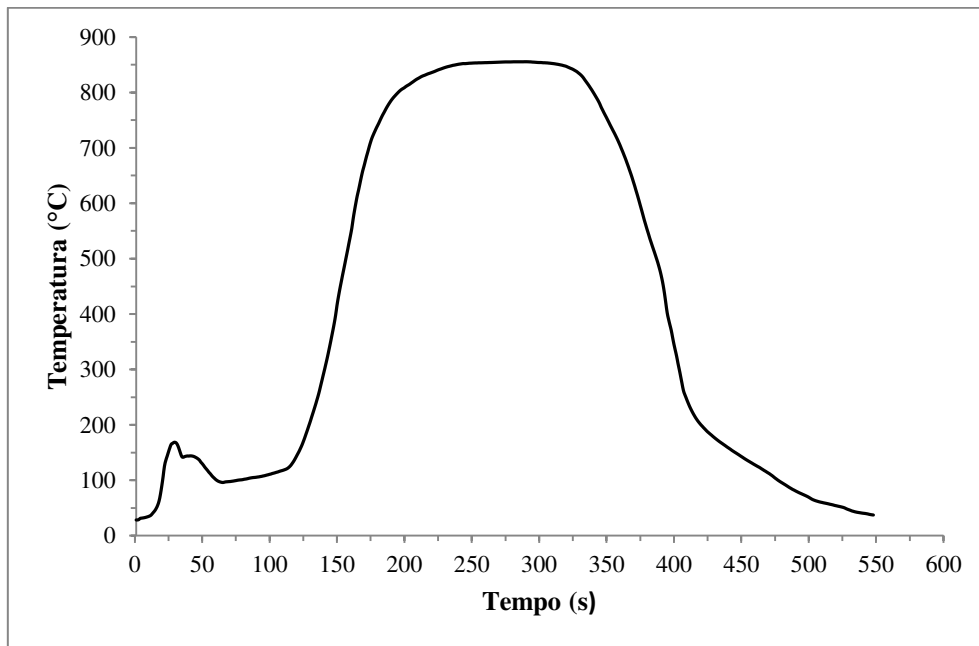
Outro parâmetro do processamento ajustado foi o fluxo de amônia durante a nitretação. Visando estar o mais próximo possível do processamento realizado em escala industrial e com o intuito de adequar o fluxo de amônia para alcançar concentrações entre 190 e 210 ppm nas amostras após a nitretação. Decidiu-se trabalhar com um fluxo de NH<sub>3</sub> de 0,30 Nm<sup>3</sup>/h, uma vez que ele se encontra dentro do intervalo preliminar testado.

### 4.3 RESULTADOS POSTERIORES AO TESTE EXPLORATÓRIO

#### 4.3.1 RECOZIMENTO PRIMÁRIO DE DESCARBONETAÇÃO E ESTIRAMENTO



Esta etapa do processamento foi realizada em um forno contínuo, onde a seguir, na FIG. 4.11, é indicado o perfil térmico de uma amostra descarbonetada com velocidade de 1 m/min a 860 °C.



**FIG. 4.11 Perfil térmico de uma amostra (50 x 650 x 0,27 mm) durante a descarbonetação no forno contínuo a 860 °C e velocidade de 1 m/min.**

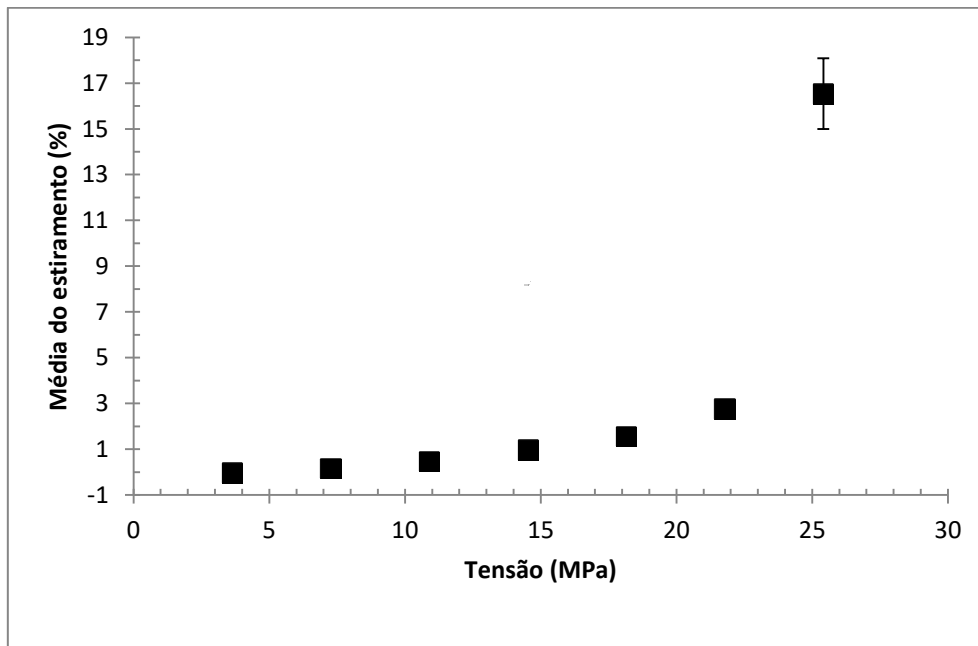
A partir do delineamento térmico obtido foi possível inferir que o patamar de encharque correspondeu a aproximadamente 75 s, mantendo-se entre 850 e 855 °C.

A carga variou de 5 em 5 até 35 kgf. Na TAB. 4.6 são apresentados os resultados dos alongamentos obtidos após o recozimento.

**TAB. 4.6 Parâmetros do recozimento primário e resultado por amostra do estiramentos obtido**

ID Amostras	Carga (kgf)	Tensão (MPa)	Alongamento		Média (%)
			mm	%	
860/5	5	3,63	6	0,00	-0,05 ± 0,07
			7	0,00	
			8	-0,41	
			9	-0,74	
			10	0,00	
860/10	10	7,26	11	0,95	0,16 ± 0,04
			12	0,66	
			13	0,82	
			14	0,48	
			15	0,64	
860/15	15	10,89	16	1,89	0,47 ± 0,04
			17	2,35	
			18	2,16	
			19	2,16	
			20	1,97	
860/20	20	14,52	21	4,78	0,98 ± 0,07
			22	4,60	
			23	4,46	
			24	4,09	
			25	4,09	
860/25	25	18,15	31	6,67	1,55 ± 0,14
			32	6,22	
			33	6,85	
			34	7,56	
			35	7,70	
860/30	30	21,78	36	13,21	2,78 ± 0,37
			37	14,76	
			38	10,38	
			39	12,88	
			40	11,46	
860/35	35	25,41	43	64,40	16,54 ± 1,55
			44	70,56	
			45	66,08	
			46	79,68	
			47	84,81	
			48	76,57	
			49	77,39	
50	77,24				

A resposta média dos valores dos estiramentos alcançados durante o recozimento primário de descarbonetação a 860 °C é apresentada na FIG. 4.12.

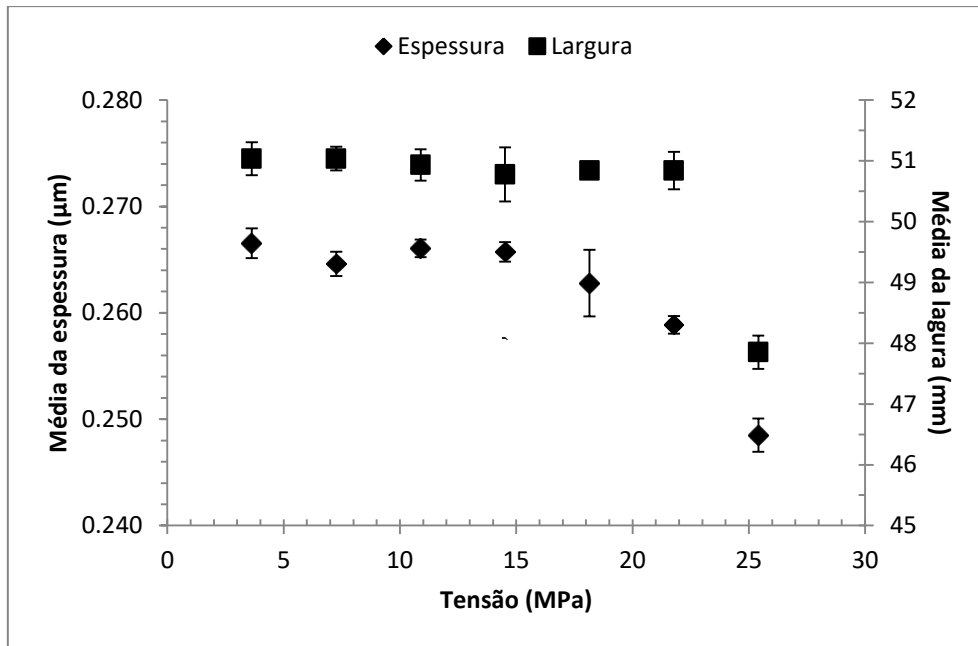


**FIG. 4.12 Média dos valores de estiramentos alcançadas durante o recozimento primário de descarbonetação a 860 °C.**

A variação mínima do comprimento alcançado foi negativo, -0,74 mm, equivalente a -0,16%. Nesta situação a carga aplicada foi suficiente apenas para movimentar a tira líder, sem alongar a amostra, e ao passar pelo processo de descarbonetação, o aço retraiu. O alongamento máximo alcançado foi 84,81 mm, correspondente a 18,80%.

Mesmo com a prática de variar a carga em intervalos de 5 kgf ocorreu o aumento abrupto nos estiramentos proporcionados pelas tensões entre 21,78 e 25,41 MPa. Percebe-se que há uma tensão que impulsiona o alongamento, sendo ela compreendida dentro deste intervalo.

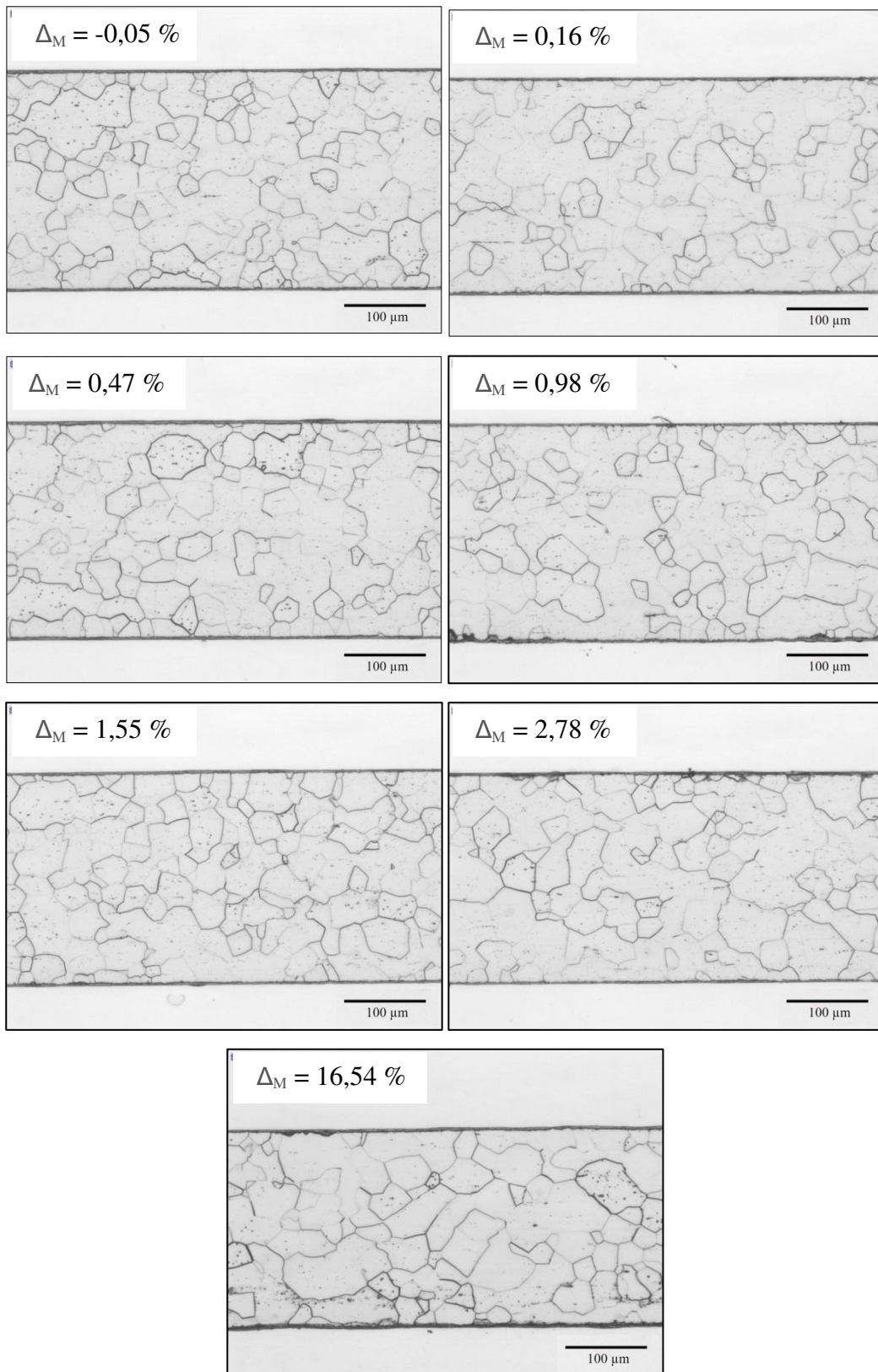
Além do comprimento, o estiramento provocou variações nas demais dimensões das amostras. A redução média máxima na espessura foi de aproximadamente 6,77% (0,018 mm) e 6,23% (3,18 mm) na largura. Na FIG. 4.13 é apresentada a variação média da espessura e largura em relação à tensão de tração aplicada durante o recozimento primário.



**FIG. 4.13** Redução da largura e da espessura das amostras em função da tensão de tração aplicada durante o recozimento primário de descarbonetação.

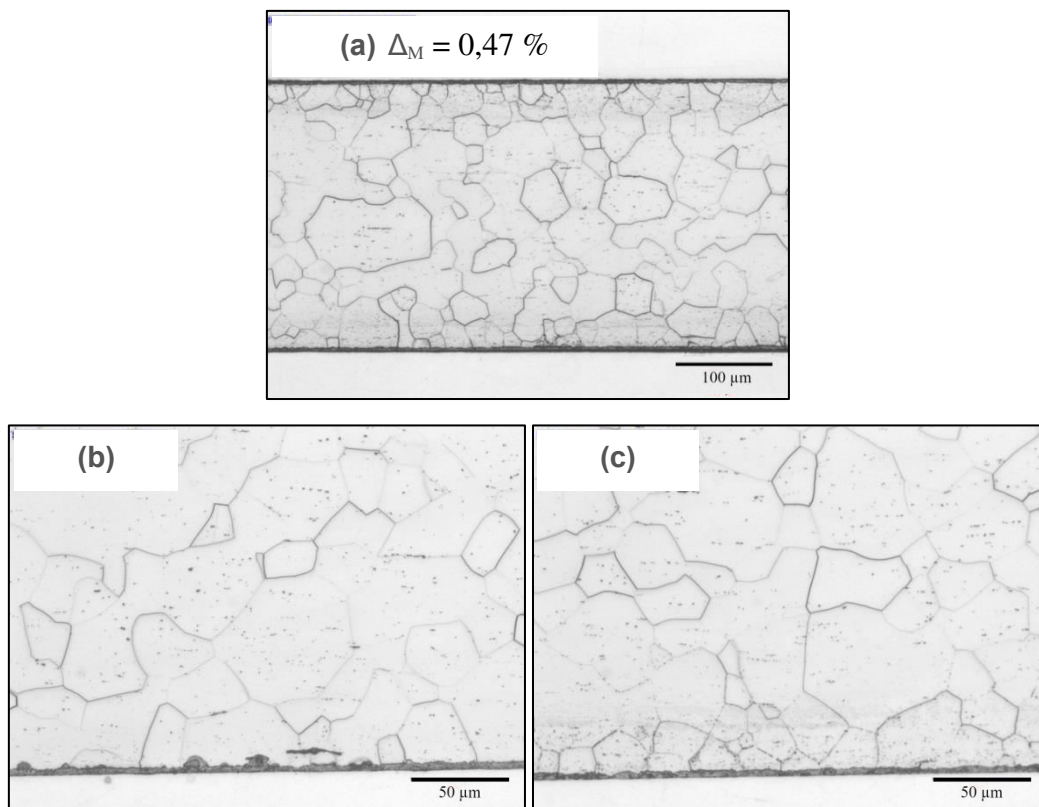
#### 4.3.2 MICROESTRUTURA PRIMÁRIA

As microestruturas das amostras após o recozimento de descarbonetação sob tensão apresentaram-se completamente recristalizadas, como pode ser constatado pelas micrografias apresentadas na FIG. 4.14. As microestruturas apresentadas dão um indício de que o tamanho de grão primário é influenciado pelo incremento do estiramento, uma vez que é possível notar grãos maiores para as amostras com maiores alongamentos.



