



REDEMAT

REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

UFOP - UEMG



Dissertação de Mestrado

"Determinação da temperatura de recristalização secundária do aço elétrico de grão orientado produzido com baixa temperatura de reaquecimento de placa"



Autor: Afonso Vaz de Mello Cardoso
Orientador: Prof. Dr. André Barros Cota
Coorientador: Dr. Sebastião da Costa Paolinelli

Novembro de 2017



REDEMAT

REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

UFOP - UEMG

Afonso Vaz de Mello Cardoso

"Determinação da temperatura de recristalização secundária do aço elétrico de grão orientado produzido com baixa temperatura de reaquecimento de placa"

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da REDEMAT, como parte integrante dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Área de concentração: Processos de Fabricação

Orientador: Prof. Dr. André Barros Cota

Coorientador: Dr. Sebastião da Costa Paolinelli

Ouro Preto, novembro de 2017

C268d

Cardoso, Afonso Vaz de Mello.

Determinação da temperatura de recristalização secundária do aço elétrico de grão orientado produzido com baixa temperatura de reaquecimento de placa [manuscrito] / Afonso Vaz de Mello Cardoso. - 2017.

ix, 53f.: il.: color; grafs; tabs.

Orientador: Prof. Dr. André Barros Cota.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Ouro Preto. Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação. REDEMAT. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais.

Área de Concentração: Análise e Seleção de Materiais.

1. Recristalização (Metalurgia). 2. Grão Orientado. 3. Metais - Tratamento térmico. 4. Aço - Propriedades elétricas. I. Cota, André Barros. II. Universidade Federal de Ouro Preto. III. Título.

CDU: 620

Catálogo: www.sisbin.ufop.br



REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS UFOP - UEMG

Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Doutorado, Mestrado e Especialização



“Determinação da Temperatura de Recristalização Secundária do Aço Elétrico de Grão Orientado Produzido com Baixa Temperatura de Reaquecimento de Placa”

Autor: Afonso Vaz de Mello Cardoso

Dissertação defendida e aprovada, em 24 de novembro de 2017, pela banca examinadora constituída pelos professores:

Prof. André Barros Cota (Doutor) - Orientador
Universidade Federal de Ouro Preto

Prof. José Carlos dos Santos Pires (Doutor)
Instituto Federal de Minas Gerais
Campus Ouro Preto

Prof. Gilberto Henrique Tavares Álvares da Silva (Doutor)
Universidade Federal de Ouro Preto

Psq. Sebastião da Costa Paolinelli (Doutor)
Aperam South America
Unidade Timóteo/MG

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, por sempre me apoiarem em todas as decisões e por mostrar que devemos seguir um caminho sem esquecer valores cruciais como ética e humildade.

Ao Prof. Dr. André Barros Cota, pela paciência, ensinamentos, orientação e confiança no desenvolvimento deste trabalho.

Ao Dr. Sebastião da Costa Paolinelli, pelos ensinamentos e pelas discussões técnicas ao longo deste caminho.

À REDEMAT, e a todos os professores pela oportunidade e ensinamentos ao longo do curso.

À Aperam South America pela parceria, abrindo as portas da empresa para o desenvolvimento de pesquisas e auxílio na formação de mestres e doutores, estreitando os laços entre academia e indústria.

A todos os funcionários do Centro de Pesquisas da Aperam South America, pelo auxílio na execução dos ensaios e por toda a experiência compartilhada.

À Universidade Federal de Ouro Preto pelo auxílio financeiro durante este período.

*I am the master of my fate,
I am the captain of my soul.*

Willian Ernest Henley

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	7
2 OBJETIVOS.....	9
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	10
3.1 Materiais ferromagnéticos e propriedades magnéticas	10
3.1.1 Permeabilidade magnética.....	15
3.1.2 Perdas magnéticas	16
3.2 Fatores que afetam as propriedades magnéticas	17
3.3 O aço elétrico de grão orientado	22
3.4 Recristalização secundária	23
4 MATERIAIS E MÉTODOS	29
4.1 Processamento e caracterização do material de entrada.....	29
4.2 Definição do intervalo de temperatura de ocorrência de recristalização secundária	30
4.3 Definição da temperatura ótima de tratamento no recozimento final	34
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	37
5.1 Caracterização do material descarbonetado e nitretado	37
5.2 Caracterização das amostras após ciclos térmicos interrompidos.....	38
5.3 Caracterização das amostras após ciclos térmicos com encharque.....	41
6 CONCLUSÃO	49
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	51

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 Indução Magnética em função do campo aplicado.....	12
Figura 3.2 Curva de magnetização típica de materiais ferromagnéticos.....	13
Figura 3.3 Curvas de magnetização	14
Figura 3.4 Evolução da estrutura de domínios durante a magnetização	15
Figura 3.5 Ciclo de histerese de um material ferromagnético.....	16
Figura 3.6 Curva de magnetização com pontos para avaliação de propriedades magnéticas ..	17
Figura 3.7 Efeito do teor de silício nos resultados de perda em aços HGO com 0,35 e 0,30 mm de espessura.....	20
Figura 3.8 Efeito da espessura nos resultados de perda em aços HGO	21
Figura 3.9 Efeito do diâmetro de grão nos valores de perdas totais em um aço CGO.....	22
Figura 3.10 Representação da textura Goss	24
Figura 3.11 Variação da indução com a temperatura de recozimento final em aços HGO com diferentes teores de Cu	26
Figura 3.12 Evolução da perda magnética e da indução com a evolução da temperatura de recozimento final em um aço HGO.....	26
Figura 3.13 Evolução da indução magnética B_8 com a temperatura de recozimento para aços HGO com diferentes teores de Al	27
Figura 3.14 Macrografias dos aços HGO com diferentes teores de Al para cada temperatura de recozimento	28
Figura 4.1 Amostras antes (direita) e após (esquerda) revestimento	30
Figura 4.2 Disposição das amostras no conjunto	31
Figura 4.3 Conjunto pronto para ir ao forno	31
Figura 4.4 Porta-amostras utilizado para armazenar os conjuntos dentro do forno.....	32
Figura 4.5 Disposição das amostras no forno pronto para ter o ciclo iniciado	33
Figura 4.6 Amostra inserida no forno pronto para iniciar o ciclo	35
Figura 5.1 Microestrutura do material descarbonetado e nitretado (200x)	37
Figura 5.2 Microestrutura do material descarbonetado e nitretado (1000x)	38
Figura 5.3 Evolução do tamanho de grão (mm).....	39
Figura 5.4 Evolução da microestrutura entre 1070°C (a) e 1080°C (b) (Aumento 200x).....	39
Figura 5.5 Macroestrutura das amostras submetidas ao recozimento interrompido	40

Figura 5.6 Evolução da composição química das amostras com a temperatura de recozimento, com tempo de encharque de 50h	41
Figura 5.7 Evolução de perda magnética (W/kg) em função da temperatura de recozimento com 50h de encharque	42
Figura 5.8 Evolução a indução magnética a 800A/m (B8) em função da temperatura de recozimento, com 50h de encharque	43
Figura 5.9 Macrografia das amostras recozidas por 50 horas em diferentes temperaturas.....	44
Figura 5.10 Evolução da fração de grãos grandes verificados na amostra	45
Figura 5.11 - Evolução do tamanho médio de grão com a temperatura de recozimento final e encharque de 50h.....	46
Figura 5.12 Relação entre perdas magnéticas e tamanho de grão.....	47
Figura 5.13 Relação entre perda 17/60 (W/kg) e indução (B8).	48

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 Fatores de conversão de unidades do sistema CGS para o SI.....	12
Tabela 3.2 Valores de indução em diferentes campos magnéticos	15
Tabela 3.3 Composição química dos aços HGO com diferentes teores de Al.....	26
Tabela 4.1 Composição química do aço.....	28
Tabela 4.2 Temperaturas de interrupção dos ciclos	32

RESUMO

Recentes demandas do setor energético por menores desperdícios durante a geração e transmissão de energia trazem a necessidade de desenvolvimento de aços elétricos com melhores propriedades e menores custos de produção. O aço elétrico de grão orientado produzido com baixa temperatura de reaquecimento de placa é uma alternativa para sanar algumas das atuais necessidades do setor. Além de possuir melhores propriedades magnéticas, aumentando a eficiência de transformadores, este aço traz outras vantagens em relação ao aço elétrico de grão orientado convencional, como um processo de produção de menor custo. Um estudo laboratorial focado em temperaturas de recristalização secundária e propriedades magnéticas de aços elétricos de grão orientado produzido com baixa temperatura de reaquecimento de placa foi conduzido em amostras industriais laminadas a frio de aço 3%Si. Os resultados mostraram uma temperatura de recristalização secundária de 1080°C definida por meio de ciclos de recozimento interrompidos e de 1060°C por meio de ciclos de recozimento com encharque de 50 horas em temperatura constante, definidas por meio de análise de alterações microestruturais. Também foi verificado um melhor valor de propriedades magnéticas, maior indução e menor perda magnética, nas amostras que passaram por tratamento térmico com encharque de 50 horas na temperatura de 1070°C.

ABSTRACT

Recent demands of the energy sector bring the need for development of electrical steels with improved properties and lower production cost. The oriented grain electrical steel produced with low reheating temperature is an alternative to remedy some of the current industry needs. Besides having better magnetic properties, increasing the efficiency of transformers, the steel brings other advantages relative to conventional oriented grain electrical steel, a lower cost production process. A secondary recrystallization Lab study focusing on the secondary recrystallization temperature and magnetic properties was carried out on cold rolling industrial samples of 3%Si grain-oriented electrical steel produced by low slab reheating temperature technology. The results showed a secondary recrystallization temperature 1080°C by annealing interrupting and grain size change observation and 1060°C by annealing during 50h at constant temperature. In addition, the best set of magnetic properties, the higher induction and the lower core loss values, was achieved by annealing the samples during 50h at 1070°C constant temperature.

1. INTRODUÇÃO

Atualmente há uma grande demanda do setor energético por materiais que melhorem a transmissão e geração de energia elétrica. Um dos melhores meios para auxiliar a economia de energia é evitar perdas, e conseqüentemente desperdícios durante a geração e distribuição.

Uma das alternativas é a utilização de aços elétricos de alta eficiência em transformadores e máquinas elétricas. A produção de aços elétricos de grão orientado com melhores propriedades magnéticas, ou seja, um material que aumenta a eficiência de transformadores resulta na diminuição das perdas magnéticas no setor de energia (Woo et al, 1998).