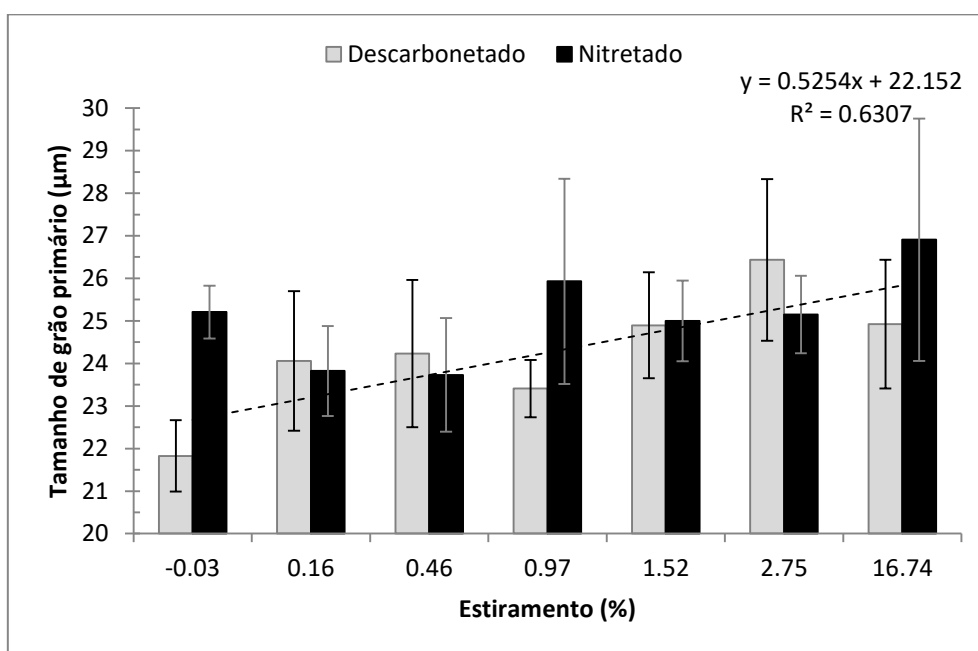
**FIG. 4.14** Micrografias das amostras recristalizadas primariamente.

Após o recozimento de descarbonetação as amostras foram submetidas ao tratamento térmico de nitretação. A microestrutura das amostras não exhibe modificações, FIG. 4.15, uma vez que a nitretação foi realizada em temperatura inferior (840 °C) para evitar o crescimento de grão. A diferença observada entre as micrografias é a quantidade de precipitados finos próximos a superfície das amostras nitretadas em comparação com as amostras apenas descarbonetadas. De acordo com estudos já publicados, possivelmente tais precipitados são correspondentes a nitretos (KUMANO, HARATANI e FUJI, 2004; LIAO e HOU, 2010).



**FIG. 4.15** Micrografias das amostras recristalizadas primariamente (a) após a etapa de nitretação; (b) detalhe amostra após o recozimento de descarbonetação; (c) detalhe amostra após a nitretação.

O tamanho de grão primário foi medido com o auxílio do EBSD em dois momentos: após o recozimento de descarbonetação e após a nitretação. Assim como no teste exploratório, foi considerado contornos com desvio igual ou superior a 15°. Na FIG. 4.16 são expostos os resultados das medidas realizadas.



**FIG. 4.16 Medida do tamanho de grão primário (µm) em função do estiramento alcançado para as amostras descarbonetadas e nitretadas.**

Percebe-se que há uma tendência moderada de aumento da medida do tamanho de grão com o incremento do estiramento. Esse comportamento também foi observado por Cesar (2012) nas amostras laminadas em uma e duas etapas. A autora sugere que a tensão de tração pode afetar a nucleação e o crescimento inicial dos grãos primários.

Acredita-se que não houve aumento do grão durante o tratamento térmico de nitretação, como discutido, pois a temperatura utilizada nesta etapa foi inferior a utilizada na descarbonetação. As diferenças observadas na comparação dos resultados são provavelmente, devidas à amostragem.

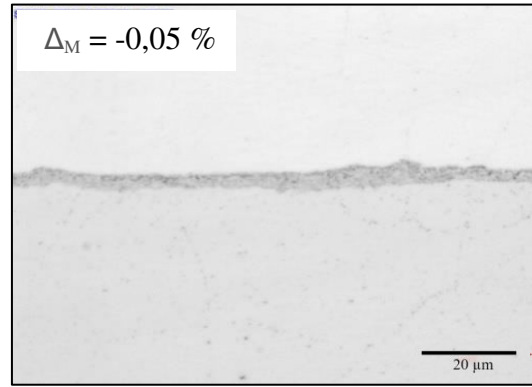
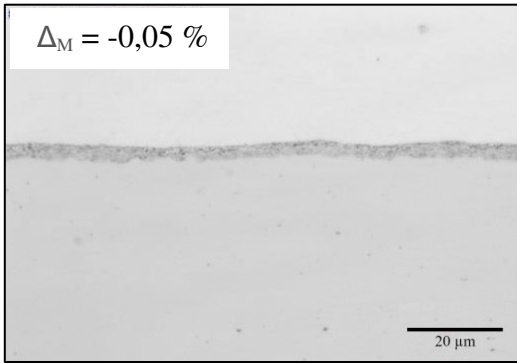
Outra característica observada na microestrutura primária dos aços elétricos é a presença de uma camada de óxidos na superfície do material. O filme cerâmico se desenvolve no recozimento de descarbonetação em virtude do contato da superfície do aço com a atmosfera úmida de recozimento. Esta camada tem o papel fundamental para a obtenção da camada do filme de vidro de forsterita no recozimento secundário.

A FIG. 4.17 apresenta as micrografias dessa camada antes e após a nitretação. Nota-se que mesmo com o recozimento de descarbonetação sob tensão variável o aspecto da camada foi contínuo e uniforme.

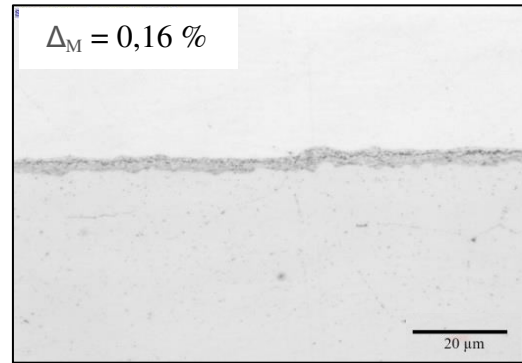
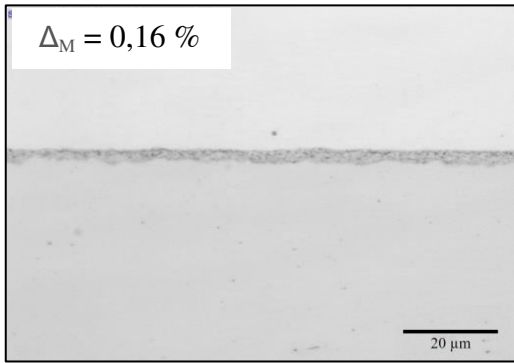
**Descarbonetado**

**Nitretato**

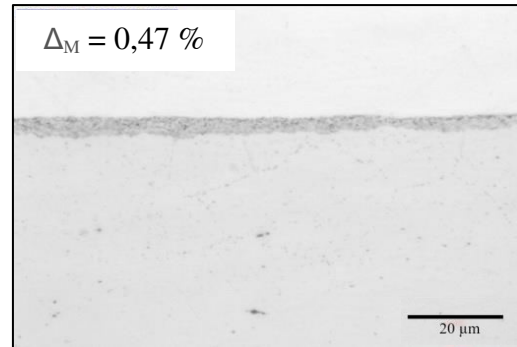
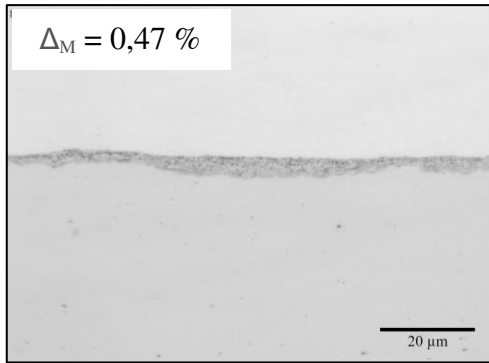
**5 kgf**



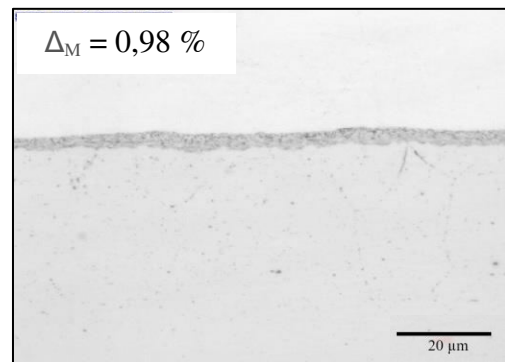
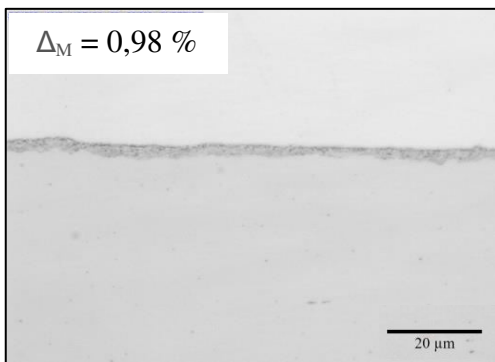
**10 kgf**



**15 kgf**



**20 kgf**

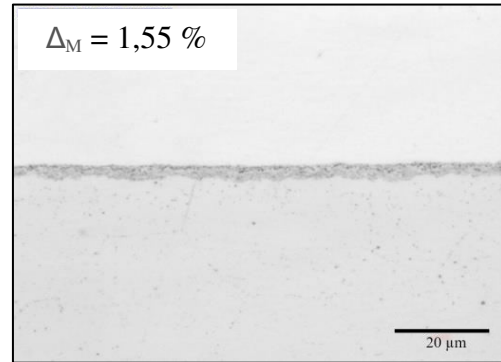
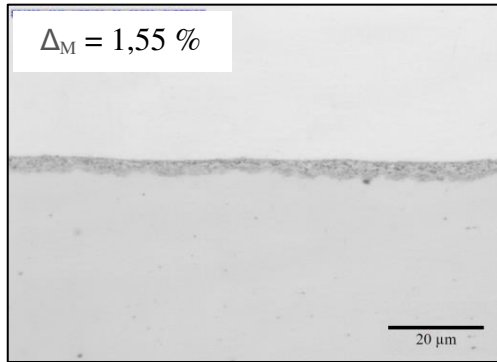




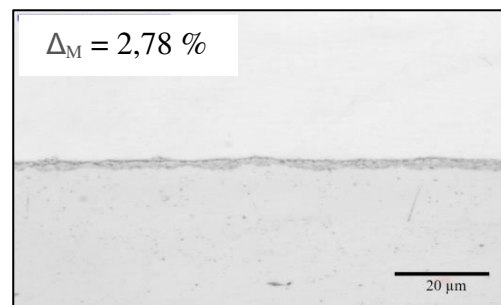
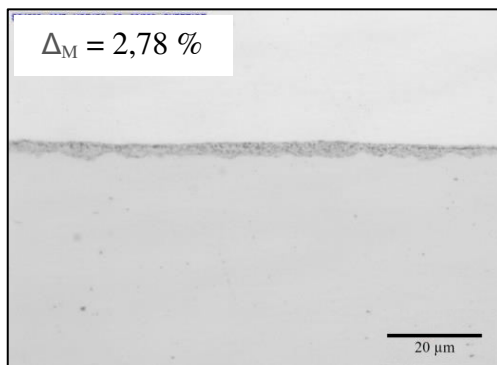
**Descarbonetado**

**Nitretado** (continuação)

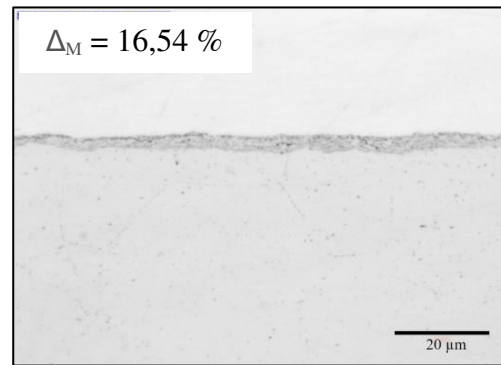
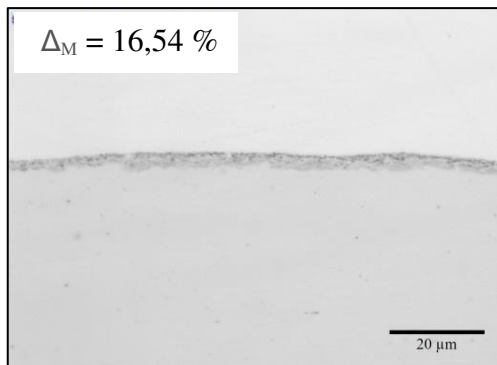
**25 kgf**



**30 kgf**

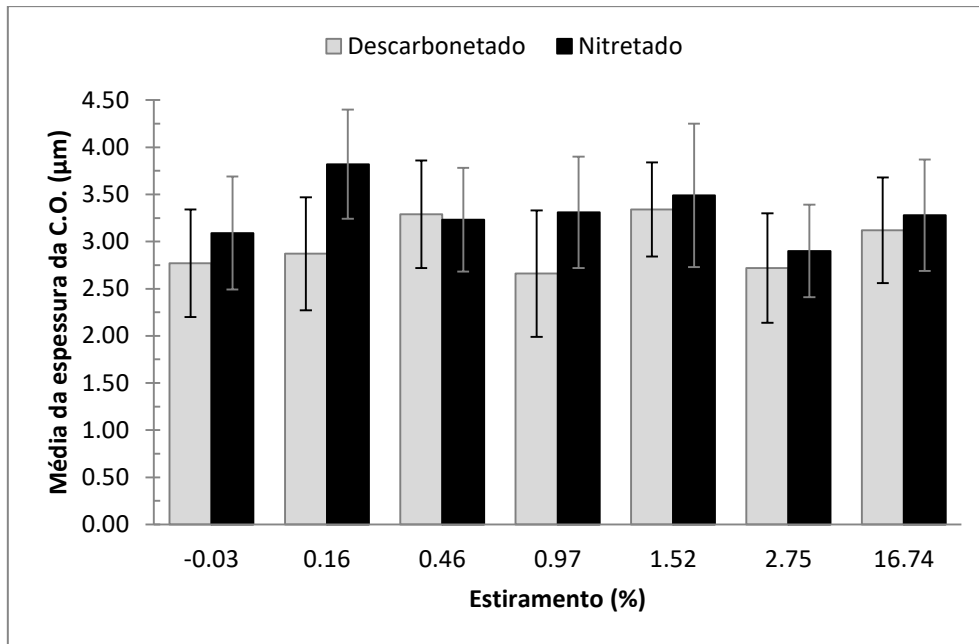


**35 kgf**



**FIG. 4.17 Micrografias evidenciando a camada de óxido sobre a superfície das amostras após a descarbonetação e nitretação.**

Na FIG. 4.18 é apresentado o comparativo da medida das espessuras da camada de óxido após a descarbonetação e após a nitretação. Neste gráfico é possível observar que o alongamento durante a descarbonetação não provocou alterações significativas na espessura da camada superficial dos óxidos, corroborando para com o que foi verificado nas micrografias da FIG. 4.17.



**FIG. 4.18** Comparação das medidas da espessura média da camada de óxido ( $\mu\text{m}$ ) após a decarbonetação e nitretação.

### 4.3.3 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

Após as três principais etapas do processamento foram realizadas análises de composição química. Na TAB. 4.7 são apresentados os principais resultados.

**TAB. 4.7 Composição química após as principais etapas do processamento.**

Amostra	C (ppm) <sup>1</sup>	C (ppm) <sup>3</sup>	N (ppm) <sup>2</sup>	N (ppm) <sup>3</sup>	S (ppm) <sup>3</sup>
8 (5 kgf)	6	14,8	407	0	15
15 (10 kgf)	7	11,6	382	0	15
19 (15 kgf)	8	13	417	0,515	15
22 (20 kgf)	10	12,9	372	0,227	15
35 (25 kgf)	8	18,4	431	0,432	14
36 (30 kgf)	7	14,3	413	1,17	14
45 (35 kgf)	10	22,5	435	0,974	14

<sup>1</sup> Após o recozimento primário de descarbonetação

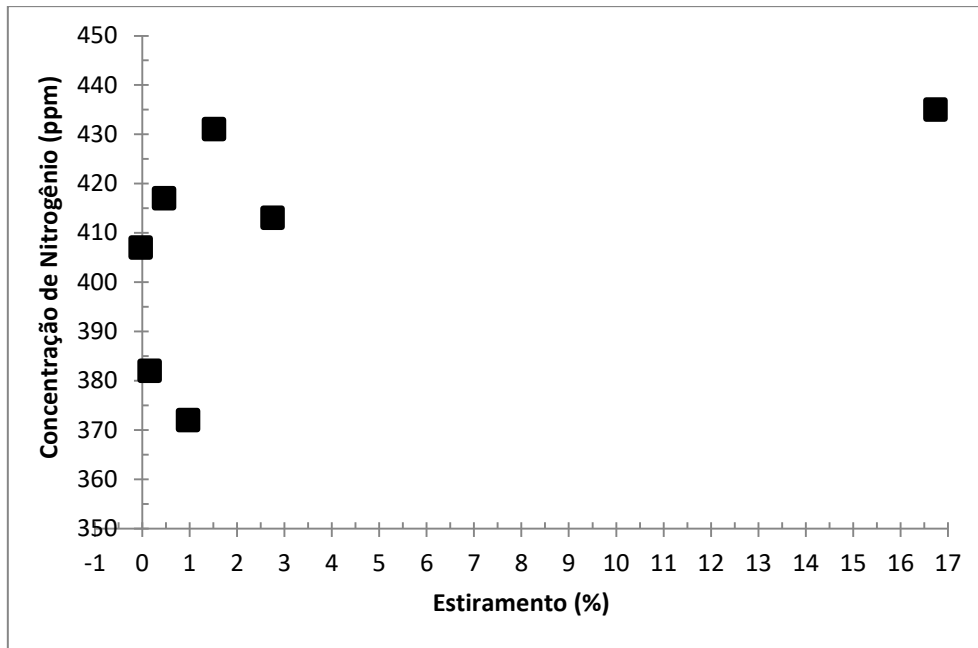
<sup>2</sup> Após a nitretação

<sup>3</sup> Após o recozimento secundário em caixa

Notou-se que após a nitretação houve o aumento além do esperado na concentração de nitrogênio. Provavelmente esse comportamento é associado a alguma mudança de posicionamento do selo da câmara de nitretação durante o processo das amostras. A hipótese de abertura de algum selo do forno além do necessário pode ter proporcionado a contaminação das zonas de descarbonetação da linha piloto, o que justifica esse episódio.

Nesta situação a concentração de nitrogênio extrapolou o valor esperado e com isso pode ter mascarado a tendência de aumento da sua concentração em função do alongamento, se comparado ao teste preliminar, pois a tendência do aumento da concentração de nitrogênio nas amostras apresentou variação para os valores de estiramentos mais baixos. Na FIG. 4.19 é possível avaliar o comportamento descrito.

A alta concentração de nitrogênio pode ter possibilitado durante a nitretação, a formação de um maior número de precipitados. Isso pode interferir na inibição de crescimento de grão durante o recozimento em caixa posterior.



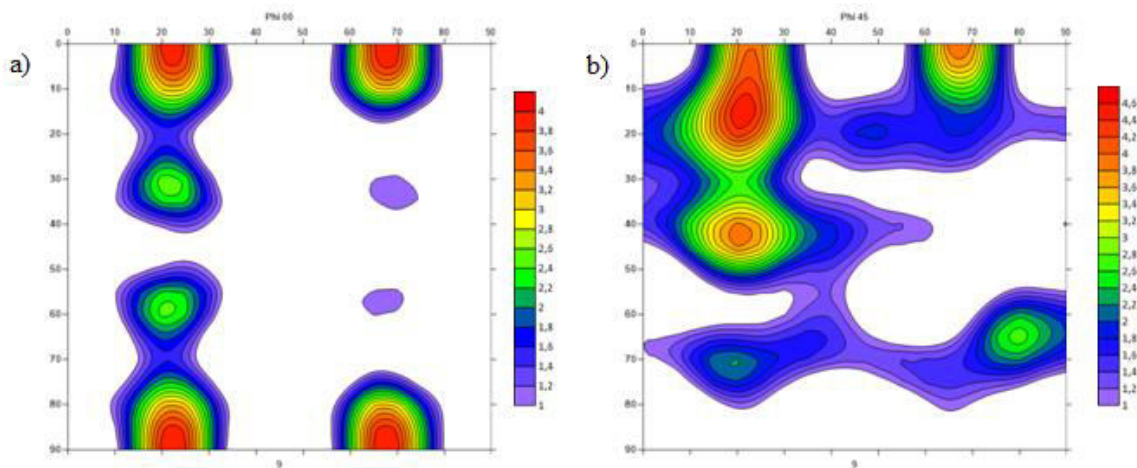
**FIG. 4.19** Variação da concentração de nitrogênio (ppm) em função do estiramento (%) alcançado no recozimento de descarbonetação

Como comprovado por Cesar (2012), a descarbonetação sob tensão variável proporciona alteração nos precipitados presentes na matriz primária, sendo que o aumento do estiramento favorece precipitados mais finos. Aplicável a esse estudo, a tensão de tração variável durante o recozimento primário de descarbonetação pode estar associada a alterações nos precipitados primários e consequentemente na microestrutura, de modo a aumentar os sítios de nucleação para os nitretos.

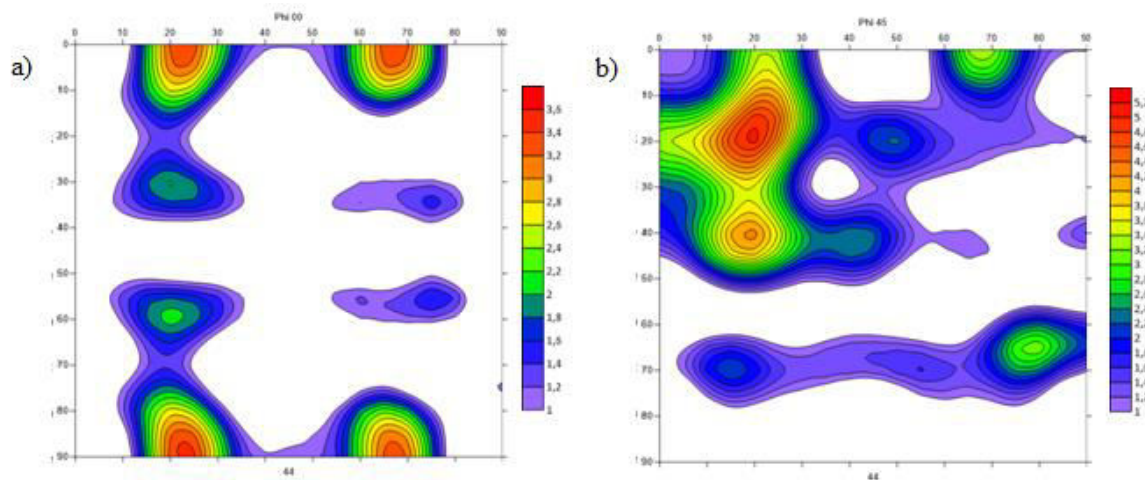
Com relação à descarbonetação, foi possível constatar que o recozimento sob tração foi eficiente, uma vez que se conseguiu reduzir o carbono das amostras para níveis inferiores a 30 ppm, evitando o posterior envelhecimento magnético e deterioração das propriedades magnéticas. A concentração de nitrogênio e enxofre também foi reduzida para os níveis menor ou igual a 15 ppm.

#### 4.3.4 TEXTURA PRIMÁRIA

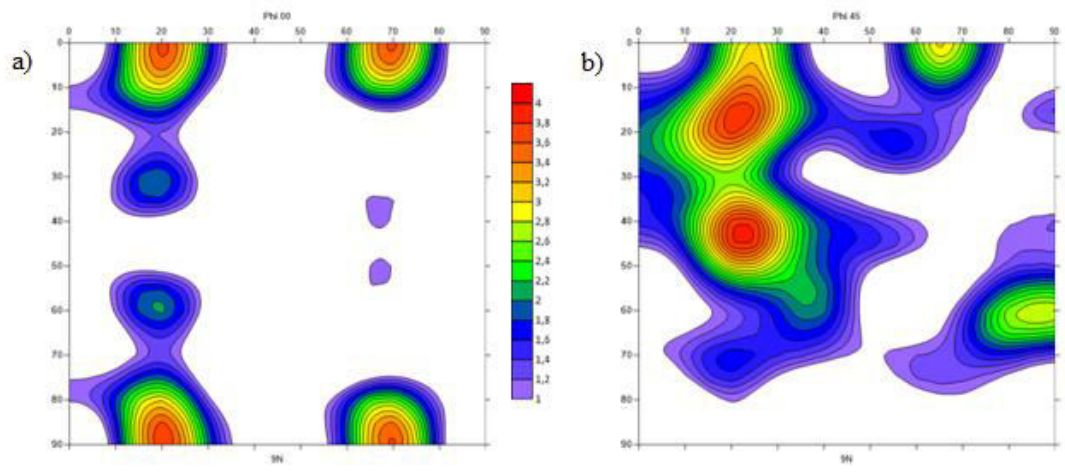
Nas FIG. 4.20 a FIG. 4.23 são exibidas as FDOC's para o  $\varphi_2 = 0^\circ$  e  $45^\circ$  de quatro amostras nas condições do menor e maior alongamento após a descarbonetação e após a nitretação.



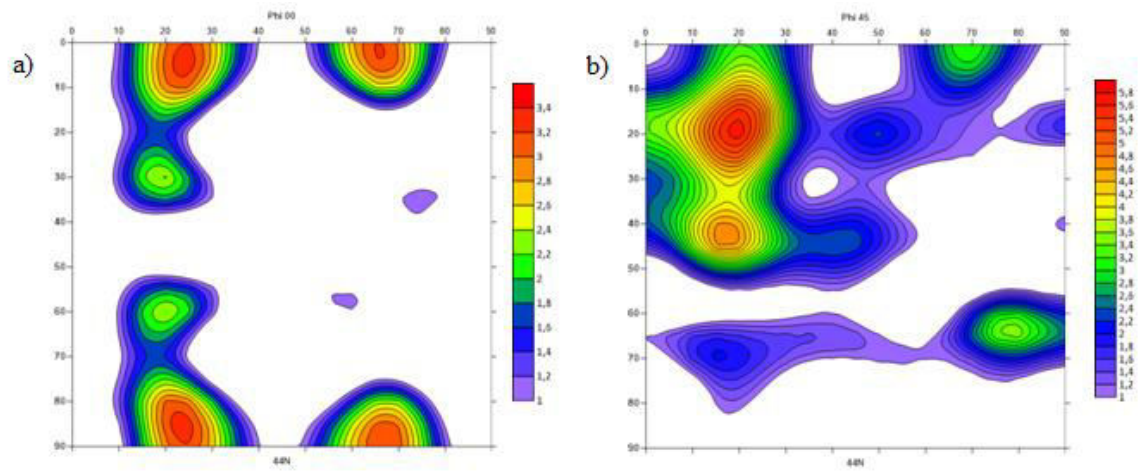
**FIG. 4.20 FDOC para (a)  $\varphi_2 = 0^\circ$  e (b)  $\varphi_2 = 45^\circ$  da amostra com estiramento de -0,16% após a etapa de descarbonetação.**



**FIG. 4.21 FDOC para (a)  $\varphi_2 = 0^\circ$  e (b)  $\varphi_2 = 45^\circ$  da amostra com estiramento de 15,65% após a etapa de descarbonetação.**



**FIG. 4.22 FDOC para (a)  $\varphi_2 = 0^\circ$  e (b)  $\varphi_2 = 45^\circ$  da amostra com estiramento de -0,16% após a etapa de nitretação.**

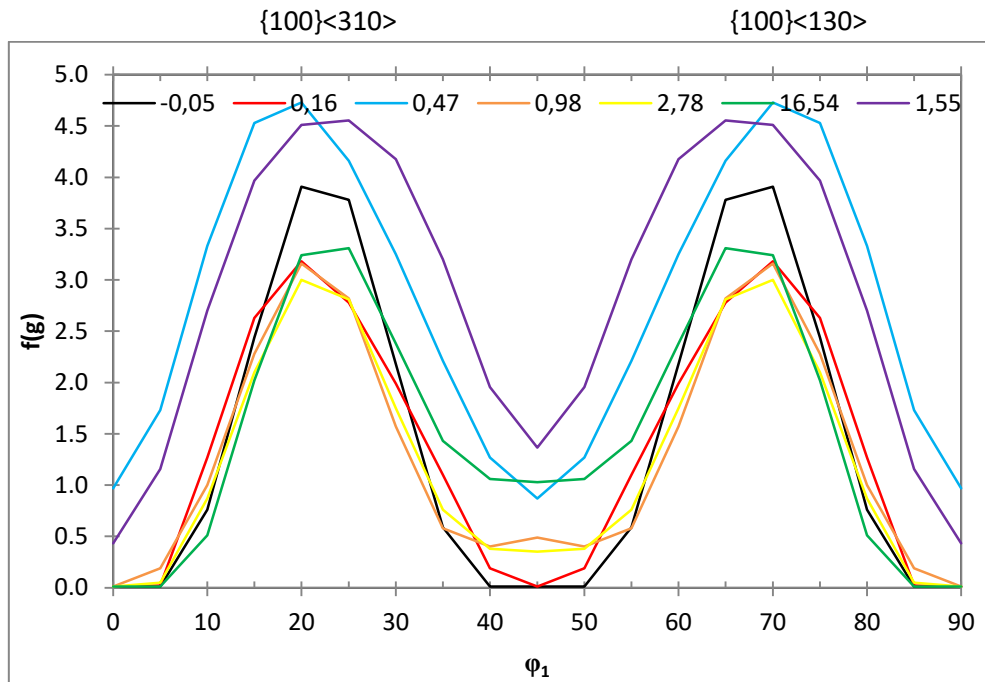


**FIG. 4.23 FDOCs para (a)  $\varphi_2 = 0^\circ$  e (b)  $\varphi_2 = 45^\circ$  da amostra com estiramento de 15,65% após a etapa de nitretação.**

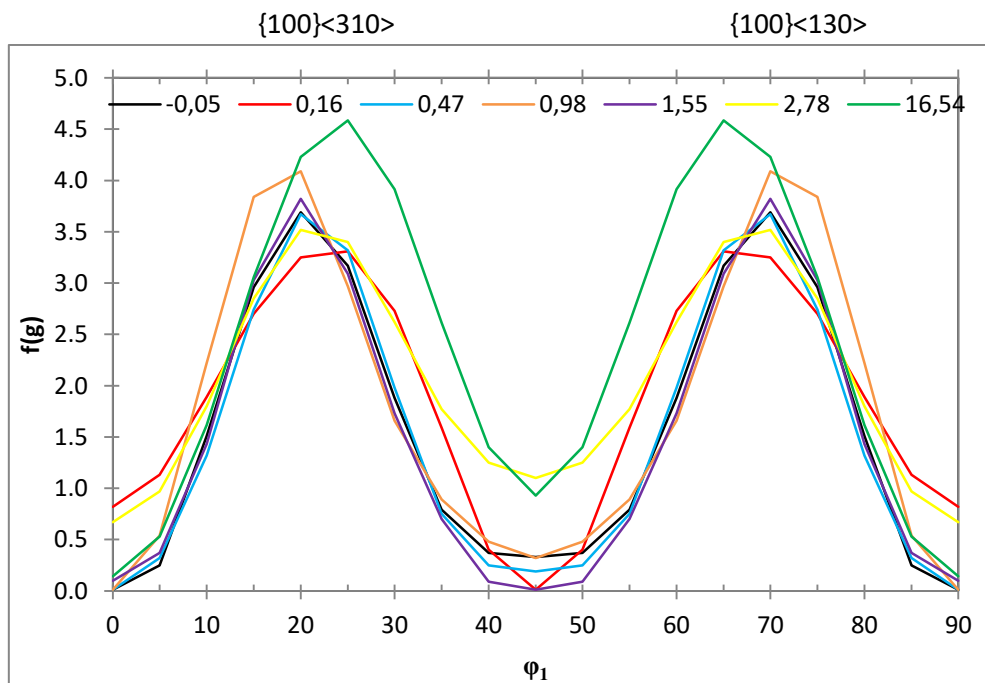
Como observado, apesar do alongamento durante o recozimento primário, as FDOCs após a descarbonetação e nitretação não apresentaram alterações relevantes, sendo que as pequenas modificações observadas são possivelmente relativas à amostragem.

As principais componentes de textura observadas são pertencentes às fibras  $\theta$ ,  $\alpha$  e  $\gamma$  (com um desvio em relação a  $\Phi$ ), além das componentes  $\{114\}\langle 148 \rangle$  e  $\{223\}\langle 241 \rangle$ , referentes a  $\varphi_1 = 20^\circ$ ,  $\Phi = 20^\circ$  e  $\varphi_2 = 45^\circ$  e  $\varphi_1 = 20^\circ$ ,  $\Phi = 40^\circ$  e  $\varphi_2 = 45^\circ$ , respectivamente. Vale ressaltar que neste estudo foi adotada a tolerância de  $15^\circ$  para admitir a aceitabilidade das orientações cristalográficas.

Nas FIG. 4.24 e FIG. 4.25 são apresentadas a variação da intensidade da fibra  $\theta$  (vezes aleatório),  $\langle 100 \rangle // \text{DN}$ , em função de  $\varphi_1$ , para as amostras descarbonetadas e nitretadas.