Os aços elétricos de grão orientado são produzidos basicamente por dois métodos. O aço elétrico de grão orientado convencional, ou CGO é produzido por meio de dois estágios de laminação a frio e demanda uma alta temperatura de reaquecimento de placas antes da fase de laminação a quente. Uma alternativa a esses aços foi desenvolvida pela Nippon Steel, que criou o processo de produção do chamado HI-B, um aço elétrico de grão orientado que é produzido com baixa temperatura de reaquecimento de placa antes da laminação a quente e por meio de apenas uma etapa de laminação a frio, gerando um menor custo de produção deste material. Este processo de produção, aliado ao estágio de decarbonetação e nitreção posterior ao estágio de laminação a frio, e também ao processo de recozimento final, resulta em um aço de grão orientado de alta indução, conhecido também como HGO, com propriedades muito melhores se comparados aos aços produzidos por processos convencionais (Woo et al, 1998).

A fase de recozimento final é onde ocorre a nucleação de grãos secundários com orientação de Goss na matriz primária por meio de um processo denominado recristalização secundária. Contudo, ainda não há um claro entendimento dos fatores que levam apenas os grãos com orientação preferencial a sofrerem um crescimento anormal. Além da nucleação e crescimento desses grãos, a etapa de recozimento final é responsável pela purificação do aço e pela formação de um filme de óxido que recobre todo o substrato. Com um processo termomecânico bem definido é possível controlar alguns fatores que influenciam diretamente nas propriedades magnéticas do material como tamanho de grão final, presença de impurezas e orientação cristalográfica (Taguchi et al, 1976).

Existem diversas rotas e processos desenvolvidos para produção dos aços elétricos de grão orientado que diferem entre os fabricantes deste material, mas em todos os casos a recristalização secundária é a principal etapa na qual os grãos secundários com orientação de Goss nucleiam em uma matriz primária.

Entender o fenômeno de recristalização secundária, definindo precisamente em qual temperatura e condições ele ocorre nos aços elétricos de grão orientado, tanto nos convencionais quanto nos aços em desenvolvimento no Brasil, como é o caso do HGO, é de suma importância para definir parâmetros de processo nas linhas industriais que garantam as propriedades magnéticas do aço, constituindo equipamentos elétricos de mais alto rendimento e desempenho.

O presente estudo visa determinar a temperatura na qual ocorre o fenômeno da recristalização secundária em aços elétricos de grão orientado produzidos com baixa temperatura de reaquecimento de placa, utilizando um aço e um processo em desenvolvimento no Brasil pela Aperam South America.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

Determinar a temperatura na qual ocorre o fenômeno de recristalização secundária em aços elétricos de grão orientado produzidos com baixa temperatura de reaquecimento de placa.

2.2. Objetivos Específicos

- Avaliar a estrutura primária do material considerando o tamanho de grão e composição química do aço.
- Avaliar a microestrutura secundária considerando tamanho de grão e propriedades magnéticas do material estudado após ciclos de tratamento térmico simulando o recozimento em caixa com interrupção em diferentes temperaturas.
- Determinar a temperatura mínima e ótima, do ponto de vista das propriedades magnéticas, em que ocorre a recristalização secundária após ciclos térmicos, simulando o recozimento em caixa com encharque de 50 horas, pela avaliação do tamanho de grão e das propriedades magnéticas.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Materiais ferromagnéticos e propriedades magnéticas

Por definição, materiais magnéticos são aqueles que podem ser magnetizados com a aplicação de um campo magnético. Quando um material magnético é exposto a um campo magnético externamente aplicado de intensidade H , este se magnetiza e gera ao seu redor um campo magnético muito maior em relação ao campo aplicado, no caso de materiais ferromagnéticos. A unidade de intensidade do campo magnético H pode ser expressa em ampères por metro [A/m] (Cullity, 1972).

O vetor de magnetização ou a polarização magnética, M , indica a extensão na qual um determinado material é magnetizado quando sujeito a um campo magnético H . Para materiais paramagnéticos e diamagnéticos, isotrópicos e homogêneos, a polarização magnética pode ser considerada uma função linear da intensidade magnética, dada Equação 3.1.

$$M = \chi H \quad (3.1)$$

sendo χ a suscetibilidade magnética, que é uma propriedade do material definida como a medida quantitativa desse material de interagir e distorcer um campo magnético aplicado. A suscetibilidade magnética é adimensional, se H e M estiverem definidos na mesma unidade de medida (Cullity, 1972).

Para materiais ferromagnéticos, paramagnéticos e diamagnéticos, a indução magnética B ou densidade de fluxo magnético (medida em Tesla – T) está associada ao campo magnético externo (H) e a magnetização do material. A Equação 3.2 descreve a indução magnética.

$$B = \mu_0 (H + M) \quad (3.2)$$

onde $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{ Tm/A}$ é a permeabilidade magnética no vácuo (Jakubovics, 1987; Cullity, 1972).

A anisotropia magnética é uma propriedade intrínseca dos materiais ferromagnéticos e se origina na interação de orbitais eletrônicos e momentos de spin com a rede cristalina. Resulta em um alinhamento preferencial dos momentos magnéticos em certas direções cristalográficas (Cullity, 1972).

A magnetização nos cristais varia de acordo com a direção do campo aplicado. A direção $\langle 100 \rangle$ no ferro é considerada de fácil magnetização, diferente das direções $\langle 110 \rangle$, considerada de média magnetização e $\langle 111 \rangle$, considerada de difícil magnetização. Na Figura 3.1 é possível visualizar o comportamento da indução magnética em função do campo aplicado para diferentes direções cristalinas de um aço elétrico de grão orientado (Cullity, 1972).

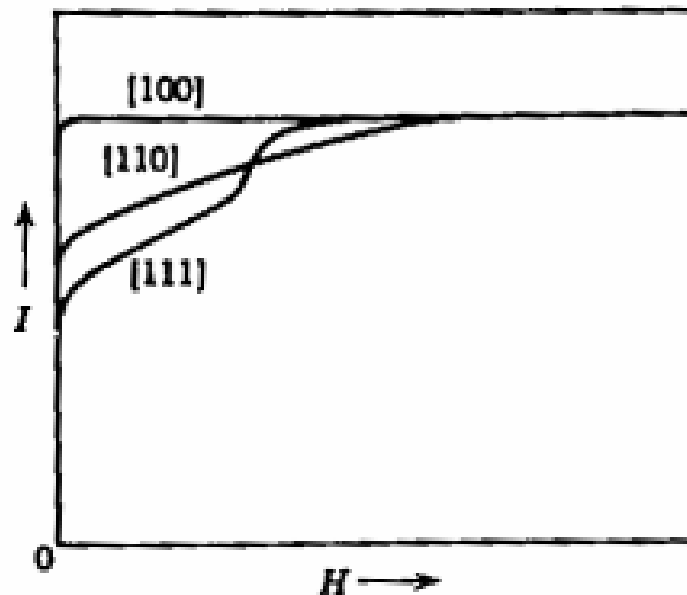


Figura 3.1 - Indução Magnética (I) em função do campo aplicado (Chikazumi, 1964).

O comportamento da magnetização M varia de acordo com o campo aplicado H e também com o meio para diferentes classes de materiais. Na presença de um meio, a magnetização distingue-se nas classes de materiais diamagnéticos, paramagnéticos e ferromagnéticos. Quando a magnetização aumenta muito com o campo magnético aplicado, temos a classe de materiais ferromagnéticos. Nesta classe de materiais os spins dos elétrons de um átomo interagem com os dos átomos vizinhos, alinhando os momentos de dipolo magnético dos átomos. Esse alinhamento persistente é o que concede o magnetismo permanente aos

materiais ferromagnéticos. Sendo assim a magnetização pode persistir parcialmente quando um campo magnético externo é removido (Halliday, 1993).

Se a temperatura de um material ferromagnético exceder uma temperatura crítica, denominada de temperatura de Curie, a agitação térmica quebra o alinhamento dos momentos de dipolo magnético dos átomos, tornando assim o material paramagnético (Halliday, 1993). A Figura 3.2 mostra uma curva de magnetização típica de um material ferromagnético. No caso da figura as unidades M e H não se encontram no sistema internacional, sendo M a magnetização dada em emu/cm³ e o campo externo dado em oersted [Oe]. A Tabela 3.1 mostra os fatores de conversão para as unidades no sistema internacional. (Cullity, 1972).

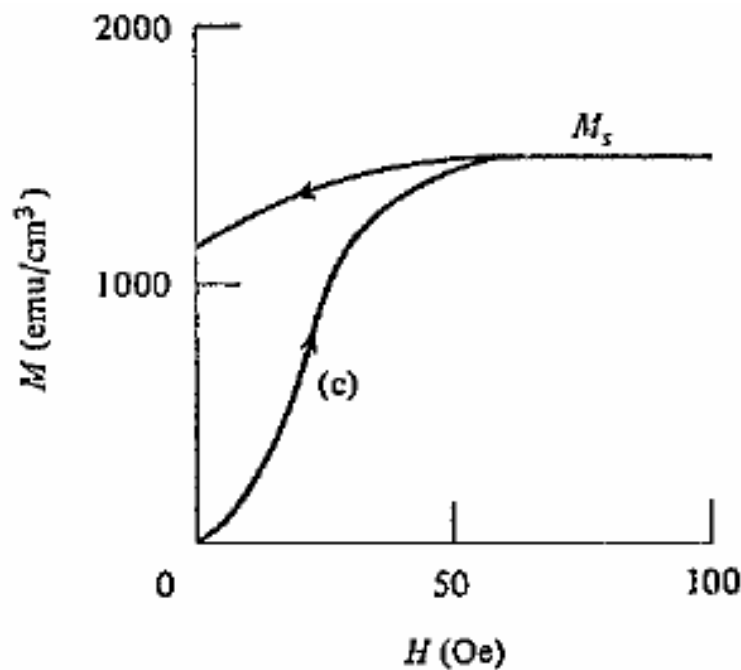


Figura 3.2 - Curva de magnetização típica de materiais ferromagnéticos (Cullity,1972).

Tabela 3.1 - Fatores de conversão de unidades do sistema CGS para o sistema SI (Cullity, 1972).

Unidade	Símbolo	Sistema CGS	Fator de conversão	Sistema Internacional
Campo magnético	H	Oe	$10^3/4\pi$	A/m
Polarização Magnética	M	emu/cm ³	10^3	A/m

Materiais ferromagnéticos podem ser classificados em materiais magnéticos macios ou duros, dependendo de suas características magnéticas.

Os materiais ferromagnéticos são divididos em regiões chamadas de domínios magnéticos, regiões estas espontaneamente magnetizadas quando o material se encontra em estado desmagnetizado. As interfaces entre um domínio e outro é denominada parede de domínio. No estado desmagnetizado do material os domínios têm diferentes direções de magnetização, de tal maneira que a magnetização líquida de todo o material seja igual a zero. O processo de magnetização converte os vários domínios em um único domínio na direção do campo magnético externo H (Cullity, 1972).