**FIG. 4.24** Variação da intensidade da fibra  $\theta$  em função de  $\varphi_1$  para as amostras descarbonetadas.

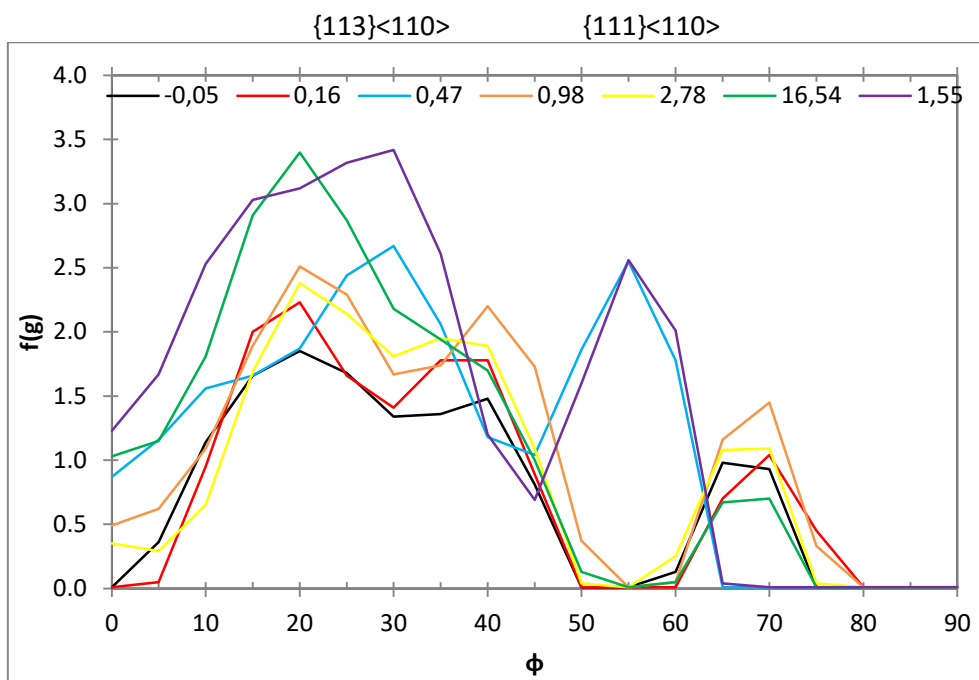


**FIG. 4.25** Variação da intensidade da fibra  $\theta$  em função de  $\varphi_1$  para as amostras nitretadas.

Como observado, a variação da intensidade máxima da fibra  $\theta$  tem o comportamento similar para todos os estiramentos.

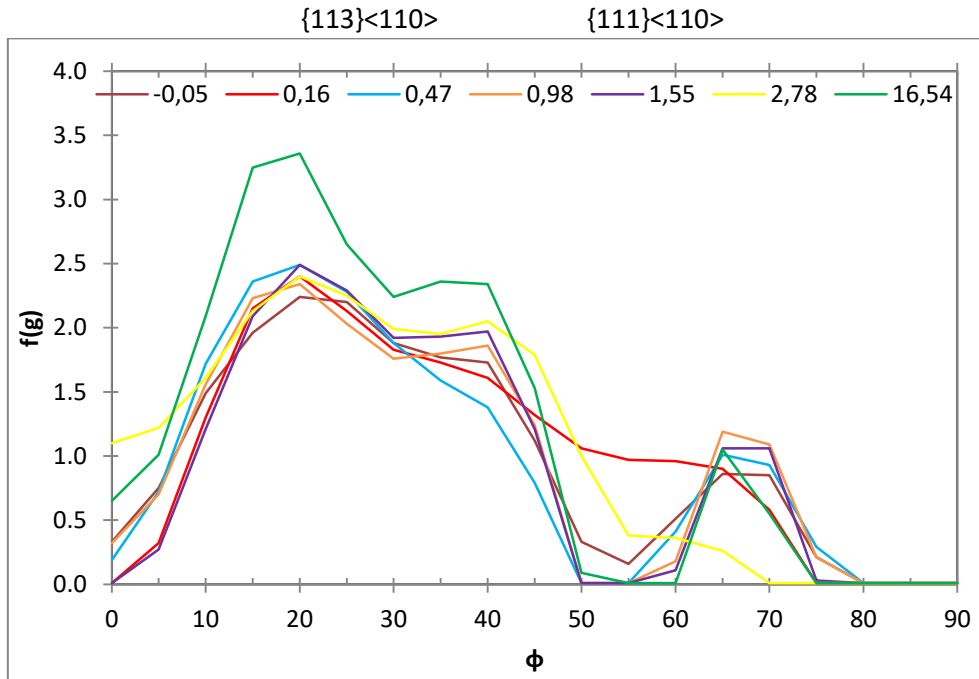
A fibra apresenta-se parcialmente para todas as condições, e as componentes com maior intensidade estão situadas em  $\varphi_1 = 20^\circ$  e  $70^\circ$ , para  $\Phi$  fixo em  $0^\circ$  ou  $90^\circ$  e  $\varphi_2 = 0^\circ$ , definidas como  $\{100\}\langle 130\rangle$ .

Outra textura presente após a recristalização primária é a fibra  $\alpha$ ,  $\langle 110\rangle//DL$ , onde as FIG. 4.26 e FIG. 4.27 apresentam a variação da intensidade da fibra em função de  $\Phi$ , para as amostras descarbonetadas e nitretadas.



**FIG. 4.26** Variação da intensidade da fibra  $\alpha$  em função de  $\Phi$  para as amostras descarbonetadas.

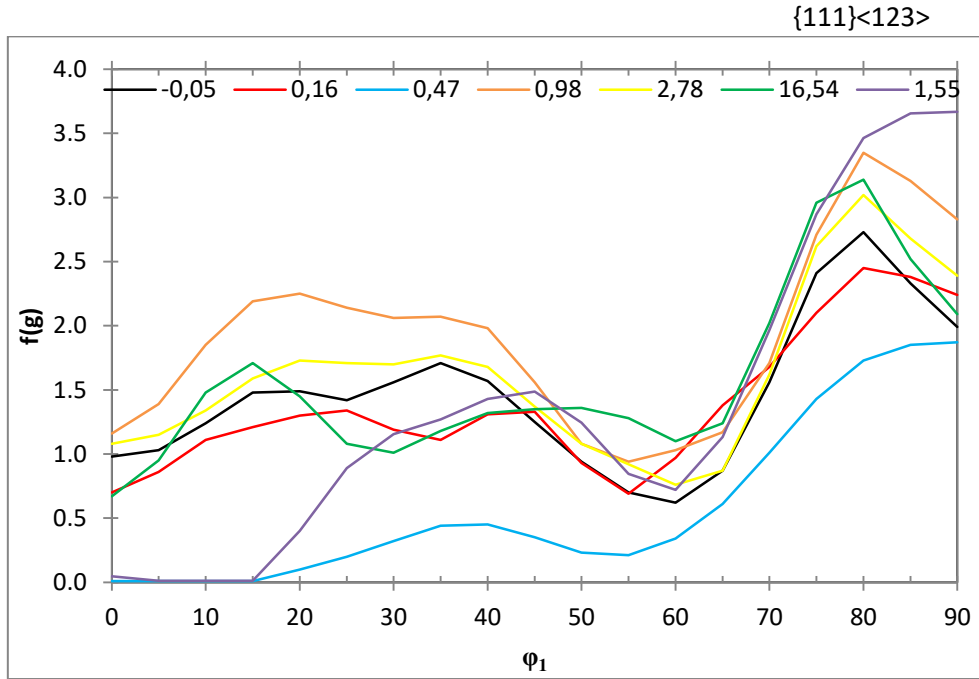




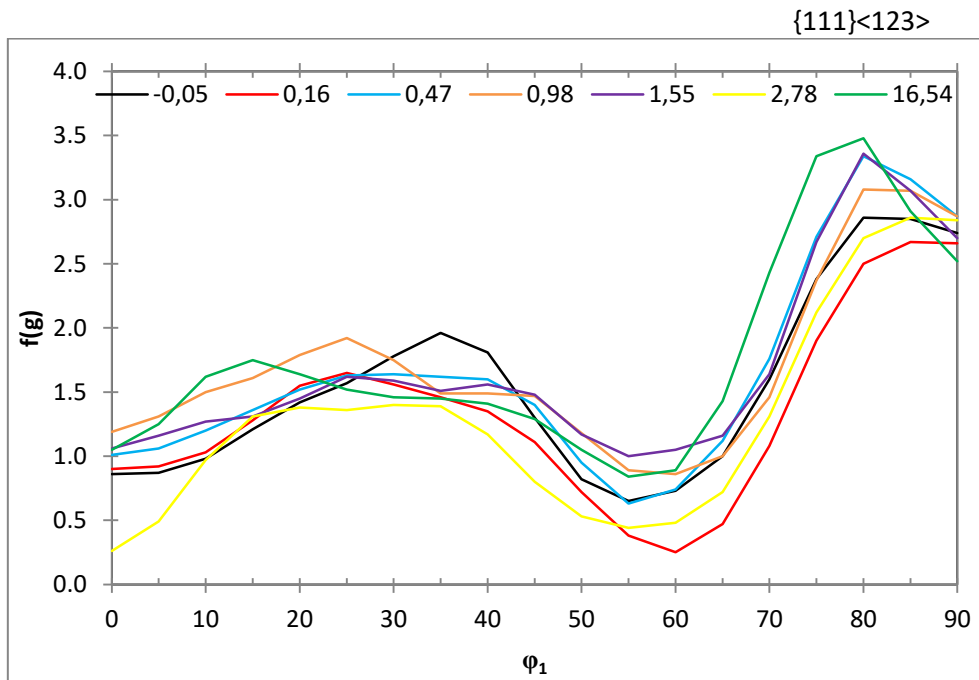
**FIG. 4.27** Variação da intensidade da fibra  $\alpha$  em função de  $\Phi$  para as amostras nitretadas.

A fibra  $\alpha$  também se apresenta parcialmente, sendo a variação da sua intensidade em função de  $\Phi$  semelhante para todos os estiramentos alcançados. A intensidade máxima da fibra  $\alpha$  se concentra próximo à componente  $\{113\}\langle 110\rangle$ , onde  $\Phi = 25$ ,  $\varphi_1 = 0^\circ$  e  $\varphi_2 = 45^\circ$ .

Já nas FIG. 4.28 e FIG. 4.29 são apresentadas a variação da intensidade máxima da fibra  $\gamma$ ,  $\langle 111\rangle//DN$ , em função de  $\varphi_1$ .



**FIG. 4.28** Variação da intensidade da fibra  $\gamma$  em função de  $\phi_1$  para as amostras descarbonetadas.



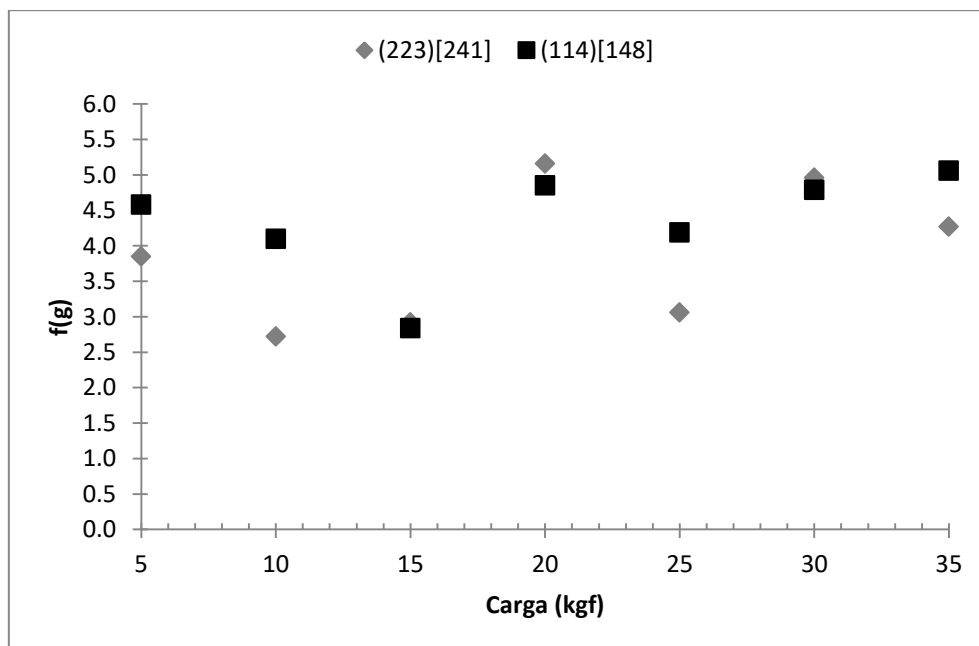
**FIG. 4.29** Variação da intensidade da fibra  $\gamma$  em função de  $\phi_1$  para as amostras nitretadas.

Como discutido, a forma da variação da fibra  $\gamma$  não seguiu um padrão diferente em função do estiramento, sendo que os picos de intensidade máxima são melhores observados

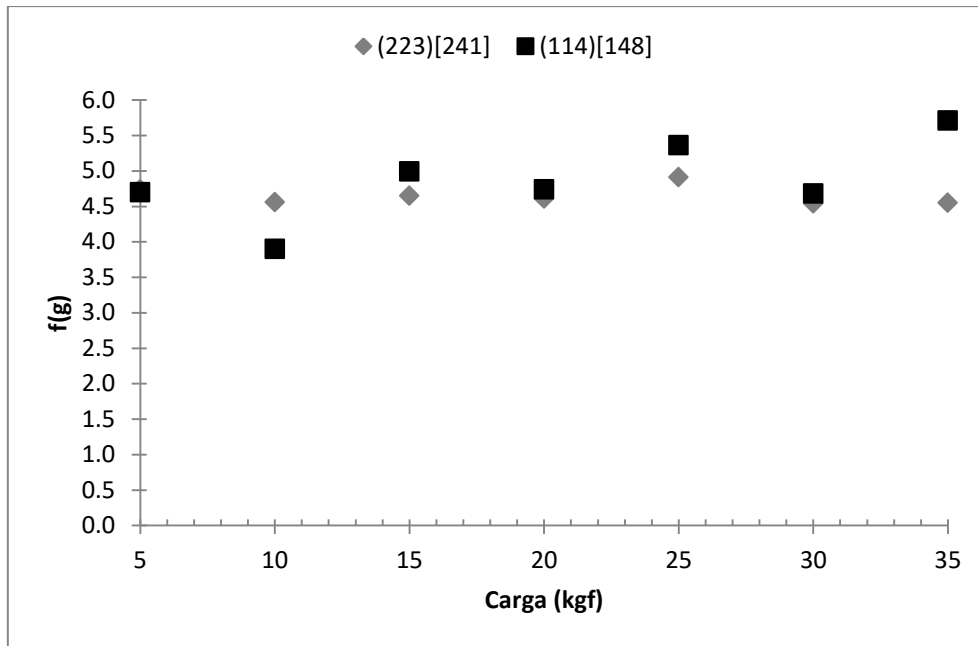
para o  $\Phi = 65^\circ$ , ou seja,  $10^\circ$  deslocado em relação ao  $\Phi$  padrão de  $55^\circ$ . A intensidade máxima dessa fibra se concentra próximo a componente  $\{111\}\langle 123\rangle$ , correspondente a  $\varphi_1 = 80^\circ$ ,  $\Phi = 55^\circ$  e  $\varphi_2 = 45^\circ$ .

Além dessas fibras, foi notado, como exibido nas FIG. 4.20 a FIG. 4.23, que há duas outras componentes que se destacam,  $\{411\}\langle 148\rangle$  e  $\{223\}\langle 241\rangle$ . Tais componentes encontram-se paralelas a fibra  $\alpha$  e muitas vezes são representadas como fibra  $\{h,1,1\}\langle 1/h,1,2\rangle$  (HOMMA, NAKAMURA, YOSHINAGA, 2004). Neste estudo a fibra  $\{h,1,1\}\langle 1/h,1,2\rangle$  será por vezes identificada com  $\alpha'$ , devido a proximidade de localização com a própria fibra  $\alpha$ .

Nos gráficos a seguir, é possível observar a evolução dessas componentes em função da carga aplicada durante o recozimento primário, das amostras descarbonetadas e nitretadas (FIG. 4.30 e FIG. 4.31, respectivamente).



**FIG. 4.30** Variação da intensidade das componentes de textura  $\{223\}\langle 241\rangle$  e  $\{114\}\langle 148\rangle$  em relação à carga aplicada durante o recozimento primário para as amostras descarbonetadas.



**FIG. 4.31** Variação da intensidade das componentes de textura  $\{223\}\langle 241\rangle$  e  $\{114\}\langle 148\rangle$  em relação à carga aplicada durante o recozimento primário para as amostras nitretadas.

As componentes de textura pertencentes à fibra  $\alpha'$  não variam de forma significativa com a carga aplicada, e conseqüente estiramento, durante a recristalização primária, após as duas primeiras etapas do processamento do aço.

Na TAB. 4.8 é possível observar a intensidade máxima alcançada de cada componente em relação à textura aleatória.

**TAB. 4.8** Valores das intensidades máximas alcançadas pelas componentes de textura em relação ao aço com textura aleatória.

Carga (kgf)	Al. Médio (%)	Descarbonetado		Nitretado	
		$\{223\}\langle 241\rangle$	$\{114\}\langle 148\rangle$	$\{223\}\langle 241\rangle$	$\{114\}\langle 148\rangle$
5	-0,16	3,85	4,58	4,74	4,70
10	0,15	2,72	4,10	4,56	3,90
15	0,48	2,92	2,84	4,65	4,99
20	0,99	5,16	4,85	4,61	4,74
25	1,81	3,06	4,19	4,91	5,36
30	1,68	4,96	4,79	4,54	4,68
35	15,65	4,27	5,06	4,55	5,71

Em relação à textura de deformação, nota-se que a recristalização primária de descarbonetação proporcionou dispersão e algumas alterações nas componentes da textura.

Em  $\varphi_2 = 0^\circ$  a textura inicialmente observada foi a componente cubo rodado, pertencente à fibra  $\theta$ . Após o processamento necessário para promover a recristalização primária, a textura alcançada é referente à mesma fibra, porém a componente de maior intensidade em todas as amostras analisadas foi alterada para cubo girado. A presença dessa componente de textura após a recristalização primária já é bem discutida na literatura como típica dos aços CCC que foram submetidos à laminação severa. Cabe ressaltar que a componente cubo girado também é pertencente à fibra  $\alpha'$  (VERBEKEN e KESTENS, 2003; HOMMA, NAKAMURA e YOSHINAGA, 2004; LIU et al, 2016).

Já em  $\varphi_2 = 45^\circ$  uma das texturas evidenciada é a fibra  $\gamma$ , sendo que na maioria das amostras foi observado um desvio de aproximadamente  $10^\circ$  em relação a  $\Phi$  e a intensidade máxima se concentra na vizinhança da componente  $\{111\}\langle 123 \rangle$ . Esse tipo de orientação cristalográfica situa-se em torno  $\{110\}\langle 100 \rangle$  e é uma das componentes, da fibra  $\gamma$ , que possui maior taxa de crescimento dos grãos antes da recristalização secundária, sendo benéfica para o desenvolvimento da componente Goss (JIA et al, 2011).

A fibra  $\alpha$  é observada também parcialmente, concentrando principalmente entre  $\{001\}\langle 110 \rangle$  e  $\{111\}\langle 110 \rangle$ , porém com intensidade bem menor, se comparado ao material deformado. É possível notar que as componentes de textura mais intensas das amostras,  $\{411\}\langle 148 \rangle$  e  $\{223\}\langle 142 \rangle$ , são observadas paralelas a fibra  $\alpha$  (com desvio de aproximadamente  $20^\circ$  em relação a  $\varphi_1$ ), pertencentes à fibra  $\alpha'$ .

Homma e Hutchinson (2003) demonstraram que a componente de textura  $\{411\}\langle 148 \rangle$  promoveu a recristalização secundária no processamento dos aços elétricos de grãos orientados submetidos a elevada deformação durante a laminação a frio. Esta orientação, assim como  $\{111\}\langle 112 \rangle$ , está relacionada a componente Goss por uma rotação de  $38,94^\circ$  em torno do eixo  $\langle 110 \rangle$ , sendo esse contorno o CSL  $\Sigma 9$ .

Dessa forma, os grãos vizinhos com contornos  $\Sigma 9$  são preferencialmente consumidos pelos grãos crescentes de Goss na recristalização secundária, uma vez que tais contornos são menos fixados pelas partículas da segunda fase (USHIGAMI, Y. et al., 1994; HOMMA e HUTCHINSON, 2003; YASUDA et al, 2018; KUMANO et al, 2003).

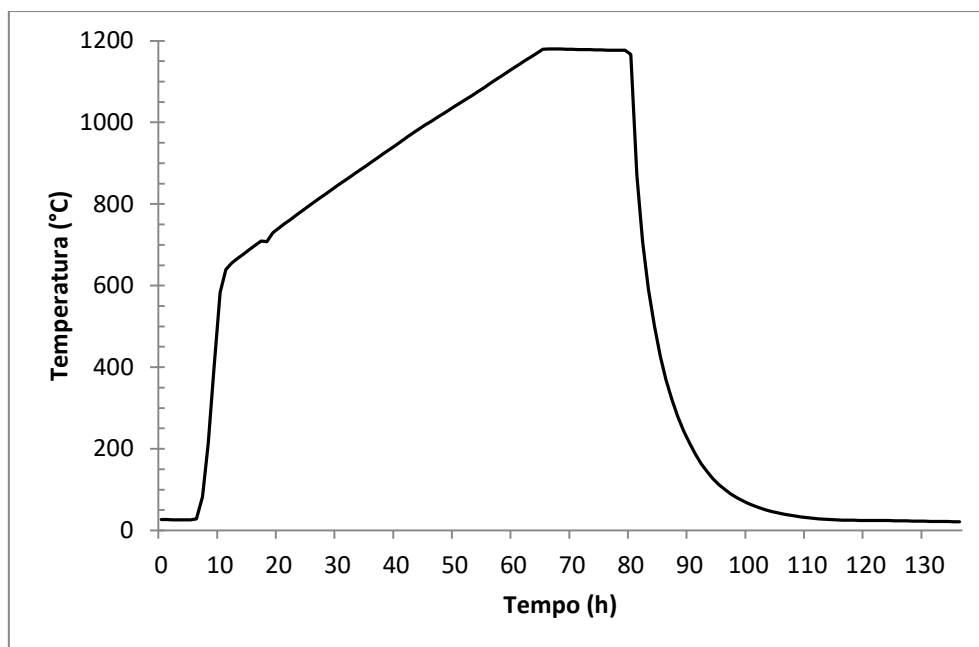
Ao final do recozimento primário também não foi detectado nenhuma intensidade da componente Goss, que é essencial para formação da textura final do aço elétrico de grão orientado. Porém é sabido que regiões com orientação Goss se concentram nas bandas de

cisalhamento e a intensidade dessa orientação, em relação a amostra aleatória, é muito pequena, podendo estar abaixo do nível de detecção do equipamento de difração de raios X (HOMMA e HUTCHINSON, 2003).

Por fim, como apontado, não houve alteração significativa da textura entre as amostras descarbonetadas e após a nitretação, pois quando as amostras passam para o processo de nitretação a estrutura primária já estava desenvolvida, uma vez que os processos foram realizados separadamente nesta tese. Portanto, o procedimento de nitretação não tem influência na textura e as pequenas alterações observadas são provavelmente devido à variação entre as amostras.

#### 4.3.5 ESTRUTURA SECUNDÁRIA


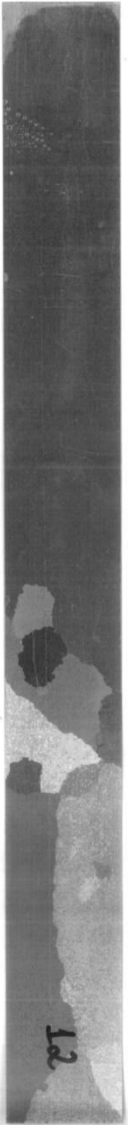


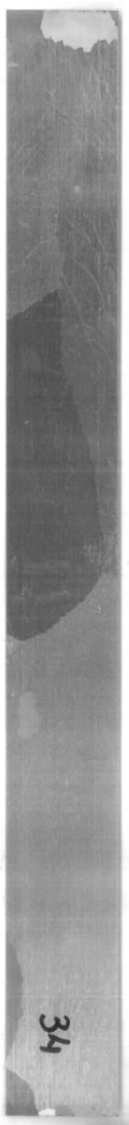

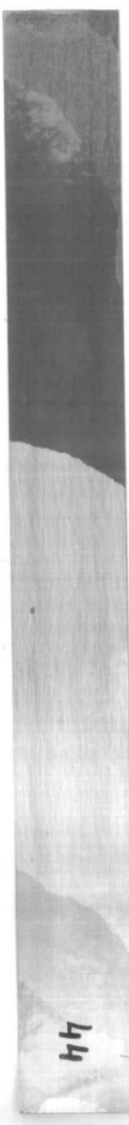
Finalizado o recozimento em caixa foi possível avaliar as macrografias das amostras com o objetivo de verificar se a recristalização secundária foi alcançada. O ciclo térmico do recozimento em caixa é apresentado da na FIG. 4.32.



**FIG. 4.32** Ciclo térmico a partir dos dados experimentais do recozimento em caixa

Na TAB. 4.9 estão expostas as macrografias após o recozimento secundário. Nota-se que as amostras experimentaram a recristalização secundária durante o recozimento em caixa. Assim como observado no teste exploratório, é verificado que o diâmetro equivalente dos grãos secundários é afetado pelo estiramento durante o recozimento primário.

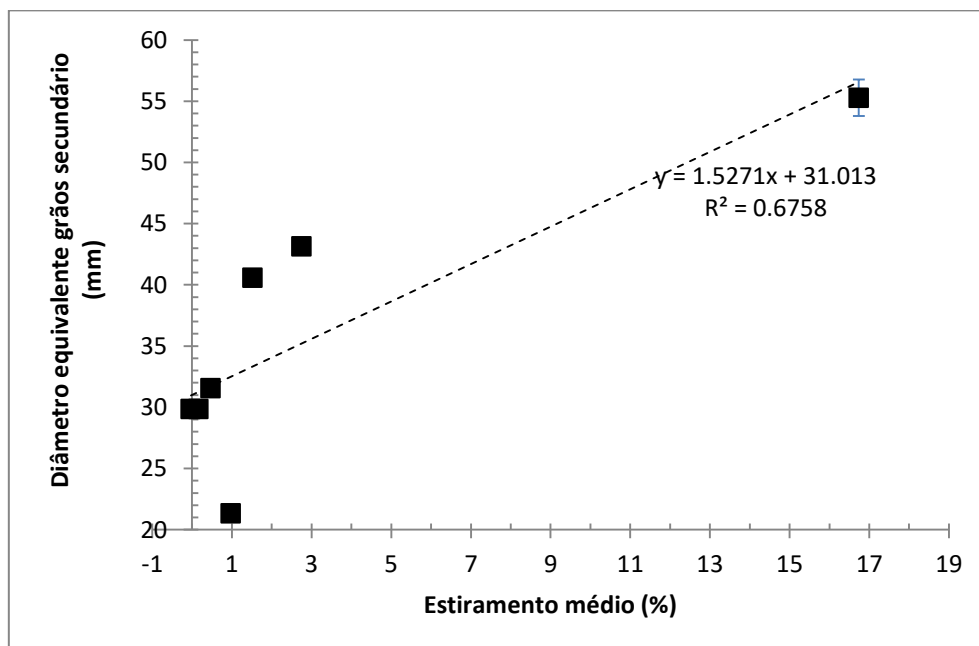
**TAB. 4.9 Macroestruturas e diâmetros equivalentes referentes das amostras após o recozimento em caixa.**

Estiramento médio						
-0,03%	0,16%	0,46%	0,97%	1,52%	2,75%	16,74%
						
9	12	18	23	34	39,1	44
Diâmetro equivalente dos grãos (mm)						
29,85	29,85	31,54	21,33	40,56	43,13	55,28

Em relação ao teste exploratório notou-se que os grãos secundários apresentaram-se maiores. Já foi evidenciado que o aumento da concentração de nitrogênio proporciona um incremento na quantidade dos precipitados finos, e conseqüentemente a capacidade inibitória para o crescimento normal dos grãos é mais forte (LIAO e HOU, 2010; LING et al, 2014).

Como visto neste estudo, houve extrapolação da concentração de nitrogênio em relação à prevista (FIG. 4.19). O excesso de nitreção pode ter levado a diâmetros equivalentes maiores em resposta ao aumento da capacidade inibidora do crescimento normal dos grãos durante a recristalização secundária.

Apesar da incerteza associada à medição dos diâmetros equivalentes dos grãos secundários, é verificado na FIG. 4.33, que há tendência de aumento do diâmetro equivalente do grão com o aumento do estiramento, corroborando com a percepção visual ao analisar as amostras. A exceção é a amostra 23, que apesar de representar o grupo de amostras com estiramento médio igual a  $0,97 \pm 0,07\%$ , apresentou o menor tamanho de grão secundário, correspondente a medida de 21,33 mm.



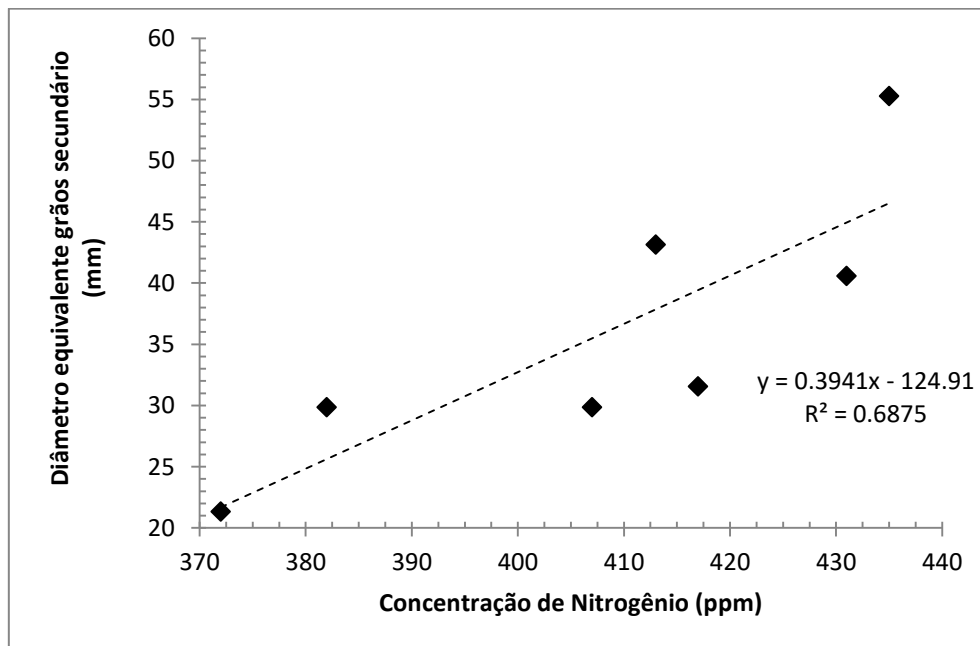
**FIG. 4.33** Variação do diâmetro equivalente dos grãos após a recristalização secundária em relação ao estiramento alcançado durante o recozimento primário.

Esse resultado está em concordância com o trabalho de Cesar (2012). A autora observou que o diâmetro equivalente dos grãos secundários de amostras do aço GO processados com



alta temperatura de recozimento de placa apresentou a tendência de aumentar com o incremento do estiramento, principalmente na direção longitudinal.

Como discutido, o tamanho de grão secundário provavelmente aumentou devido à forte inibição ao crescimento normal durante a recristalização secundária. Na FIG. 4.34 apontada a tendência do aumento do grão secundário em função da concentração de nitrogênio, e por analogia, da inibição ao crescimento normal dos grãos durante a recristalização secundária.



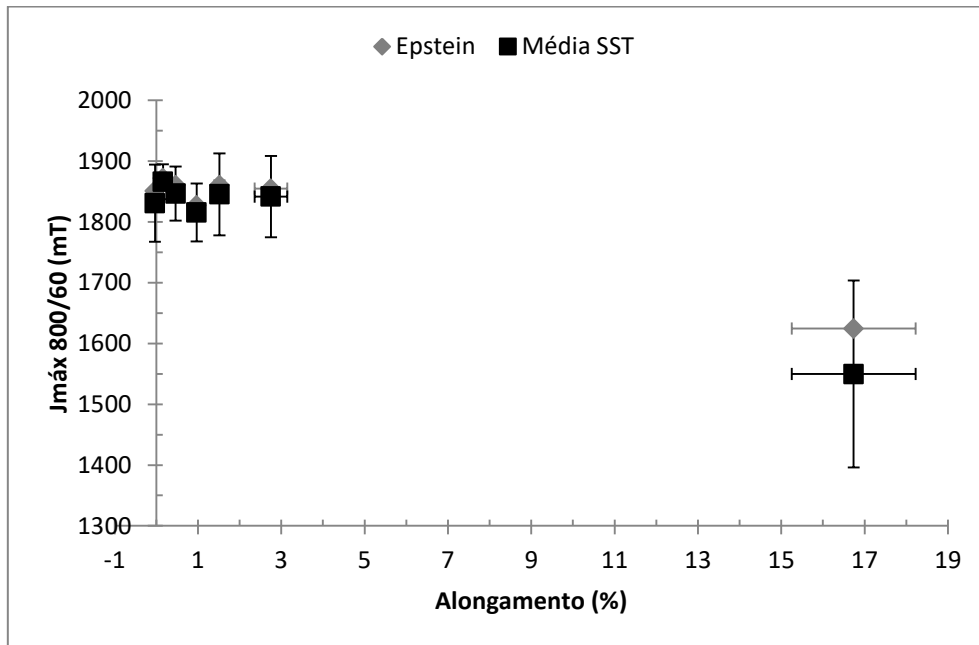
**FIG. 4.34** Variação do tamanho de grão secundário (mm) em relação à concentração de nitrogênio (ppm) alcançada após a nitretação.

O aumento da inibição durante o desenvolvimento da estrutura secundária e consequentemente aumento do tamanho de grão secundário, possivelmente está relacionado ao incremento dos sítios de nucleação de nitretos, devido às mudanças microestruturais causadas pelo estiramento. Assim, foi favorável a obtenção de uma maior quantidade de precipitados mais finos.