Um domínio é uma região do material em que os átomos têm o mesmo alinhamento magnético. Quando estes domínios são expostos a um campo externo H , eles tendem a se alinhar segundo a direção do campo aplicado à custa do crescimento de domínios com orientações favoráveis ou da reorientação de dipolos. Durante o processo de magnetização o material passa de um estágio de multidomínios para um estágio de domínio único, como pode ser visualizado na Figura 3.3. No fim do processo, quando se aumenta o campo magnético H ocorre uma rotação do domínio único da direção de fácil magnetização para a direção do campo externo e assim o material atinge a magnetização de saturação (Cullity, 1972).

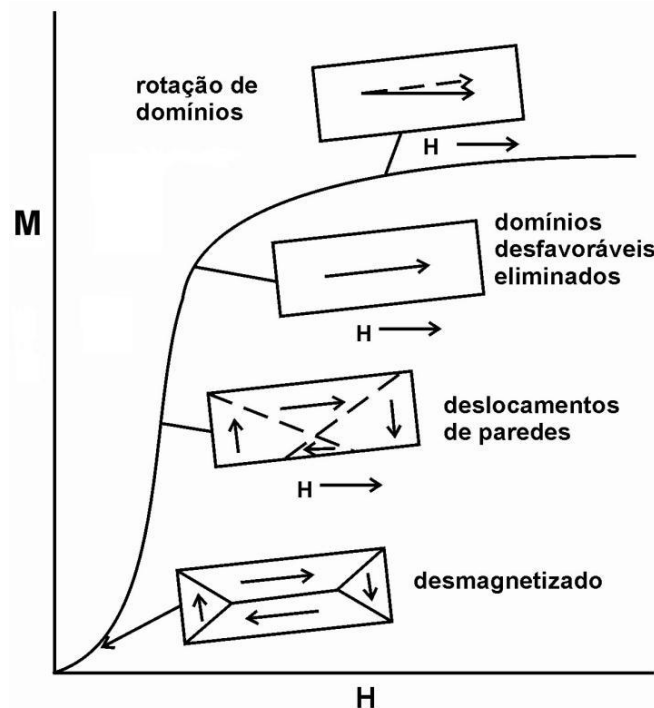


Figura 3.3 - Evolução da estrutura de domínios durante a magnetização (Littman, 1971).

A Figura 3.4 mostra a variação da magnetização M como uma função do campo magnético externo H quando o material é submetido a um processo de magnetização cíclica. Ao ser diminuído o valor do campo externo aplicado, a partir da saturação, a magnetização retorna ao valor de remanência, M_r . Invertendo o sentido do campo e aumentando sua intensidade, a magnetização continua a diminuir a partir de M_r , passando por zero em um campo chamado coercivo H_c , e, finalmente atingindo o seu valor de saturação na direção oposta à original para campos suficientemente altos. Diminuindo-se a intensidade do campo a zero a partir deste ponto, a magnetização atinge a remanência negativa. Aumentando-se o campo no sentido positivo, a magnetização passa por zero em $+H_c$, e atinge o valor de saturação na direção de saturação original, fechando o ciclo completo de histerese. A forma como a curva varia da magnetização inicial até o fim do ciclo de histerese depende da estrutura do material enquanto que a intensidade de magnetização é uma propriedade intrínseca que depende basicamente da composição química do material (Bohn et al., 2004 apud Cesar, 2012).

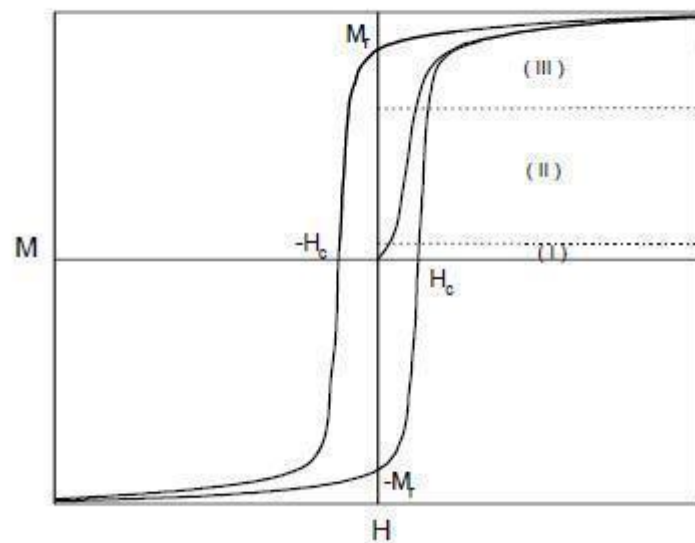


Figura 3.4 - Ciclo de histerese de um material ferromagnético (Bohn et al,2004 apud Cesar, 2012).

A magnetostricção (λ) é a propriedade na qual o material ferromagnético tem suas dimensões alteradas com a exposição a um campo magnético externo. A rede cristalina dentro de cada domínio é tensionada na direção de magnetização do domínio. A direção da tensão rotaciona o vetor de magnetização resultando em uma mudança dimensional do corpo como um todo. A variação de λ com H cria um ciclo duplo e o material vibra com o dobro da frequência do

campo magnético. Esta vibração é a principal causa do ruído dos transformadores (Kernick, 1967, apud Cesar, 2012).

3.1.1. Permeabilidade magnética

A permeabilidade magnética é conhecida como a capacidade de amplificação do campo externamente aplicado e pode ser definida pela Equação 3.3 (Jakubovics, 1987).

$$\mu = B/H \quad (3.3)$$

A permeabilidade magnética, juntamente com as perdas magnéticas são especificações usadas por fabricantes de aços elétricos para demonstrar eficiência de seus produtos e pode ser especificada em diferentes condições. Alguns fabricantes, porém, especificam a indução magnética mínima em um determinado campo H ao invés de especificar a permeabilidade. A Tabela 3.2 mostra os valores de indução magnética para o aço elétrico de grão orientado convencional em diferentes campos magnéticos externos. Os valores B₈, B₂₅, B₅₀ e B₁₀₀ são referentes à indução para um campo magnético externo H de 800 A/m, 2500 A/m, 5000 A/m e 10000 A/m, respectivamente (Catálogo ArcelorMittal Inox Brasil,2009).

Tabela 3.2 - Valores de indução em diferentes campos magnéticos (Catálogo ArcelorMittal Inox Brasil,2009).

Aço Si	Produto	B ₈ (T)	B ₂₅ (T)	B ₅₀ (T)	B ₁₀₀ (T)
GO	CGO	1,85	1,93	1,96	1,98

Por meio da permeabilidade ou da indução magnética para dados valores de campo magnético externo pode-se comparar materiais entre si. Na Figura 3.5 são mostrados pontos de uma curva de magnetização que podem ser úteis nessas comparações (Campos, 2000).

Os pontos equivalem à permeabilidade magnética relativa a 1,5 T, à indução magnética B medida para os campos magnéticos externos H de 2500 A/m de 5000 A/m.

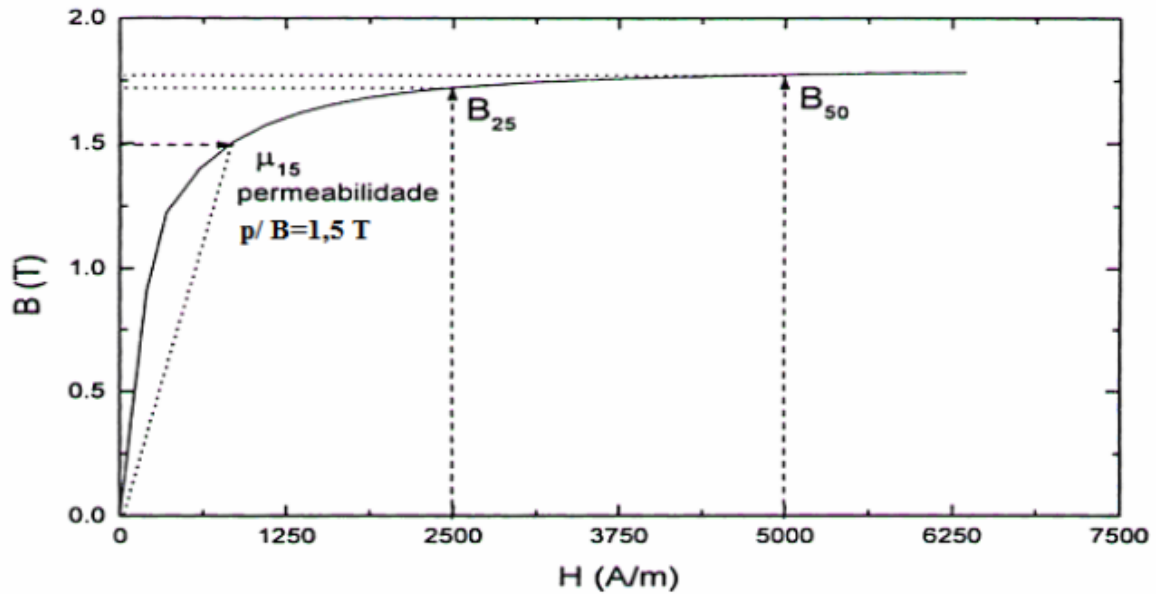


Figura 3.5 - Curva de magnetização com pontos para avaliação de propriedades magnéticas (Campos, 2000).

3.1.2. Perdas magnéticas

Perdas magnéticas em materiais ferromagnéticos podem ser divididas em três contribuições: perdas por histerese, as perdas por correntes parasitas ou de Foucault e as perdas anômalas. A perda magnética equivale à potência total dissipada por unidade de massa quando um material é submetido à magnetização cíclica (Cullity, 1972).

As perdas magnéticas são o parâmetro técnico mais importante de seleção e controle dos materiais elétricos devido à importância do rendimento energético de máquinas elétricas.

A perda por histerese é o trabalho necessário para percorrer a curva de histerese, apresentada na Figura 3.4, e é proporcional à área delimitada pela curva. A área interna à curva resulta na energia dissipada por ciclo, em J/m^3 . Multiplicando-se esse valor pela frequência, em Hz, e dividindo-se pela densidade, em kg/m^3 , tem-se o resultado da parcela de perda, em W/kg (Cullity, 1972; Halliday et al., 1996).

O ciclo de histerese determina a perda por histerese do material. Idealmente se deseja um ciclo estreito para minimizar o custo da energia de magnetização (Cullity, 1972). A perda por

histerese é função da frequência e da área do loop (equação 3.4) e é causada principalmente pelos movimentos irreversíveis das paredes dos domínios durante a magnetização.

$$P_h = K (A_h) f, \quad (3.4)$$

onde P_h é a perda por histerese, A_h é a área do ciclo de histerese e f é a frequência.

A variação de fluxo magnético causada pela presença de corrente elétrica alternada induz a uma força eletromotriz no material, resultando na passagem de corrente elétrica parasita no interior da chapa, dissipando energia por efeito Joule. As perdas por correntes parasitas, também conhecidas como perdas de Foucault, podem ser descritas pela Equação 3.5 (Halliday et al., 1996; Cullity, 1972).

$$P_p = (\pi B f e)^2 / (6 D \rho) , \quad (3.5)$$

sendo:

P_p , perdas por correntes parasitas, em W/kg;

B , indução máxima do ensaio, em T;

f , frequência do ensaio, em Hz;

e , espessura da lâmina, em mm;

D , densidade, em kg/m³;

ρ , resistividade elétrica, em $\mu\Omega\text{m}$.

As perdas anômalas são obtidas pela diferença entre a medida experimental e as parcelas parasíticas e por histerese.

3.1.3. Fatores que afetam as propriedades magnéticas

Alguns dos fatores que afetam as propriedades magnéticas dos aços elétricos de grão orientado são os teores de Si, espessura da tira, pureza, tamanho de grão e orientação cristalográfica (Taguchi et al, 1976).

As perdas por histerese podem ser reduzidas facilitando-se a movimentação das paredes de domínio, facilitando a magnetização do material. Um dos fatores que favorece essa movimentação é a ausência de inclusões e precipitados no aço, bem como a ausência de defeitos cristalinos. A presença de lacunas, discordâncias ou outras imperfeições no reticulado podem prejudicar a processo de magnetização (Kuroki, 1989).

Já as correntes parasitas podem ser reduzidas com a diminuição de espessura do material, ou mesmo com o aumento da resistividade do mesmo, suportada pelo acréscimo de silício na composição do material. Um grande entrave é que ao aumentar o teor de silício em valores acima de 3,5% o material pode ser fragilizado, dificultando o processo de laminação, e também uma redução maior de espessura influencia diretamente na dificuldade de trabalhabilidade do aço, tornando o processo de produção mais custoso (Ruiz, 2003). A Figura 3.6 mostra o efeito da adição de silício nos resultados de perda magnética a 1,7T e frequência de 50Hz para aços elétricos de grão orientado de alta permeabilidade, com diferentes valores de B_8 e diferentes espessuras (Taguchi et al., 1976).

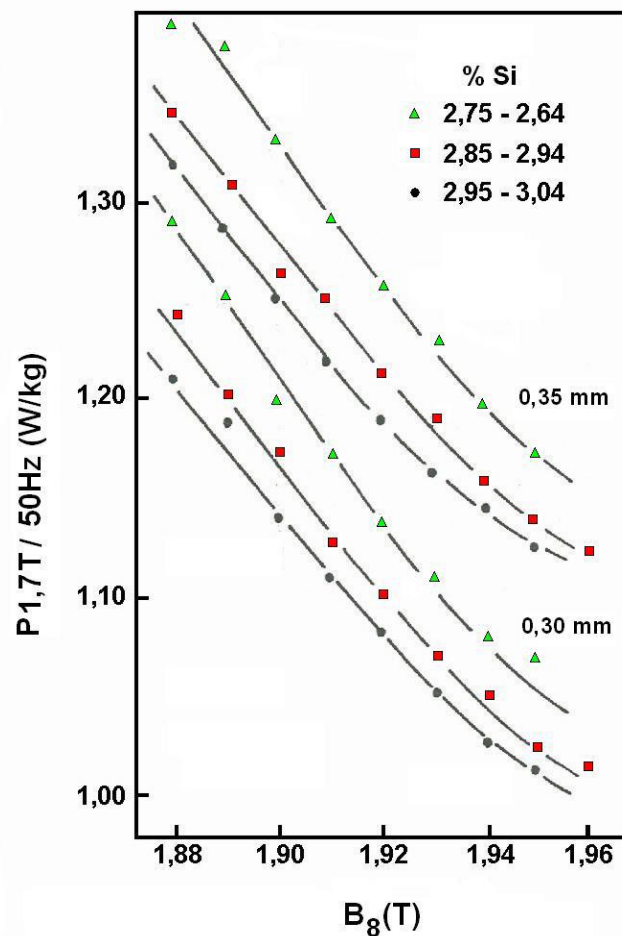


Figura 3.6 - Efeito do teor de silício nos resultados de perda em aço HGO com 0,35 e 0,30mm de espessura (Taguchi et al., 1976).

Como o aço elétrico de grão orientado é disposto em chapas empilhadas dentro dos transformadores, um dos recursos utilizados para evitar a passagem de correntes parasitas entre as chapas é a aplicação de um revestimento isolante na superfície do aço, dificultando a passagem das correntes parasitas de uma chapa para outra.

Já a Figura 3.7 mostra o efeito da espessura de tira no aço elétrico de grão orientado de alta permeabilidade nos resultados de perda magnética total a 1,7T e frequência de 50Hz com diferentes valores de B_8 (Tagushi et al., 1976).

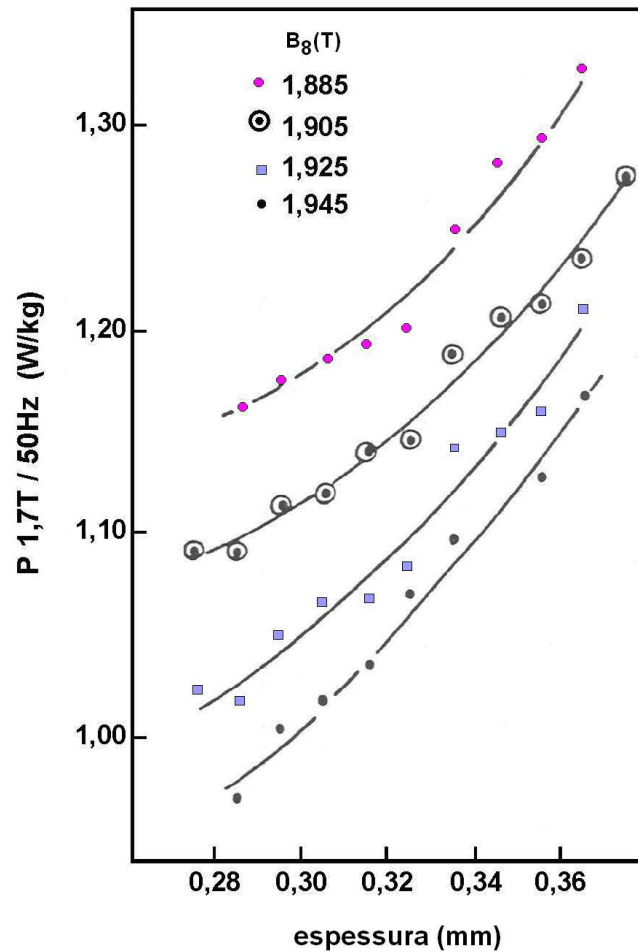


Figura 3.7 - Efeito da espessura nos resultados de perda em aço HGO (Tagushi et al., 1976).

O tamanho de grão influencia na parcela de perdas anômalas, sendo que quanto maior o tamanho de grão, maior a distância entre paredes de domínios que estão magnetizados em sentidos opostos, aumentando o valor da parcela de perdas anômalas. Porém, um aumento do tamanho de grão também influencia na parcela de perdas por correntes parasitas, sendo estas reduzidas com o aumento do diâmetro médio de grão. Considera-se, portanto, que existe um tamanho médio de grão ótimo, considerando seus efeitos nas parcelas de perdas anômalas e por correntes parasitas (Taguchi et al., 1976; Cullity, 1972). A Figura 3.8 mostra o efeito do diâmetro de grão sobre os valores de perda total em um aço elétrico de grão orientado convencional com 2,95% Si e espessura de 0,26mm com B_8 igual a 1,86T. No caso os melhores resultados foram obtidos para os menores tamanhos de grão, entre 2mm e 3mm (ASTM 7 a 8). (Littman, 1975).

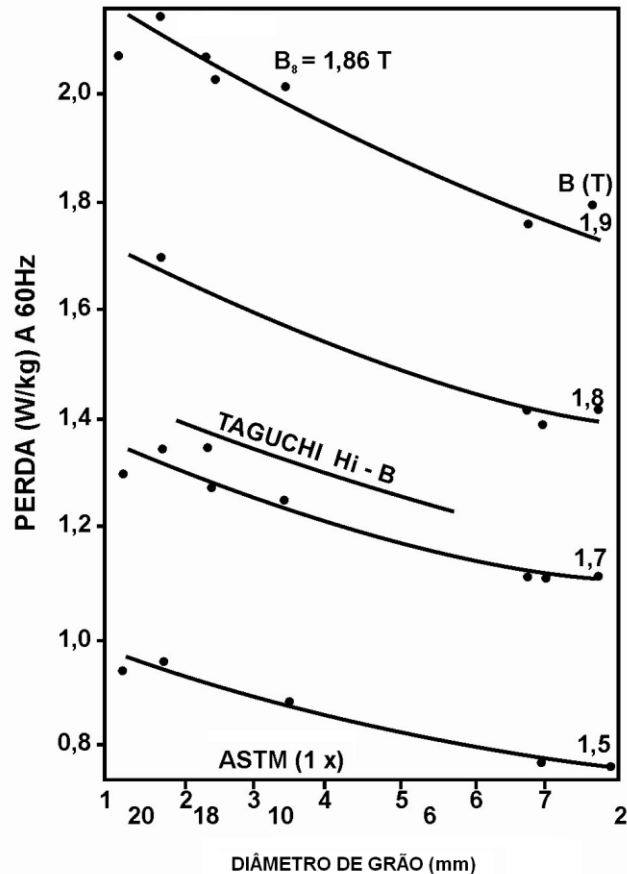


Figura 3.8 - Efeito do diâmetro de grão nos valores de perdas totais em um aço CGO (Littman, 1975).

Além da ausência de impurezas e defeitos no material, teor de silício, redução de espessura e tamanho de grão, outro fator que pode reduzir a parcela de perdas é a textura cristalográfica do material, visto que quanto maior a quantidade de cristais orientados na mesma direção, mais fácil é a magnetização do material. A redução da perda de energia nos aços elétricos de grão orientado está relacionada ao fato de que a direção de fácil magnetização $\langle 100 \rangle$ está paralela à direção de magnetização da chapa. Como nos transformadores o campo magnético é aplicado somente em uma direção, é possível projetar o equipamento de modo que o campo esteja ajustado ao longo da direção de laminação. Quanto menor a dispersão da direção $\langle 100 \rangle$ em torno da direção de laminação, menores as perdas (Landgraf et al., 2005).