#### 4.3.6 PROPRIEDADES MAGNÉTICAS

As medidas das propriedades magnéticas foram realizadas em todas as amostras individualmente, por meio do SST, e em conjuntos no quadro de Epstein. Os resultados SST que serão apresentados nos gráficos a seguir referem-se à média das medidas realizadas em 8 amostras e os resultados Epstein atribuem-se ao conjunto das mesmas amostras, todas com os mesmos parâmetros de processamento.

Na FIG. 4.35 é apresentada a variação da indução magnética em relação ao estiramento médio.



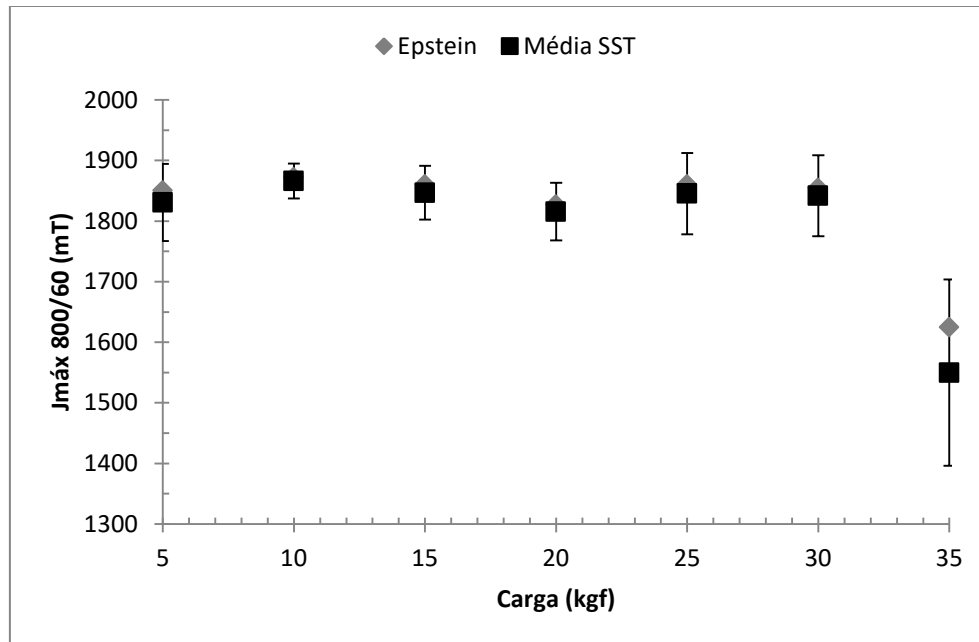
**FIG. 4.35** Efeito do estiramento na indução magnética a 800 A/m ( $B_8$ ).

É possível perceber que a indução magnética alcançada pelas amostras tem o comportamento semelhante para os estiramentos até  $2,75 \pm 0,39\%$ . Quando o aumento do estiramento é mais significativo, como na circunstância em que o alongamento médio alcançou  $16,74 \pm 1,49\%$ , ocorre a redução expressiva do  $B_8$ .

O maior valor médio da indução obtido foi de  $1866,12 \pm 28,72$  mT para o alongamento médio correspondente a  $0,16 \pm 0,04\%$ .

Ao analisar o efeito da indução magnética em relação à carga aplicada no recozimento primário, conforme FIG. 4.36, contata-se que até 30 kgf a variação na indução está dentro do

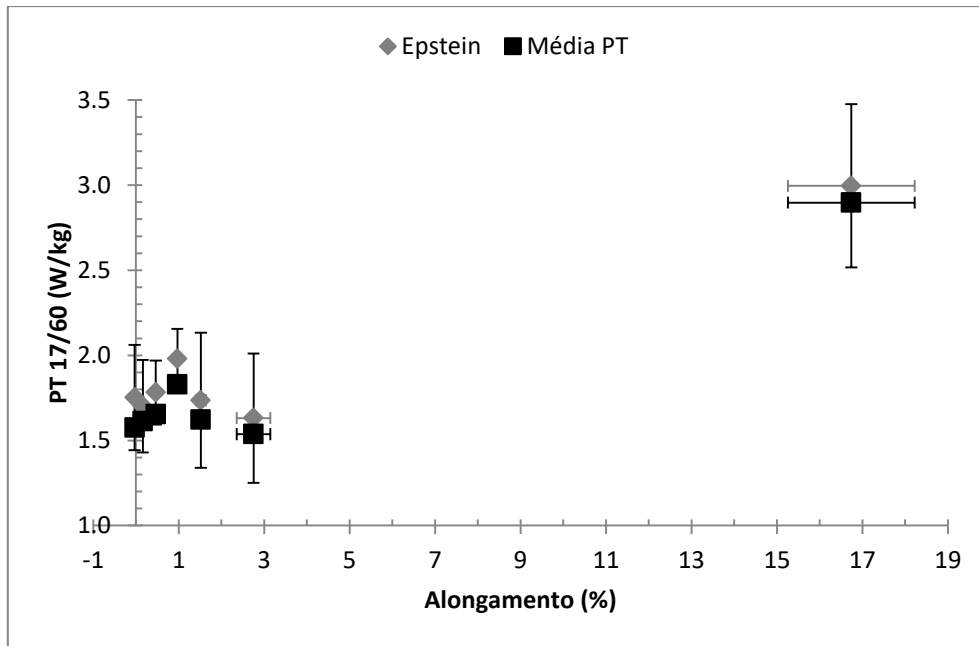
desvio das médias analisadas, porém há uma tendência de aumento do desvio em relação à média com o aumento do estiramento. A redução significativa é observada para as amostras recozidas com carga de 35 kgf, nesta condição a indução média alcançada é  $1549,76 \pm 153,73$  mT.



**FIG. 4.36 Efeito da carga aplicada durante o recozimento primário na indução magnética a 800 A/m ( $B_8$ )**

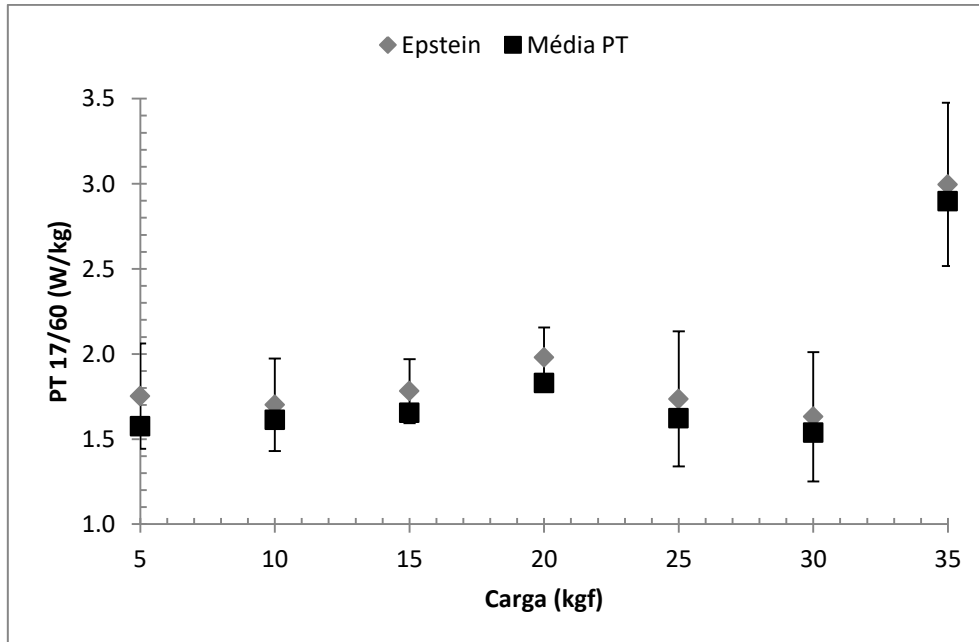
Os resultados para os conjuntos do quadro de Epstein acompanharam a mesma tendência, mantendo-se dentro do desvio da média das análises realizadas individualmente.

Com relação às perdas magnéticas, a perda total aumentou com o incremento do estiramento, conforme observado na FIG. 4.37. O menor valor médio da perda alcançado foi  $1,63 \pm 0,38$  W/kg para o alongamento médio de  $2,75 \pm 0,39\%$  e o maior valor alcançado foi  $2,99 \pm 0,48$  W/kg para o estiramento médio de  $16,74 \pm 1,49\%$ .



**FIG. 4.37** Efeito do estiramento na perda magnética total a a 1,7 T e 60 Hz

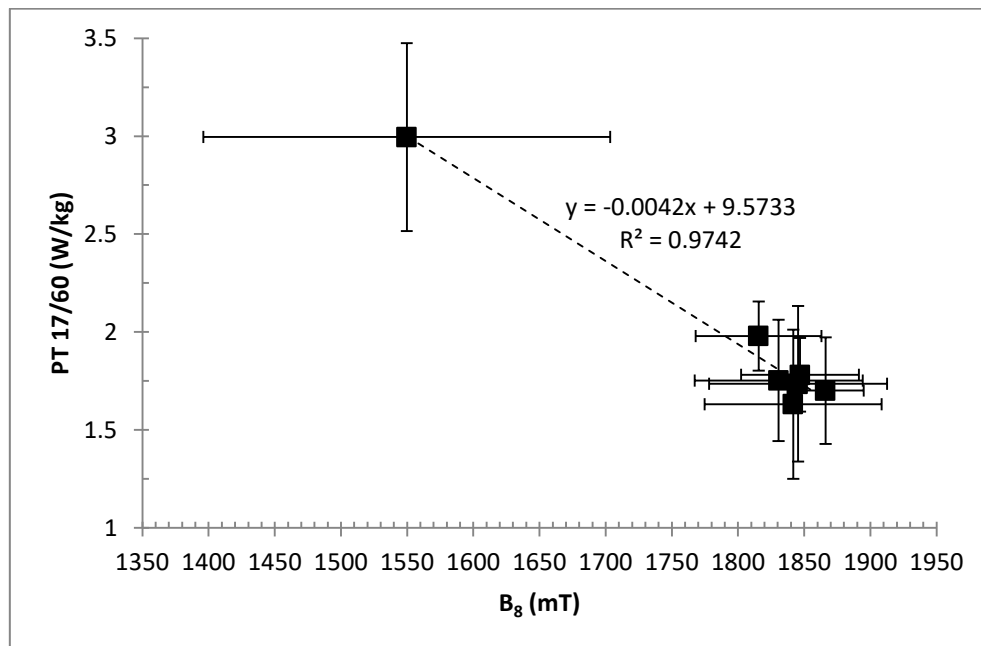
Ao observar a perda em função da carga utilizada no recozimento primário, é possível identificar melhor a tendência da variação da perda (FIG. 4.38).



**FIG. 4.38** Efeito da carga aplicada durante o recozimento primário na perda magnética total a a 1,7 T e 60 Hz

No geral para cargas até 30 kgf a variação das perdas totais, assim como observado na indução, se mantém dentro do desvio padrão, porém ao aumentar a carga de processamento do recozimento primário para 35 kgf ocorre de fato um salto no estiramento e consequentemente, um aumento significativo nas perdas totais.

Na FIG. 4.39 é observado com boa correlação que o aumento da perda magnética total do aço ocorreu parte em função da diminuição do  $B_8$ .



**FIG. 4.39 Efeito da variação indução magnética a 800 A/m ( $B_8$ ) na perda magnética total a a 1,7 T e 60 Hz**

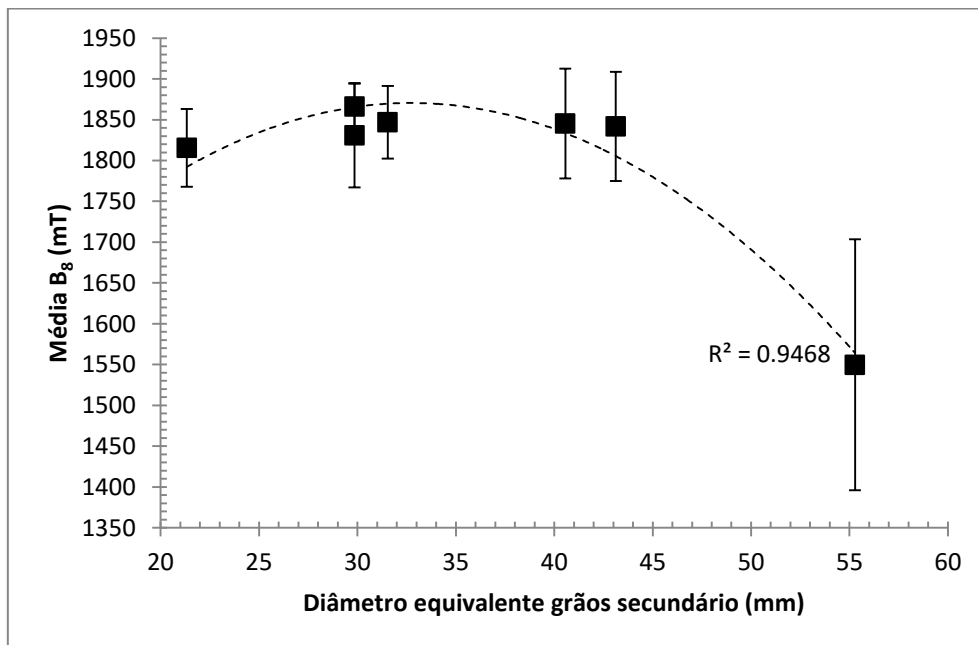
Litmann (1971, apud Craik e McIntyre, 1967) reportou que há uma relação entre o ângulo de desvio da orientação de Goss com o valor de  $B_8$ , ou seja, a redução da indução magnética está diretamente relacionada com a piora da textura ideal de Goss. Assim, nesse estudo, é possível inferir que o grande aumento do estiramento provocou maiores desvios dos grãos secundários em relação à componente Goss, e consequentemente proporcionou piora nas propriedades magnéticas. Esse fato é evidenciado para o conjunto de amostras em que o alongamento médio foi equivalente a  $16,74 \pm 1,49\%$ .

Esse resultado apresentou concordância com o encontrado por Cesar (2012). Em seu estudo a autora constatou que o resultado da indução magnética diminuiu para a amostra com alongamento igual a 17%, em relação à amostra de referência com estiramento de 0,4%.

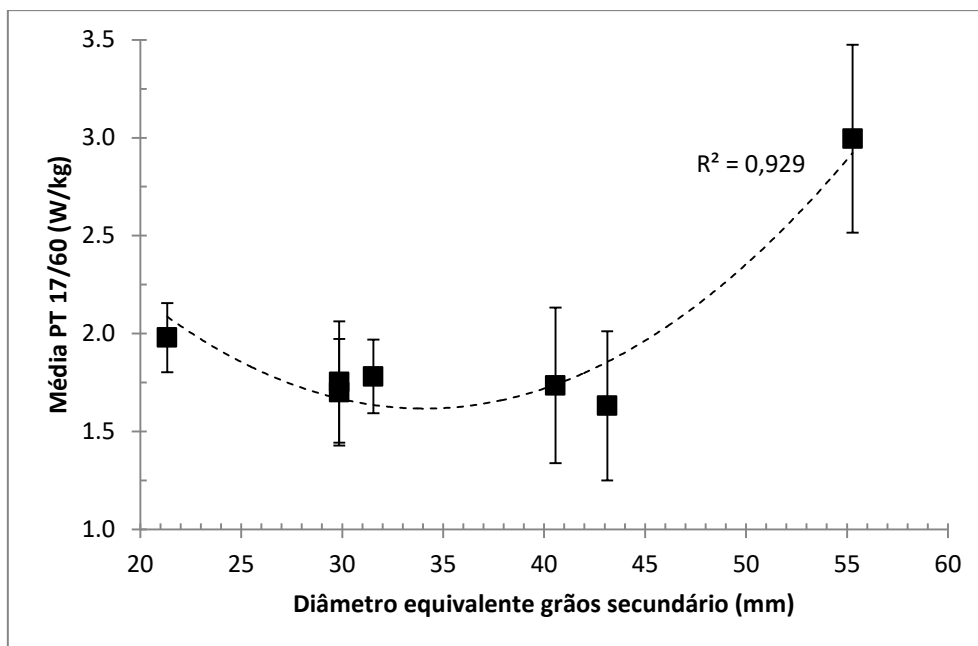
Porém, uma tendência encontrada por Cesar (2012) e não observada nesta tese é que para estiramentos entre 3,8 e 6% na direção de laminação, aonde as amostras apresentaram melhores resultados de indução magnética, se comparada à amostra de referência, levando o  $B_8$  a valores correspondentes ao aço elétrico de grão orientado de alta permeabilidade

Vale ressaltar que não há na literatura trabalhos referentes ao efeito do estiramento durante a recristalização primária para esse material especificamente, uma vez que o trabalho de Cesar (2012) refere-se ao aço produzido com temperatura de reaquecimento alta. E nesta tese não foram alcançados valores de estiramentos equivalentes aos encontrados nesse estudo.

Nas FIG. 4.40 e FIG. 4.41 é verificado que existe uma correlação do tamanho de grão secundário com as propriedades de indução e perdas magnéticas.



**FIG. 4.40** Efeito da variação indução magnética a 800 A/m ( $B_8$ ) em relação ao diâmetro equivalente dos grãos secundário (mm).