O resultante dos valores de perdas magnéticas depende fortemente do par tamanho de grão-orientação. Materiais com menor desvio de orientação e menores tamanhos de grão possuem melhores propriedades, porém é fato que os materiais mais bem orientados tendem a possuir um maior diâmetro médio de grão (Taguchi et al., 1977).

3.2. O aço elétrico de grão orientado

O aço elétrico de grão orientado é um aço utilizado em núcleos de transformadores, por possuir ótimas propriedades magnéticas no plano de laminação, resultado de sua ótima orientação paralela a esta direção. O aço elétrico com 3% Si e textura $\{110\}\langle 001\rangle$ foi patenteado por Norman Goss em 1934. Desde então, vários foram os desenvolvimentos na busca de aços com melhores propriedades magnéticas e menores custos de produção (Ling, 2013).

O aço elétrico de grão orientado convencional apresenta valores de indução magnética em torno de 1850 mT para um campo de 800 A/m e passa por um complexo processo que inclui a precipitação de finas partículas de MnS para que ocorra a inibição do crescimento de grão. Para a produção deste aço são necessárias altas temperaturas de reaquecimento de placa antes da laminação a quente, além de dois estágios de laminação a frio, com redução de 50 a 65% na segunda etapa e um recozimento intermediário (Alcântara, 2006).

Ao final da década de 60 foi desenvolvido na Nippon Steel Corporation um aço elétrico de grão orientado com uma textura de Goss mais perfeita e uma permeabilidade superior ao aço convencional. O aço elétrico de alta permeabilidade (HGO) produzido pela Nippon Steel foi denominado de “Oriented Core Hi-B”. Este aço apresenta valores de indução superior a 1880 mT e utiliza como inibidor de crescimento de grão partículas de precipitados de AlN e MnS. Nos desenvolvimentos mais recentes, com as tecnologias chamadas de “inibidor adquirido” não há necessidade de altas temperaturas de reaquecimento de placa, reduzindo os custos de processo, pois uma parte dos inibidores é adicionada na aciaria e outra parte é adicionada na etapa de recozimento e descarbonetação, na qual se utiliza de atmosfera de amônia para nitretar o aço. Além da menor temperatura de reaquecimento de placa, entre 1100°C e 1200°C, é necessária apenas uma etapa de laminação a frio, com redução de espessura de aproximadamente 85% (Takahashi et al., 1996; Woo et al., 1998).

Além da busca por novas rotas de produção com menor custo, a pesquisa e desenvolvimento dos aços elétricos de grão orientado convencionais (CGO) e de alta permeabilidade (HGO) tem sido feita visando redução da perda magnética, aumento da permeabilidade e redução da magnetostricção. A redução da perda magnética está relacionada com a economia de energia

elétrica. O aumento da permeabilidade possibilita a operação a alta indução e a fabricação de transformadores menores e de menor custo. A redução da magnetostricção possibilita a fabricação de transformadores com menor nível de ruído (Takahashi et al., 1996; Tagushi et al., 1977).

3.3. Recristalização Secundária

Um dos motivos do aço elétrico de grão orientado possuir boas propriedades magnéticas ao longo da direção de laminação deve-se ao fato da sua forte orientação preferencial dos grãos (110)[001], denominada orientação de Goss. A Figura 3.9 mostra a disposição dos cristais com orientação de Goss em uma chapa laminada destacando que os planos (110) coincidem com o plano da chapa e a direção [001] é paralela à direção de laminação (Matsuo, 1989).

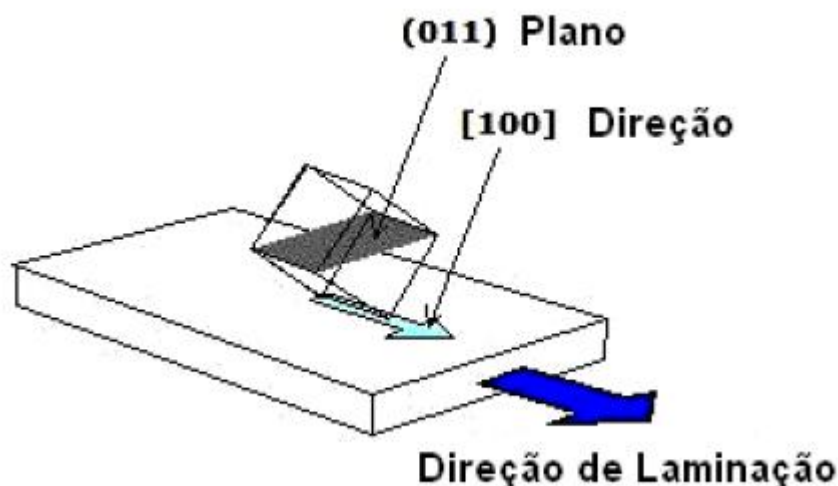


Figura 3.9 - Representação da textura Goss (Matsuo 1989).

Essa orientação é desenvolvida por meio da recristalização secundária, onde são nucleados grãos secundários com textura de Goss em uma matriz primária. Ainda não há pleno entendimento do motivo pelo qual apenas os grãos com orientação de Goss sofrem crescimento anormal (Ushigami, 1998).

Uma das teorias é a teoria do crescimento seletivo, que se baseia em que os grãos de Goss que sofrem crescimento anormal são circundados por contornos CSL (Coincidence Site Lattice) e

que esses contornos, de menor energia e maior mobilidade, são consumidos produzindo o crescimento anormal dos grãos de Goss (Alcântara, 2006).

Nos aços elétricos de grão orientado convencionais, estudos indicam que para que um grão com orientação de Goss seja um núcleo para recristalização secundária ele deve fazer contornos especiais CSL $\Sigma 5$ com grãos vizinhos. Devido à menor energia dos contornos CSL $\Sigma 5$ a força de arraste exercida pelas partículas sobre os mesmos será menor que sobre os demais contornos. Durante o recozimento final as partículas de precipitado tenderão a coalescer, reduzindo a força de arraste. Os contornos de menor energia migrarão antes dos demais, permitindo o crescimento dos núcleos de Goss.

A fração de potenciais núcleos de Goss depende de dois fatores: da fração de contornos CSL $\Sigma 5$ formados pela orientação de Goss, ou orientações próximas, com a matriz primária e da fração de grãos com orientação de Goss, ou próxima da orientação ideal, na matriz primária. Nos aços elétricos de grão orientado de alta permeabilidade (HGO) há indícios que os grãos de Goss devem fazer contornos especiais CSL $\Sigma 9$ com grãos vizinhos para que seja um núcleo de recristalização secundária (Alcântara, 2006).

Alguns estudos avaliam o efeito do tamanho de grão primário, da composição química e das temperaturas e atmosferas do recozimento final em caixa nas propriedades, tamanho de grão e orientação da estrutura secundária. A temperatura de recristalização secundária é o parâmetro dominante para o crescimento seletivo de grãos (Ushigami, 1998).

Woo (et al., 1998) em seu estudo percebe um salto no valor de indução B_8 no aço elétrico de grão orientado de alta permeabilidade quando a temperatura de recozimento final atinge um valor por volta de 1075°C , indicando a ocorrência do fenômeno de recristalização secundária. Isso pode ser explicado pelo fato dos contornos CSL $\Sigma 9$ possuírem maior mobilidade a esta temperatura. Quando há um aumento dessa temperatura no tratamento térmico, os valores finais de indução máxima B_8 não sofrem mais variação considerável. Na Figura 3.10 pode-se verificar o momento de ocorrência do fenômeno de recristalização secundária pelo aumento repentino da indução B_8 durante o recozimento final de um aço elétrico de grão orientado de alta permeabilidade (Woo et al., 1998).

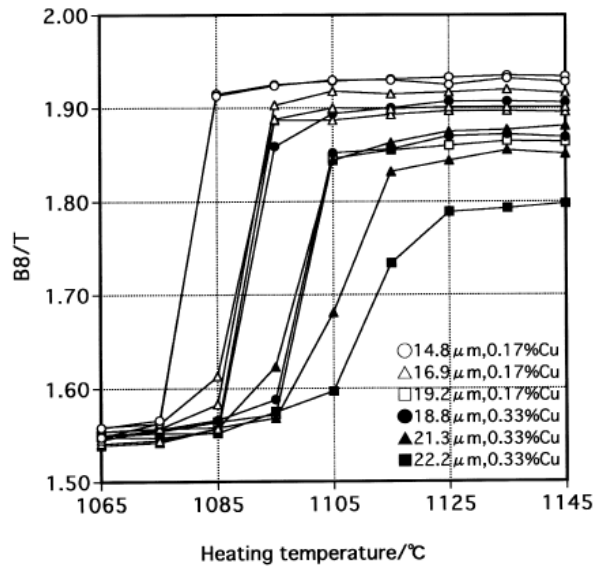


Figura 3.10 - Variação da indução com a temperatura de recozimento final em aços HGO com diferentes teores de Cu (Woo, 1998).

Já a Figura 3.11 ilustra a evolução da Indução magnética B_8 e da perda magnética a 1,7T e frequência de 50Hz com a evolução da temperatura de recozimento final para um aço HGO com um tamanho de grão médio primário de $16,1\mu\text{m}$ e diferentes percentuais de nitrogênio. Os símbolos ($\blacktriangle\Delta$) e ($\bullet\circ$) representam a indução magnética e a perda magnética, respectivamente.

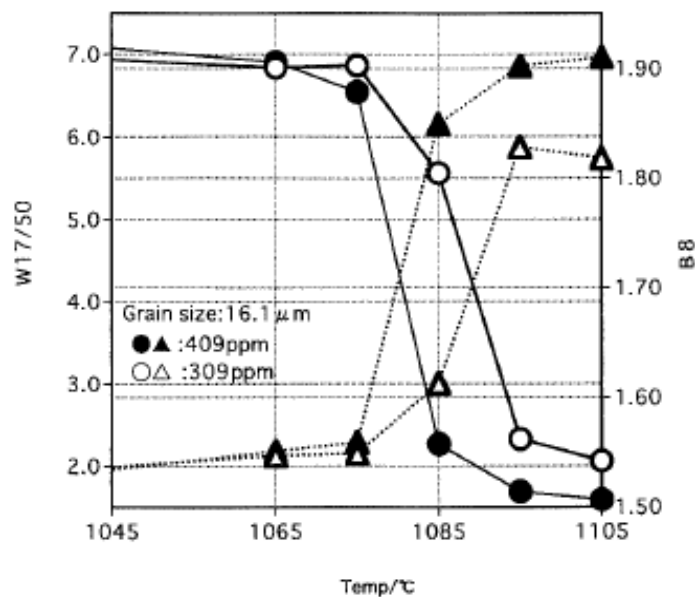


Figura 3.11 - Evolução da perda magnética e da indução com a evolução da temperatura de recozimento final em um aço HGO (Woo et al., 1998).

Ling (2014) fez um estudo semelhante variando o teor de Al no aço. A Figura 3.12 mostra os resultados obtidos, destacando novamente a variação de B_8 no momento em que se verifica o fenômeno de recristalização secundária. O autor chegou a conclusão que aumentando-se o teor de Al e N no aço, aumenta-se o poder de inibição dos inibidores formados após nitretação, aumentando-se por consequência a temperatura necessária para ocorrer a recristalização secundária.

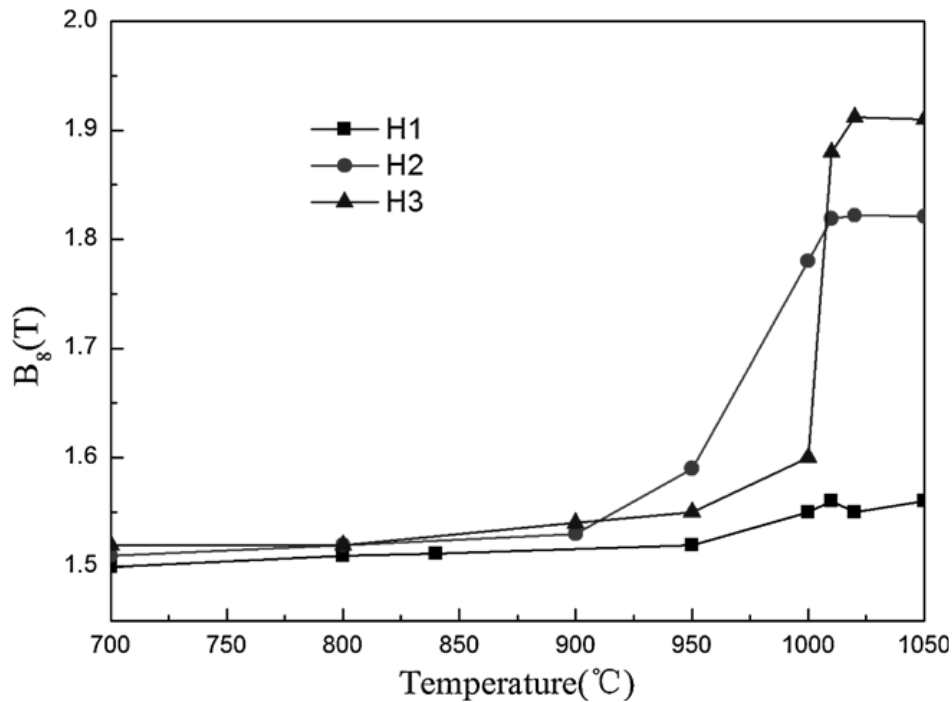


Figura 3.12 - Evolução da indução magnética B_8 com a temperatura de recozimento para aços HGO com diferentes teores de Al (Ling et al., 2014).

A composição química dos aços HGO estudados pode ser verificada na Tabela 3.3 (Ling et al., 2014).

Tabela 3.3 - Composição química dos aços HGO com diferentes teores de Al (Ling et al., 2014).

Amostra	C	Si	Mn	Cu	S	Als	N	P
H1	0,0490	3,1200	0,1000	0,1200	< 0,005	0,0073	0,0062	0,0200
H2	0,0480	3,1300	0,1000	0,1100	< 0,005	0,0200	0,0085	0,0200
H3	0,0480	3,1200	0,1000	0,1300	< 0,005	0,0310	0,0110	0,0200

O autor mostra a evolução das estruturas através de macrografias. A Figura 3.13 mostra uma evolução das estruturas de acordo com a evolução da temperatura de recozimento. É perceptível que quando ocorre o fenômeno de recristalização secundária os grãos sofrem um crescimento anormal, podendo ser verificado a olho nu (Ling et al., 2014).

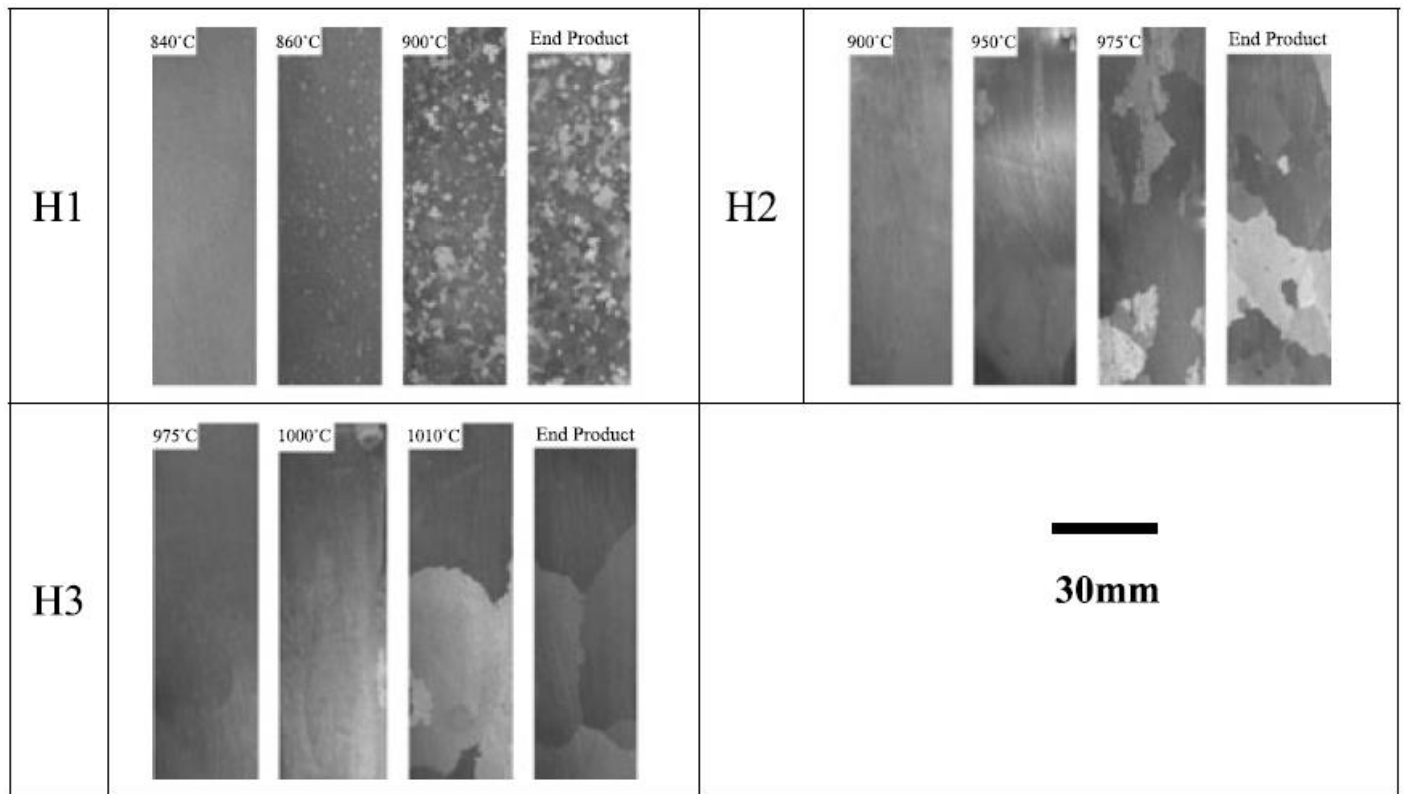


Figura 3.13 - Macrografias dos aços HGO com diferentes teores de Al para cada temperatura de recozimento (Ling et al., 2014).

Alguns estudos têm reportado os efeitos do tamanho de grão primário e textura na evolução da estrutura durante a recristalização secundária (Chang et al., 2004), e também a influência das condições de nitretação e tratamento térmico no comportamento da recristalização secundária e nas propriedades magnéticas (Kumano et al., 2005). Outros estudos trazem a relação entre os inibidores e a recristalização secundária de aços elétricos de grão orientado (Ling et al., 2014). Woo et al. mostrou a influência do tamanho de grão e da porcentagem de nitrogênio após recristalização primária na evolução da textura de Goss e mostrou que a temperatura de início de recristalização secundária determinada pela alteração da microestrutura não é exatamente a mesma determinada por meio de indução magnética. Eles

definiram os valores de $B_8=1.6\text{T}$ (indução magnética a 800A/m) como parâmetro para identificar a temperatura de início de recristalização secundária.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. Processamento e caracterização do material de entrada

Foi selecionado um lote de amostras de aço elétrico de grão orientado oriundas da mesma corrida de produção na aciaria. A composição química do material pode ser verificada na Tabela 4.1. Este material foi laminado a quente em um processo de laminação com acabamento reversível até a espessura de 2,30mm.

Deste lote foram geradas amostras com dimensões de aproximadamente 320mm de comprimento por 110mm de largura que passaram pelos processos de recozimento e decapagem, laminação a frio, descarbonetação e nitretação, revestimento e finalmente submetidas ao recozimento final, foco deste trabalho.

Tabela 4.1 - Composição química do aço

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Cr	Al	N ₂
(%)	0,0440	0,1510	3,1170	0,0100	0,0070	0,0280	0,0320	0,0068

O material laminado a quente foi processado em uma linha piloto de recozimento contínuo e posteriormente as amostras foram decapadas com objetivo de retirar a camada superficial de óxidos oriunda de processos anteriores. Após recozimento e decapagem as amostras foram laminadas a frio em um laminador piloto e tiveram sua espessura reduzida de 2,30mm para 0,27mm.

Após laminação a frio, o material foi processado em uma segunda linha piloto constituída de um forno com zonas de descarbonetação e nitretação. Nesta etapa o material foi processado a uma velocidade de 2m/min a uma temperatura de 830°C em todas as zonas do forno, sendo umidificado nas zonas de descarbonetação com intuito de promover reações para redução do teor de carbono na tira. Foram retiradas amostras para análise metalográfica em microscópio óptico com aumento de 200, 500 e 1000 vezes, além de amostras para definição de composição química, a fim de avaliar a efetividade dos processos de descarbonetação e nitretação. Após análise via microscopia ótica, as mesmas amostras foram encaminhadas ao microscópio eletrônico de varredura para medição do tamanho médio de grão.