**FIG. 4.41** Efeito da variação da perda magnética total a 1,7 T e 60 Hz em relação ao diâmetro equivalente dos grãos secundário (mm).

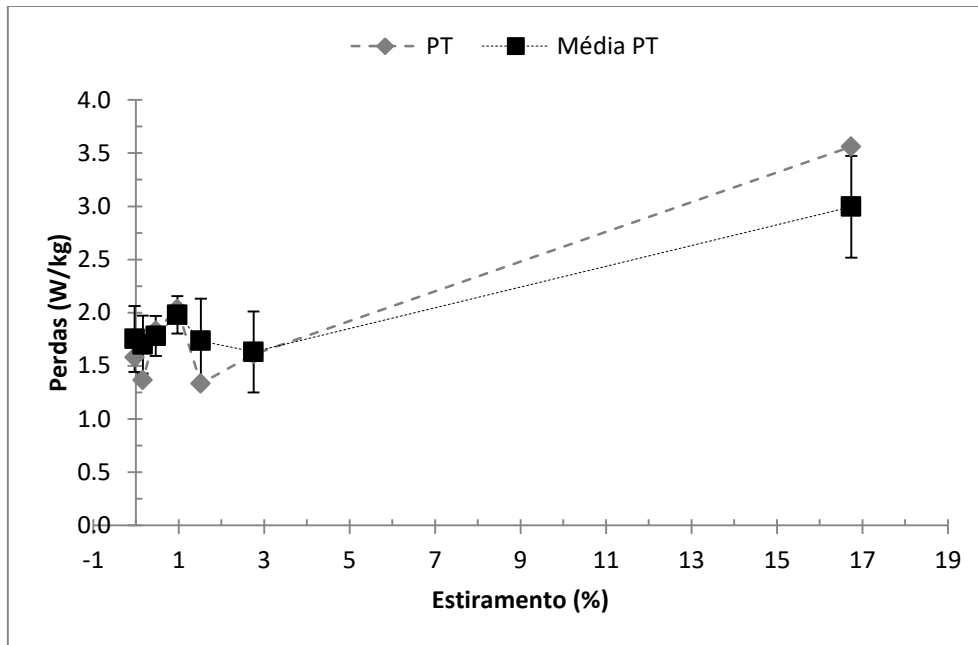
De acordo com os dados desta tese, observados nas FIG. 4.40 e FIG. 4.41, é possível indicar que há um intervalo em que o tamanho de grão secundário se correlaciona com as melhores propriedades magnéticas. Os diâmetros equivalentes aos grãos secundários entre 29 e 45 mm favorecem a indução magnética a 800 A/m bem como minimiza o somatório das três parcelas que compõem a perda total.

O  $B_8$  médio máximo alcançado é correspondente ao tamanho de grão secundário igual a 29,85 mm e a perda total a 1,7 T e 60 Hz de menor valor é correspondente ao tamanho de grão secundário de 43,13 mm. Essa estimativa é válida apenas dentro do limite dos dados obtidos nesse estudo.

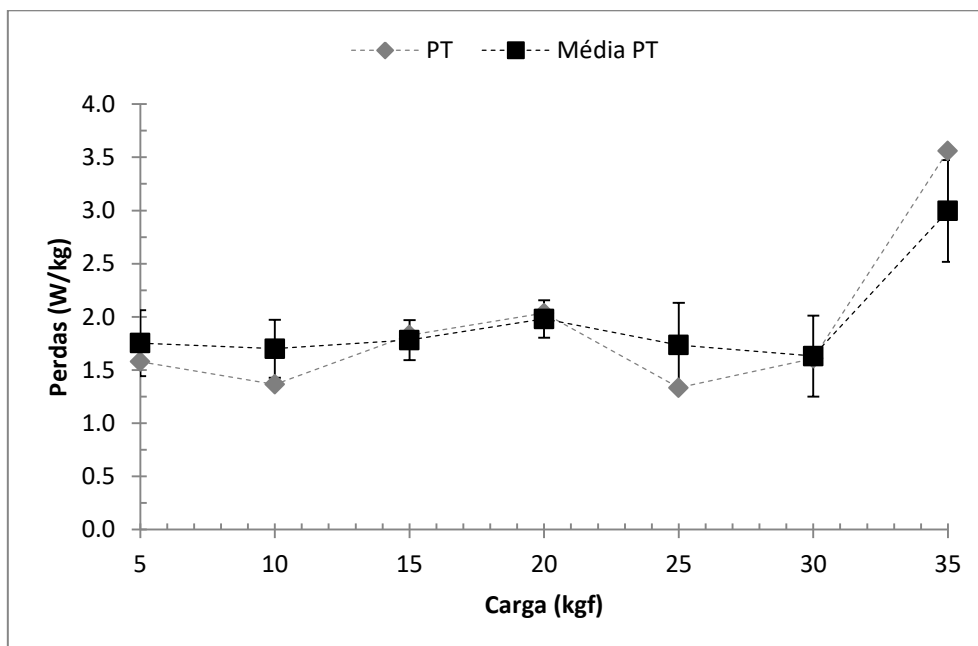
#### 4.3.7 SEPARAÇÃO DAS PERDAS

Com o intuito de tentar entender melhor como o estiramento pode ter influenciado no aumento das perdas, foi realizada a separação das perdas totais em perdas por histerese, parasita e em excesso. Foi retirada uma amostra de cada conjunto para representar o agrupamento como todo.

Nas FIG. 4.42 e FIG. 4.43 é possível notar que as amostras escolhidas para realizar o ensaio e cálculo de separação das perdas seguem a mesma tendência da média de todas as amostras pertencentes a esse trabalho.



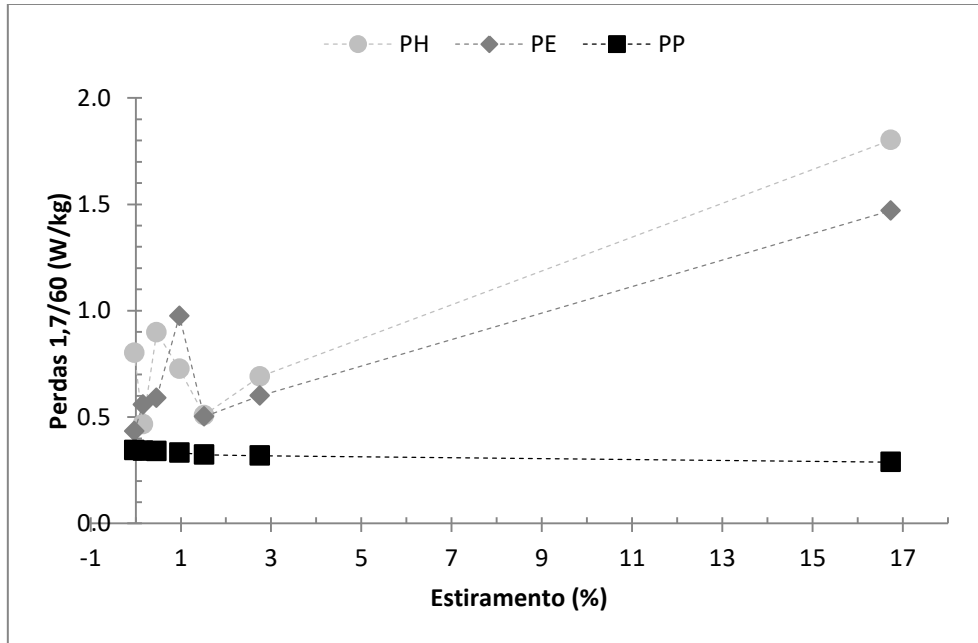
**FIG. 4.42** Variação das perdas magnéticas totais a 1,7 T e 60 Hz em relação ao percentual de estiramento.



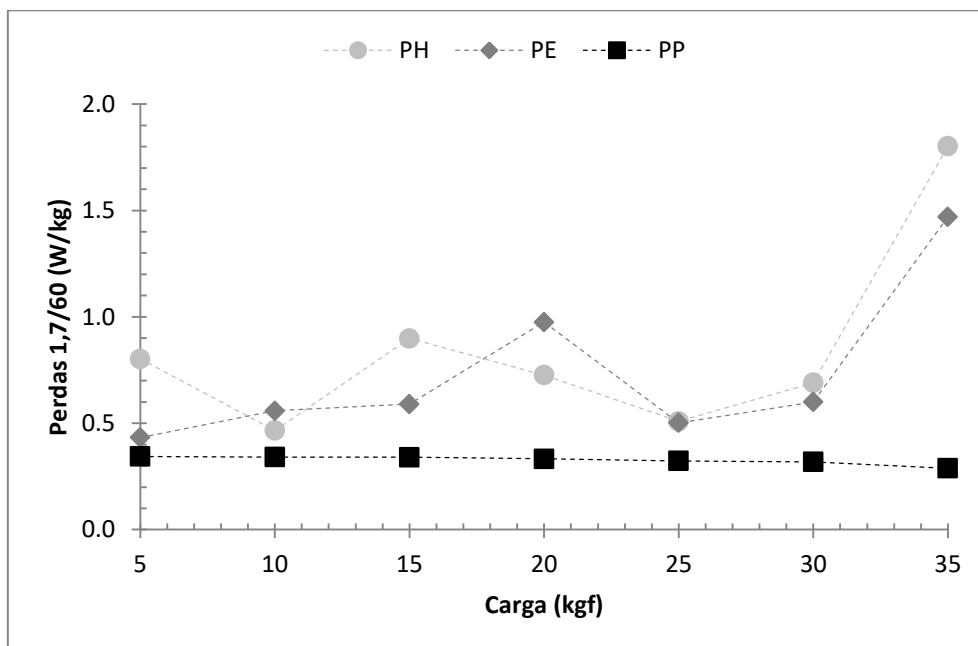
**FIG. 4.43** Variação das perdas magnéticas totais a 1,7 T e 60 Hz em relação a carga aplicada durante o recozimento primário



Nas FIG. 4.44 e FIG. 4.45 é observado como as três parcelas que compõem a perda total variam em função do estiramento e da carga aplicada durante o recozimento primário, respectivamente.



**FIG. 4.44** Variação das parcelas das perdas magnéticas a em relação ao percentual de estiramento.



**FIG. 4.45** Variação das parcelas das perdas magnéticas a em relação a carga aplicada durante o recozimento primário de descarbonetação .

Como mostrado nas FIG. 4.44 e FIG. 4.45, as perdas por histerese e em excesso são as mais influenciadas com o aumento do estiramento durante o recozimento primário, e consequentemente direcionam a tendência da perda total.

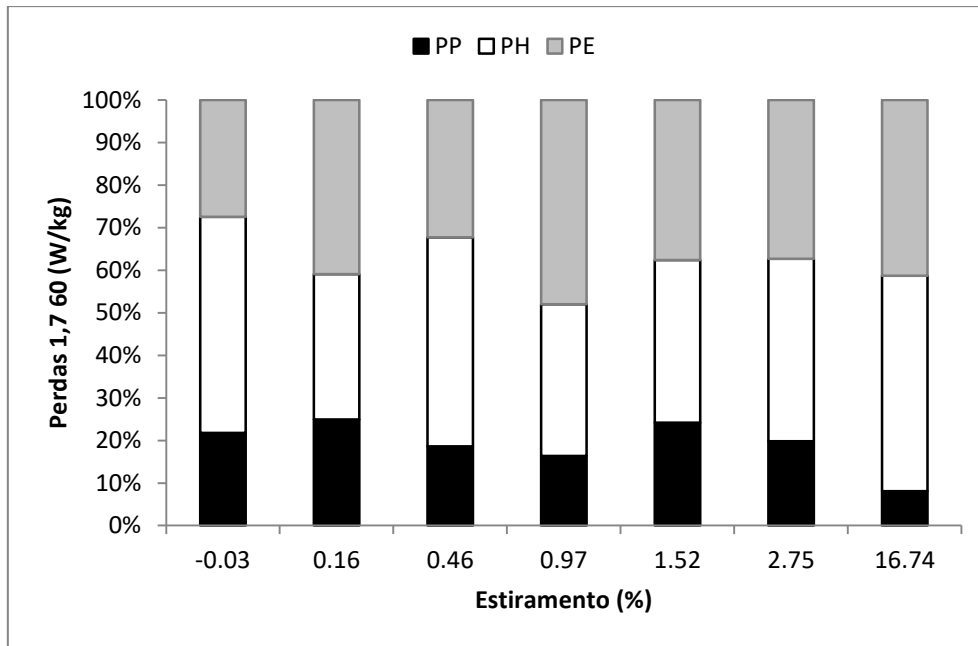
As perdas parasitas por correntes de Foucault não variam significativamente com o aumento do estiramento, pois elas dependem da frequência, indução magnética de teste, espessura da amostra e resistividade elétrica do material. Como a única variável modificada foi a espessura que, conforme a FIG. 4.13, decresce com o aumento do alongamento, a perda parasita para a amostra correspondente ao alongamento de  $16,74 \pm 1,49\%$  foi a menor observada, correspondendo a  $8,11\%$  da perda total (FIG. 4.46).

As perdas por histerese tendem a variar inversamente proporcional ao tamanho de grão (TAGUCHI et al., 1976), porém nessa situação, mesmo com o tamanho de grão crescente elas continuaram aumentando. Acredita-se que esta parcela cresceu em função do aumento da desorientação cristalográfica após o recozimento secundário, como discutido.

A parcela da perda por histerese atinge o valor máximo para o maior estiramento, correspondendo a  $51,61\%$  da perda total (FIG. 4.46). Esse fato corrobora a hipótese da variação da perda, uma vez que esse grupo de amostras apresentou menor valor da indução magnética, e consequentemente maior desvio da orientação em relação à textura ideal de Goss.

A parcela da perda por excesso apresentou a mesma tendência da perda histerética (FIG. 4.44 e FIG. 4.45). Porém seu aumento ocorreu em virtude do incremento do tamanho de grão secundário. Essa parcela da perda atingiu o valor máximo para o maior estiramento, ou seja,  $16,74 \pm 1,49\%$ , correspondendo a  $41,28\%$  da perda total nesta amostra (FIG. 4.46).

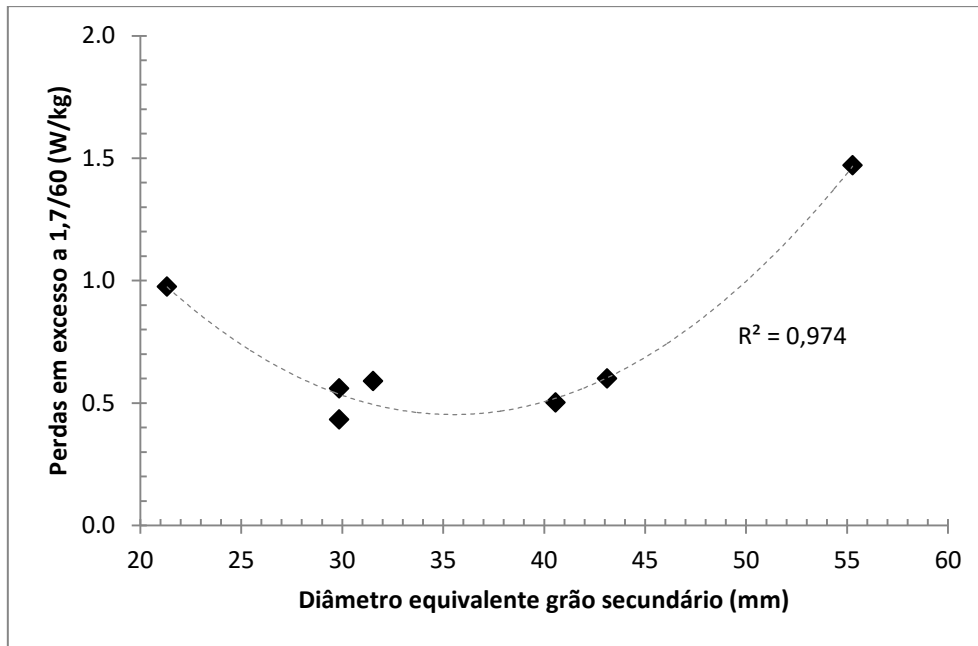
A perda em excesso é diretamente proporcional à velocidade da parede do domínio, portanto à medida que a largura do domínio aumenta, as paredes têm que percorrer uma distância maior dentro do mesmo tempo e então a velocidade da parede aumenta, proporcionando o incremento na parcela da perda anômala (BOON e ROBEY, 1968).



**FIG. 4.46** Variação dos percentuais das parcelas das perdas em função do alongamento.

Portanto, além do estiramento provocar maiores desvios dos grãos secundários em relação à componente Goss, ele também proporcionou o aumento da parcela da perda anômala, em virtude do incremento do tamanho de grão. Esses fatores associados levaram a piora das propriedades magnéticas.

De acordo com o gráfico da FIG. 4.47, é possível perceber que também há uma correlação da parcela em excesso das perdas totais em função do diâmetro equivalente dos grãos após a recristalização secundária.



**FIG. 4.47** Variação das perdas por histerese e excesso em função do tamanho de grão secundário.

O intervalo entre 30 e 45 mm também é o que proporciona os menores valores da parcela da perda em excesso. O tamanho de grãos secundário ótimo para essa situação é igual a 29,85 mm, sendo essa estimativa é válida apenas dentro do limite dos dados obtidos nesse estudo.