Após processamento em linha piloto as amostras com dimensões de aproximadamente 500mm de comprimento por 120mm de largura foram cortadas para gerar amostras com dimensões de 150mm de comprimento por 30mm de largura. Estas amostras foram utilizadas no processo posterior de tratamento térmico com ciclos interrompidos, além de 14 amostras com dimensões de 150mm de comprimento por 120mm de largura que foram utilizadas nos ciclos térmicos finais com 50 horas de encharque. As amostras foram revestidas com uma lama a base de óxido de magnésio e secadas em um forno a 320°C, estando, ao fim deste processo, prontas para iniciar os ciclos de recozimento final. A Figura 4.1 mostra duas amostras de dimensões de 150mm de comprimento por 120mm de largura antes e após o revestimento com lama a base de óxido de magnésia.



Figura 4.1 - Amostras antes do revestimento (direita) e após revestimento (esquerda).

4.2. Definição do intervalo de temperatura de ocorrência de recristalização secundária (Ciclos interrompidos)

As amostras recristalizadas e revestidas com MgO foram aquecidas a uma taxa de aquecimento constante de 10°C/h em uma atmosfera de 75%H₂ e 25%N₂. Durante o aquecimento as amostras foram extraídas nas temperaturas de 950, 1000, 1050, 1060, 1070, 1080, 1090, 1100, 1150 e 1200°C e resfriadas até a temperatura ambiente. Esse modelo de recozimento foi usado para determinar a temperatura de recristalização secundária (T_{rsm}) por meio de checagem de alterações microestruturais. Após todo o processamento prévio do material, bem como toda a caracterização da microestrutura de partida, as amostras foram

disponibilizadas em conjuntos compostos de quatro amostras com 150mm de comprimento por 30mm de largura com as faces em contato com duas amostras de mesma dimensão, utilizadas como divisórias a fim de evitar o contato das amostras com duas chapas laminadas a quente. Estas chapas de material laminado à quente têm o objetivo de suportar todo o conjunto, com dimensões pouco acima das dimensões das amostras e possuem um furo para que seja instalado um arame utilizado para retirada e isolamento do material no forno em devida temperatura, sem interferir no ciclo de aquecimento. A Figura 4.2 mostra a disposição das amostras no conjunto e a Figura 4.3 mostra o conjunto montado, com o furo que recebeu o arame refratário que foi utilizado para isolamento deste conjunto dos demais, sem afetar o ciclo térmico do forno.

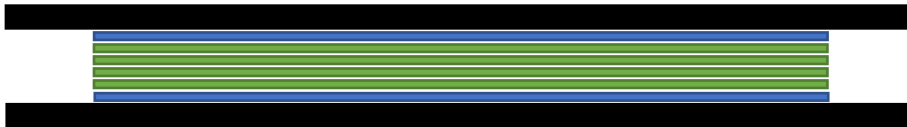


Figura 4.2 – Disposição de amostras no conjunto. Amostras para análise (verde), amostras descartadas (azul) e chapas laminadas a quente para suportar o conjunto (preto).



Figura 4.3 - Conjunto pronto para ir ao forno

Foi utilizado um forno Combustol elétrico, do tipo câmara selada com uma taxa de aquecimento de 10°C/h para os tratamentos térmicos. O forno foi adaptado com uma câmara externa, onde é possível isolar amostras para resfriamento sem influenciar no ciclo térmico ou na temperatura das outras amostras que podem ser dispostas simultaneamente. Esta câmara possui capacidade de inserção de dez arames para isolamento, ou seja, tem capacidade de isolar até dez conjuntos de amostras. Uma imagem do forno pode ser visualizada na Figura 4.4. A Figura 4.5 mostra o porta-amostras desenvolvido com dez espaços para inserção dos conjuntos e a Figura 4.6 mostra a parte interna do forno, já com o porta-amostras e conjuntos de amostras inseridos em seus devidos espaços.



Figura 4.4 - Forno usado nos tratamentos térmicos

Na Figura 4.4 é apresentado o forno e é possível visualizar a câmara que foi adaptada para isolamento das amostras em verde e os arames refratários utilizados para interromper o ciclo de determinada amostra, trazendo o conjunto para a região de resfriamento sem afetar a continuidade do ciclo das outras.



Figura 4.5 - Porta-amostras utilizado para armazenar os conjuntos dentro do forno.

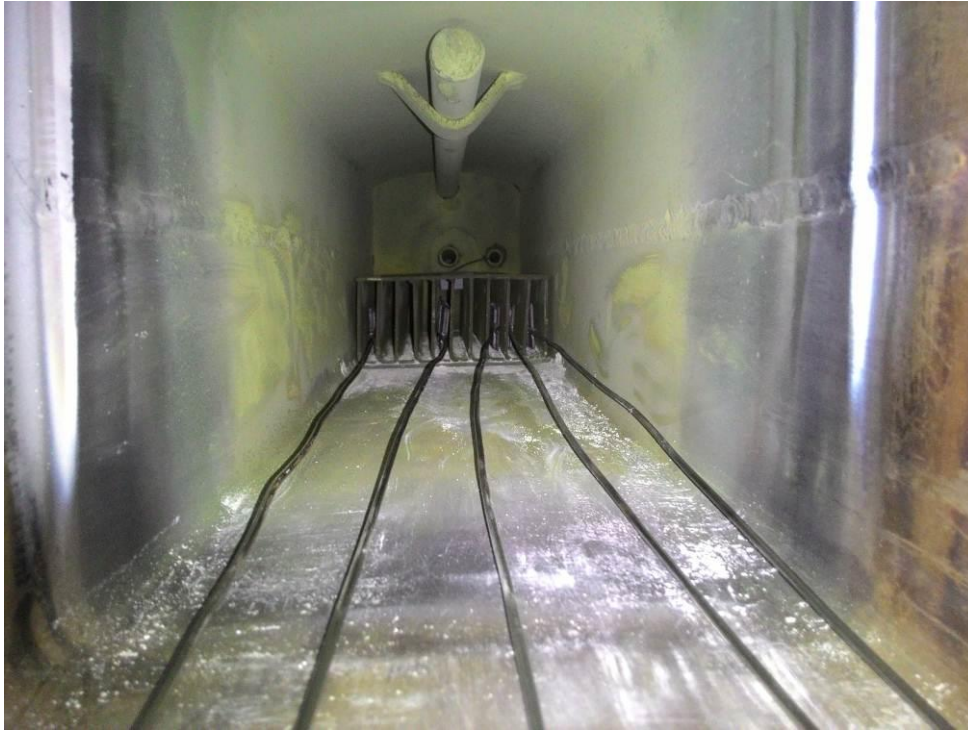


Figura 4.6 - Disposição das amostras no forno pronto para ter o ciclo iniciado

A temperatura de interrupção dos ciclos de recozimento para cada conjunto de amostras é mostrada na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Temperaturas de interrupção dos ciclos

<u>Ciclos</u>
950°C
1000°C
1050°C
1060°C
1070°C
1080°C
1090°C
1100°C
1150°C
<u>1200°C</u>

Cada temperatura da Tabela 4.2 corresponde ao exato momento em que um conjunto de amostras foi retirado pelo arame refratário, sendo isolado na câmara externa para resfriamento.

Após fim dos ciclos e retirada das amostras do forno, essas foram submetidas a um processo de alívio de tensão a 840°C para correção de deformações e eliminação de defeitos no material oriundos do processo de retirada das amostras do forno, que podem influenciar nos resultados das análises posteriores.

Todas as amostras foram analisadas por microscopia ótica e macrografia, sendo também avaliado o tamanho médio de grão do material por meio de microscopia eletrônica de varredura com intuito de identificar o momento em que pode ser verificado um crescimento anormal de grãos, identificando assim a ocorrência do fenômeno de recristalização secundária.

As propriedades magnéticas, foram avaliadas usando o equipamento MPG100D Brockhaus Messtechnik com um quadro de amostra única para amostras com dimensões mínimas de 100mm de comprimento por 30mm de largura e capacidade de frequência de 3Hz a 400Hz, para avaliação da perda e permeabilidade magnética, propriedades estas de maior importância no material estudado. Após essas análises, pode-se definir um intervalo de temperatura em que ocorre o fenômeno de recristalização secundária, com crescimento anormal de grãos. As propriedades magnéticas foram avaliadas como a indução mínima para o campo externo de 800A/m, sendo o resultado dado em mT e as perdas foram avaliadas para uma indução magnética de 1,7T com frequência de 60Hz.

4.3. Definição da temperatura ótima de tratamento térmico no recozimento final (Ciclos com encharque)

Outras amostras, também revestidas com MgO, foram submetidas ao recozimento em caixa em um intervalo de temperatura entre $(T_{rsm}-50)^{\circ}\text{C}$ e $(T_{rsm}+10)^{\circ}\text{C}$ por 50 horas em uma atmosfera de 75% H_2 e 25% N_2 , sendo então resfriadas até a temperatura ambiente. Esse padrão de recozimento foi usado para determinar a temperatura de recristalização secundária definida por meio de alterações na indução magnética (T_{rsB}).

Após análises descritas anteriormente, foi possível definir um intervalo de temperatura onde ocorre o fenômeno de recristalização secundária, sem considerar o tempo de permanência em certa temperatura. Como nos primeiros ciclos foi considerada apenas a temperatura, não

avaliando o efeito de um tempo de encharque no tratamento térmico de recozimento, foram realizados mais ciclos recozimento em temperaturas próximas as quais se verificou o fenômeno da recristalização secundária no recozimento com ciclos interrompidos. Assim, nesta etapa foi feita a simulação de ciclos de recozimento final dos aços elétricos de grão orientado, como citado na literatura, adotando um tempo de encharque de 50 horas na temperatura visada. Como a temperatura na qual foi verificado o fenômeno da recristalização secundária no recozimento com ciclos interrompidos foi de 1080°C (resultados e discussão), as temperaturas utilizadas no recozimento final com encharque de 50h foram 1090°C, 1080°C, 1070°C, 1060°C, 1050°C, 1040°C e 1030°C.

O forno utilizado foi o mesmo dos ciclos anteriores, porém passou pelo tratamento apenas uma amostra com dimensões de 150mm de comprimento por 120mm de largura por ciclo, também protegida por duas amostras de mesmas dimensões utilizadas como divisórias e envoltas em uma chapa laminada a quente. A amostra foi posteriormente cortada em amostras com dimensões de 150mm de comprimento por 30mm de largura. Essas amostras passaram pelo tratamento de alívio de tensões a 840°C para eliminar as tensões internas resultantes do processo de corte. Uma imagem da amostra disposta no forno, pronto para ter o ciclo iniciado pode ser verificada na Figura 4.6.