## 5 CONCLUSÃO

Os objetivos propostos neste trabalho foram atingidos e os resultados obtidos conduzem às seguintes conclusões:

- a aplicação da tensão de tração variável entre 3 e 26 MPa durante o recozimento primário de descarbonetação foi capaz de produzir estiramentos consideráveis no aço;
- após a recristalização primária as amostras apresentaram-se totalmente recristalizadas, e apesar da tensão de tração variável o aço foi descarbonetado para concentrações abaixo de 30 ppm de carbono;
- a matriz primária apresentou componentes de textura condizentes com a literatura, em que a componente com forte intensidade  $\{411\}\langle 148 \rangle$  favorece a recristalização secundária, pela formação dos contornos CSL  $\Sigma 9$ , que são preferencialmente consumidos pelos grãos com orientação de Goss;
- a indução magnética a 800 A/m diminuiu com o aumento do estiramento alcançado durante a recristalização primária, na amostra em que o estiramento médio alcançou 16,74%. Analogamente a perda magnética total aumentou, para o mesmo alongamento médio máximo alcançado;
- há o indicativo de que o aumento do estiramento introduzido durante a recristalização primária de descarbonetação proporciona o desvio da textura dos grãos secundários em relação à componente Goss, deteriorando as propriedades magnéticas.
- o incremento do estiramento durante a recristalização primária de descarbonetação proporcionou o aumento do tamanho de grão secundário, provavelmente pelo acréscimo da capacidade inibidora do crescimento normal dos grãos. O aumento do tamanho de grão secundário proporciona o aumento das perdas referente à parcela anômala, deteriorando as propriedades magnéticas

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- estudar o efeito do alongamento nos precipitados primários e secundários, para tentar compreender como essas partículas podem ser influenciadas pelo estiramento durante o recozimento primário de descarbonetação;
- analisar os contornos CSL e verificar a influência do estiramento durante a recristalização primária de descarbonetação na fração volumétrica destes contornos;
- realizar o estudo dos ângulos de desvio da orientação de Goss na matriz secundária, após provocar estiramentos durante o recozimento de descarbonetação em um aço GO produzido com baixa temperatura de reaquecimento de placa;
- melhorar o processamento de nitretação, de forma a tentar obter teores mais baixos do que os obtidos após o teste exploratório.

## 7 REFERÊNCIAS

- AMORIM, D. S. C. Efeito do envelhecimento entre passes durante a laminação a frio sobre as propriedades magnéticas do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade. 2012.
- BACALTCHUK, Cristiane Maria Basto; CASTELLO-BRANCO, Gilberto Alexandre; RAPTOPOULOS, Luciano Santos. Constantin. Grain Size Distribution on Annealed Silicon Steel. In: **Materials Science Forum**. Trans Tech Publications. p. 107-111, 2013.
- BATISTELA, N. J. Caracterização e modelagem eletromagnética de lâminas de aço silício. Tese de doutorado. Universidade Federal de Santa Catarina. 2001
- BEYER, E.; LAHN, L.; SCHEPERS, C.; STUCKY, T. The influence of compressive stress applied by hard coatings on the power loss of grain oriented electrical steel sheet. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 323, n. 15, p. 1985-1991, 2011.
- BOHN, F.; GÜNDEL, A.; SEVERINO, A. M.; LANDGRAF, F. J. G.; SOMMER, R. L. Propriedades magnéticas de aços elétricos de grão não-orientado. In: **Anais do XVI Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais**. 2004.
- BOON, C. R.; ROBEY, J. A. Effect of domain-wall motion on power loss in grain-oriented silicon-iron sheet. In: **Proceedings of the Institution of Electrical Engineers**. IET, 1968. p. 1535-1540.
- CARDOSO, R. F. A; DA CUNHA, M. A.; BRANDÃO, L. P. M. Optimization of the magnetic losses of electrical steels through addition of Al and Si using a hot dipping process. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 2, n. 3, p. 276-281, 2013.
- CALLISTER, William D.; RETHWISCH, David G. *Ciência e Engenharia dos Materiais*, 8ª edição. 2012.

- 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. Universidade Federal de 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. In: ICGG-3: **Third International Conference on Grain Growth**. p. 587-592. 1998
- CULLITY, B. D. Introduction to Magnetic Materials. Addison-Wesley, Reading, 666 pp. 1972.
- DA CUNHA, M. A.; PAOLINELLI, S. C.. Effect of the annealing temperature on the structure and magnetic properties of 2% Si steel. **Materials research**, v. 5, n. 3, p. 373-378, 2002.
- DE PINHO, Luís Carlos Almeida Bastos. **Materiais Magnéticos e suas aplicações**. Tese de Doutorado. Universidade do Porto. 2009.
- DORNER, D.; ZAEFFERER, S.; LAHN, L.; RAABE.. Overview of microstructure and microtexture development in grain-oriented silicon steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 304, n. 2, p. 183-186, 2006.
- DORNER, D.; ZAEFFERER, S.; RAABE, D. Retention of the Goss orientation between microbands during cold rolling of an Fe3% Si single crystal. **Acta Materialia**, v. 55, n. 7, p. 2519-2530, 2007.
- DUNN, C. G. Secondary recrystallization textures and their origin in cold-rolled single crystals of silicon iron. **Acta Metallurgica**, v. 1, n. 2, p. 163-175, 1953.
- FANG, F., ZHANG, Y., LU, X., WANG, Y., CAO, G., YUAN, G., XUA Y., WANG G., MISRA, R. D. K.. Inhibitor induced secondary recrystallization in thin-gauge grain



- oriented silicon steel with high permeability. **Materials & Design**, v. 105, p. 398-403, 2016.
- FOSTER, K.; LITTMANN, M. F. Factors affecting core losses in oriented electrical steels at moderate inductions. **Journal of applied physics**, v. 57, n. 8, p. 4203-4208, 1985.
- GAVRILA, H.; IONITA, V. Crystalline and amorphous soft magnetic materials and their applications- status of art and challenges. **Journal of Optoelectronics and Advanced Materials(Romania)**, v. 4, n. 2, p. 173-192, 2002.
- GOEL, V., ANDERSON, P., HALL, J, ROBINSON, F., BOHM, S. CrAlN coating to enhance the power loss and magnetostriction in grain oriented electrical steel. **Aip Advances**, v. 6, n. 5, p. 055924, 2016.
- GOEL, V., ANDERSON, P., HALL, J., ROBINSON, F., e BOHM, S.. Application of Co–Ni–P Coating on Grain-Oriented Electrical Steel. **IEEE transactions on magnetics**, 52(4), 1-8, 2016.
- GÜNTHER, K.; ABBRUZZESE, G.; FORTUNATI, S.; LIGI, G. Recent technology developments in the production of grain-oriented electrical steel. **Steel research international**, v. 76, n. 6, p. 413-421, 2005.
- HAYAKAWA, Y., KUROSAWA, M. Orientation relationship between primary ;and secondary recrystallized texture in electrical steel. **Acta materialia**, v. 50, n. 18, p. 4527-4534, 2002.
- HECK, Carl. Magnetic materials and their applications. **Elsevier**, 2013.
- HOMMA, H.; HUTCHINSON, B. Orientation dependence of secondary recrystallisation in silicon–iron. **Acta materialia**, v. 51, n. 13, p. 3795-3805, 2003.
- HOMMA, H., HUTCHINSON, B., KUBOTA, T. The production mechanism of extensively sharp Goss orientation in HI-B material. **Journal of magnetism and magnetic materials**, v. 254, p. 331-333, 2003.

- HOMMA, H., NAKAMURA, S., YOSHINAGA, N.. On  $\{h, 1, 1\} \langle 1/h, 1, 2 \rangle$ , the recrystallisation texture of heavily cold rolled BCC steel. In: **Materials Science Forum. Trans Tech Publications**, Vol. 467. p. 269-274. 2004
- HOU, C. K.; TZENG, J. M.. Influence of heating rate and decarburization temperature on the microstructure and magnetic properties of grain oriented electrical steel. In: **Materials Science Forum**. Trans Tech Publications,. p. 2622-2627, 2012.
- HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M.. Recrystallization and related annealing phenomena. **Elsevier**, 2004.
- JIA, J. L., LIU, L. H., SHI, W., WU, X. L., LI, L. J., & ZHAI, Q. J. Influence of primary annealing on Goss development in grain oriented silicon steels. *Materials Science and Technology*, v. 27, n. 9, p. 1475-1481, 2011.
- JILES, D. C. **Introduction to Magnetism and Magnetic Materials**. CRC Press, 1998.
- JILES, D. C. **Introduction to magnetism and magnetic materials**. CRC press, 2015.
- KIM, Jae-Kwan; WOO, Jong Soo; CHANG, Sam Kyu. Influence of annealing before cold rolling on the evolution of sharp Goss texture in Fe-3% Si alloy. **Journal of magnetism and magnetic materials**, v. 215, p. 162-164, 2000.
- KO, K. J.; PARK, J. T.; KIM, J. K.; HWANG, N. M. Morphological evidence that Goss abnormally growing grains grow by triple junction wetting during secondary recrystallization of Fe-3% Si steel. **Scripta Materialia**, v. 59, n. 7, p. 764-767, 2008.
- KUBOTA, T.; FUJIKURA, M.; USHIGAMI, Y. Recent progress and future trend on grain-oriented silicon steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 215, p. 69-73, 2000.

- KUMANO, T.; HARATANI, T.; FUJII, N. Effect of nitriding on grain oriented silicon steel bearing aluminum. **ISIJ international**, v. 45, n. 1, p. 95-100, 2005.
- KUMANO, T.; HARATANI T.; USHIGAMI, Y. Influence of primary recrystallization texture through thickness to secondary texture on grain oriented silicon steel. **ISIJ International**, v. 43, n° 3, p. 400-409, 2003.
- LANDGRAF, F. J. G. Propriedades Magnéticas de aços para fins elétricos. **Aços: perspectivas para os próximos**, v. 10, p. 109-128, 2002.
- LIAO, C. C., & HOU, C. K.. Effect of nitriding time on secondary recrystallization behaviors and magnetic properties of grain-oriented electrical steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 322, n. 4, p. 434-442, 2010.
- LI-FENG, F.; SHENG-TAO, Q.; LI, X.; GUANG-BO, T. Evolution of Texture in High Permeability Grain Oriented Silicon Steel Produced by Casting Thin Slab and Rolling Process. **Materials Transactions**, v. 55, n. 1, p. 123-127, 2014.
- LING, C.; QIU, S.; XIANG, L.; GAN, Y. The Relationship Between Inhibitors and Secondary Recrystallization Characteristics of High Permeability Grain-Oriented Electrical Steel. **Journal of Superconductivity and Novel Magnetism**, v. 27, n. 6, p. 1539-1546, 2014.
- LITTMANN, M. F. Structures and Magnetic Properties of Grain-Oriented 3.2% Silicon—Iron. **Journal of Applied Physics**, v. 38, n. 3, p. 1104-1108, 1967.
- LITTMANN, M. Iron and silicon-iron alloys. **IEEE Transactions on Magnetism**, v. 7, n. 1, p. 48-60, 1971.
- LIU, G. T., LIU, Z. Q., PING, Y. A. N. G., & MAO, W. M. Correlation between Primary and Secondary Recrystallization Texture Components in Low-temperature Reheated Grain-oriented Silicon Steel. **Journal of Iron and Steel Research, International**, v. 23, n. 11, p. 1234-1242, 2016.

- MORAWIEC, A. Grain misorientations in theories of abnormal grain growth in silicon steel. **Scripta materialia**, v. 43, n. 3, p. 275-278, 2000.
- MORAWIEC, A. On abnormal growth of Goss grains in grain-oriented silicon steel. **Scripta Materialia**, v. 64, n. 5, p. 466-469, 2011.
- MOSES, A. J. Energy efficient electrical steels: magnetic performance prediction and optimization. **Scripta Materialia**, v. 67, n. 6, p. 560-565, 2012.
- OHATA, Y.; KUMANO, T.; FUJII, N.; MOGI, H.; YOKOUCHI, H.; YAMAMOTO, N. **Method for producing a grain-oriented electrical steel sheet excellent in magnetic properties**. U.S. Patent n. 6,432,222, 13 ago. 2002.
- PADILHA, Ângelo Fernando. *Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades*. São Paulo. Hemus, 2000.
- PARK, H. K., KIM, S. D., PARK, S. C., PARK, J. T., & HWANG, N. M. Sub-boundaries in abnormally growing Goss grains in Fe-3% Si steel. **Scripta Materialia**, v. 62, n. 6, p. 376-378, 2010.
- PARK, N. J.; LEE, E. J.; JOO, H. D.; PARK, J. T. Evolution of Goss orientation during rapid heating for primary recrystallization in grain-oriented electrical steel. **ISIJ international**, v. 51, n. 6, p. 975-981, 2011.
- PARK, N. J.; JOO, H. D.; PARK, J. T. Evolution of Goss orientation during thermal heating with different heating rate for primary recrystallization in grain-oriented electrical steel. **ISIJ international**, v. 53, n. 1, p. 125-130, 2013.
- RAJMOHAN, N., SZPUNAR, J. A. An analytical method for characterizing grain boundaries around growing Goss grains during secondary recrystallization. **Scripta materialia**, v. 44, n. 10, p. 2387-2392, 2001.

- SANTOS, J. P. Influências do ângulo de corte e da anisotropia nas propriedades magnéticas dos aços elétricos o efeito textura. Dissertação de mestrado. Universidade Federal de Uberlândia. 2005.
- SHIN, S. M.; BIROSCA, S.; CHANG, S. K.; DE COOMAN, B. C. Texture evolution in grain-oriented electrical steel during hot band annealing and cold rolling. **Journal of microscopy**, v. 230, n. 3, p. 414-423, 2008.
- TAGUCHI, S.; YAMAMOTO, T.; SAKAKURA, A. New grain-oriented silicon steel with high permeability" ORIENTCORE HI-B". **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 10, n. 2, p. 123-127, 1974.
- TAGUCHI, S. Review of the Recent Development of Electrical Sheet Steel. **Tetsu-To-Hagane**, v. 62, n. 7, p. 905-915, 1976.
- TAGUCHI, S.; SAKAKURA, A.; MATSUMOTO, F.; TAKASHIMA, K.; KUROKI, K. The development of grain-oriented silicon steel with high permeability. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 2, n. 1, p. 121-131, 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.
- TANINO, M; MATSUO, M.; SHINDO, T.; SAKAI, T.; MATSUMOTO, F. Effects of the inter-pass aging on the texture formation in a high permeability grain-oriented silicon steel. **6th International Conference on Texture of Materials. ISIJ International**, v. 2, p. 928-937, 1981.
- USHIGAMI, Y., KAWASAKI, K., NAKAYAMA, T., SUGA, Y., & HARASE, J. Dynamic Observation of the Growth of Secondary Recrystallized Grains of Fe-3% Si Alloy Utilizing Synchrotron X-Ray Topography. In: **Materials Science Forum**. Trans Tech Publications,, p. 1081-1086. 1994

- USHIGAMI, Y.; MIZOKAMI, M.; FUJIKURA, M.; KUBOTA, T.; FUJII, H.; MURAKAMI, K. Recent development of low-loss grain-oriented silicon steel. **Journal of magnetism and magnetic materials**, v. 254, p. 307-314, 2003.
- VERBEKEN, K., & KESTENS, L.. Strain-induced selective growth in an ultra low carbon steel after a small rolling reduction. **Acta materialia**, v. 51, n. 6, p. 1679-1690, 2003.
- XIA, Z.; KANG, Y.; WANG, Q. Developments in the production of grain-oriented electrical steel. **Journal of magnetism and magnetic materials**, v. 320, n. 23, p. 3229-3233, 2008.
- YAMAMOTO, T.; TAGUCHI, S.; SAKAKURA, A.; NOZAWA, T. Magnetic properties of grain-oriented silicon steel with high permeability Orientcore HI-B. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 8, n. 3, p. 677-681, 1972.
- YAN, M.; QIAN, H.; YANG, P.; MAO, W.; JIAN, Q.; JIN, W. Analysis of micro-texture during secondary recrystallization in a Hi-B electrical steel. **Journal of Materials Science & Technology**, v. 27, n. 11, p. 1065-1071, 2011.
- YASUDA, M., KATAOKA, T., USHIGAMI, Y., MURAKAMI, K., & USHIODA, K.. Texture Evolution during Recrystallization and Grain Growth in Heavily Cold-rolled Fe-3% Si Alloy. **ISIJ International**, ISIJINT-2018.
- ZAPAROLLI, Domingos. Metais mais eficientes. **Revista Pesquisa FAPESP**. Edição 251. FAPESP, 2017, janeiro 2017. Disponível na Internet: <[http://revistapesquisa.fapesp.br/wp-content/uploads/2017/01/074-077\\_A%C3%A7os-el%C3%A9tricos\\_251.pdf?1f3a2b](http://revistapesquisa.fapesp.br/wp-content/uploads/2017/01/074-077_A%C3%A7os-el%C3%A9tricos_251.pdf?1f3a2b)>.