Figura 4.6 - Amostra inserida no forno pronto para iniciar o ciclo

Após os processos de recozimento final com encharque de 50h e tratamento térmico para alívio de tensão das amostras, foram feitas análises macrográficas visando avaliar as na estrutura do material, análises de composição química e de propriedades magnéticas das amostras. Com essas informações e análises, definiu-se uma temperatura onde ocorre o fenômeno de recristalização secundária no aço elétrico de grão orientado produzido com baixa temperatura de reaquecimento de placa por meio de mudanças microestruturais (T_{rsm}) e também por meio dos valores obtidos de indução magnética B_8 (T_{rsB}).

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Caracterização do material descarbonetado e nitretado

Após tratamento de descarbonetação e nitretação, as amostras recristalizadas apresentam um teor de carbono e nitrogênio de $11,7\pm 0,9\text{ppm}$ e $253\pm 7\text{ppm}$, respectivamente. Comparando-se estes valores com a Tabela 4.1 pode-se observar a grande redução no teor de carbono propiciada pelo processo de descarbonetação e também o aumento do teor de nitrogênio associado ao processo de nitretação.

O tamanho médio de grão das amostras recristalizadas após os tratamentos de descarbonetação e nitretação foi de $21,6\mu\text{m}$ com um desvio padrão de $1,3\mu\text{m}$. Estes valores foram tomados como base para avaliar o crescimento anormal de grãos no processo subsequente.

Nas Figuras 5.1 e 5.2 é possível observar a microestrutura recristalizado, com uma ampliação de 200 e 1000X, respectivamente. É possível observar a boa distribuição de nitretos no material, oriundos do processo de nitretação. Estes nitretos são responsáveis pela inibição do crescimento de grãos até o processo de recozimento final em caixa, onde se espera observar a ocorrência do fenômeno de recristalização secundária, com crescimento anormal de grãos.

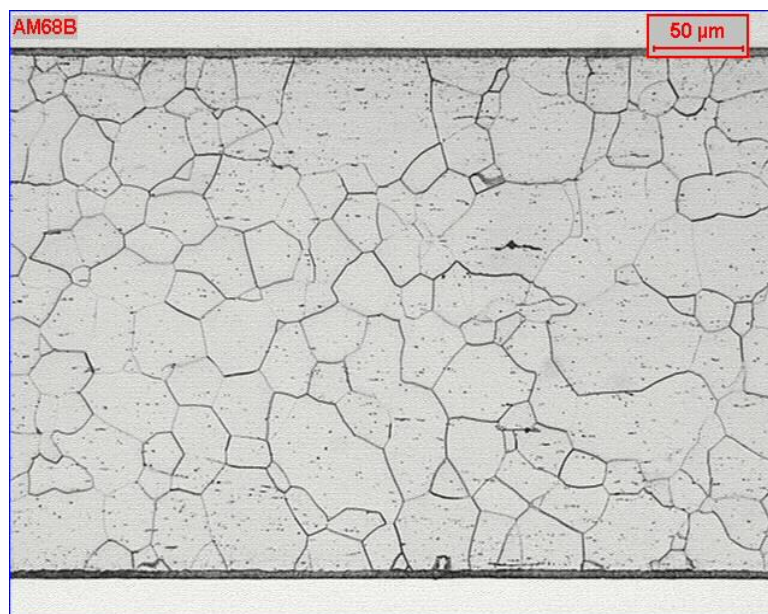


Figura 5.1 – Microestrutura do material descarbonetado e nitretado (200X).

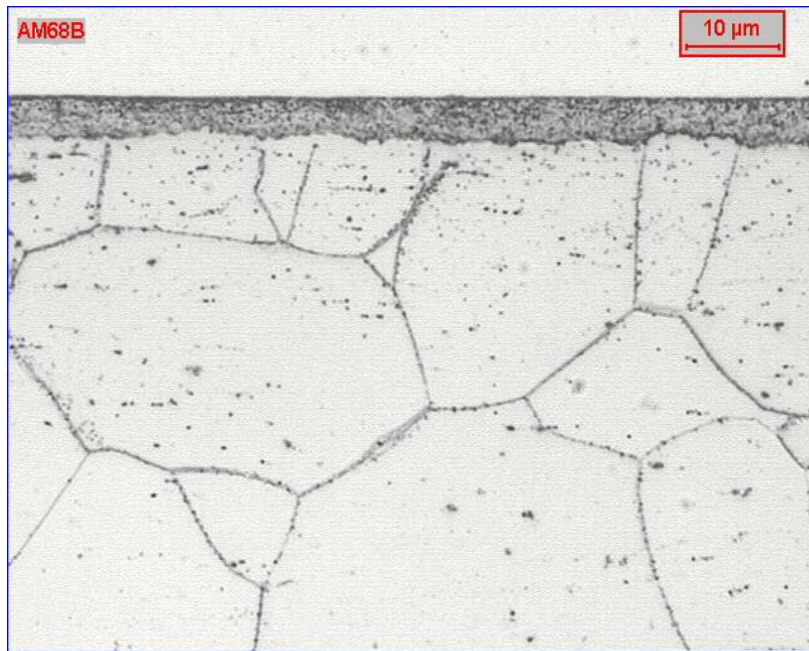


Figura 5.2 – Microestrutura do material descarbonetado e nitretado (1000X).

5.2. Caracterização das amostras após ciclos térmicos interrompidos

Os resultados da análise de tamanho de grão podem ser visualizados na Figura 5.3. Percebe-se um aumento exagerado no tamanho de grão entre as temperaturas de 1070°C e 1080°C passando de $23,6 \pm 1,4 \mu\text{m}$ para $11,5 \pm 0,9 \text{mm}$. Como o tamanho médio de grão passou de uma escala micrométrica para uma escala milimétrica, não foi possível definir o tamanho médio de grão das amostras usando a microscopia eletrônica varredura para temperaturas acima de 1080°C. Neste caso, o tamanhos médios de grão foram determinados pelo método dos interceptos, usando uma folha transparente com um quadrado de uma polegada para contar os contornos de grão que interceptam as arestas deste quadrado. Este aumento acentuado no tamanho médio de grão indica a ocorrência do fenômeno de recristalização secundária, o que pode ser verificado por meio de micrografias e macrografias.

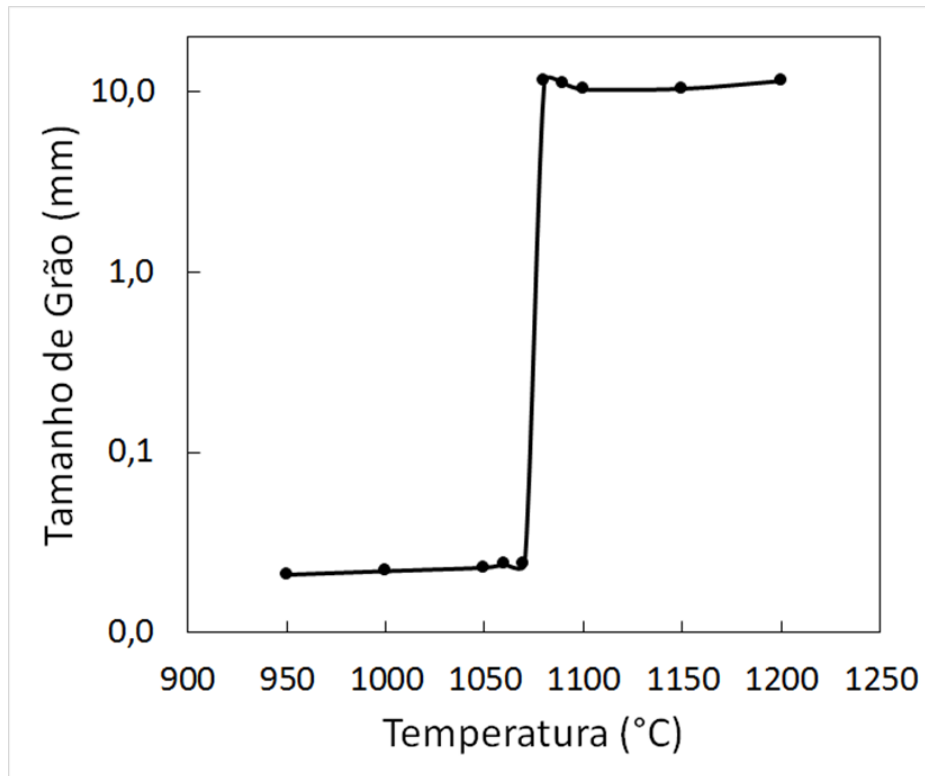


Figura 5.3 - Evolução do tamanho de grão (mm).

A Figura 5.4 mostra imagens da microestrutura do material obtidos por microscopia ótica nas temperaturas de 1070°C (a) e 1080°C (b) com aumento de 200X. É perceptível a ausência de grãos pequenos na microestrutura do material à partir de 1080°C.

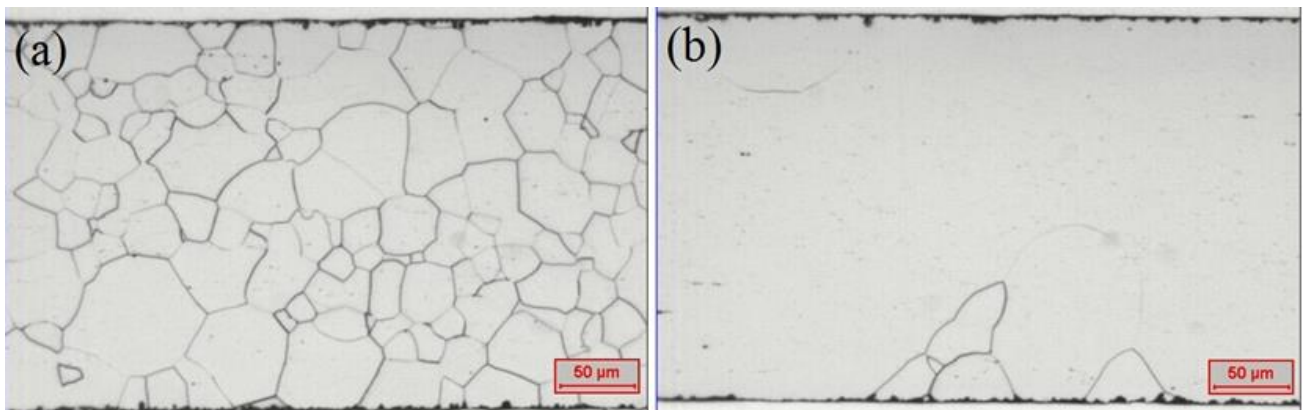


Figura 5.4 - Evolução da microestrutura entre 1070°C (a) e 1080°C (b) (Aumento 200x).

O mesmo pode ser observado na macroestrutura do material, ilustrada pela Figura 5.5. Os contornos de grão podem ser verificados a olho nu nas amostras que tiveram o ciclo térmico interrompido nas temperaturas à partir de 1080°C.

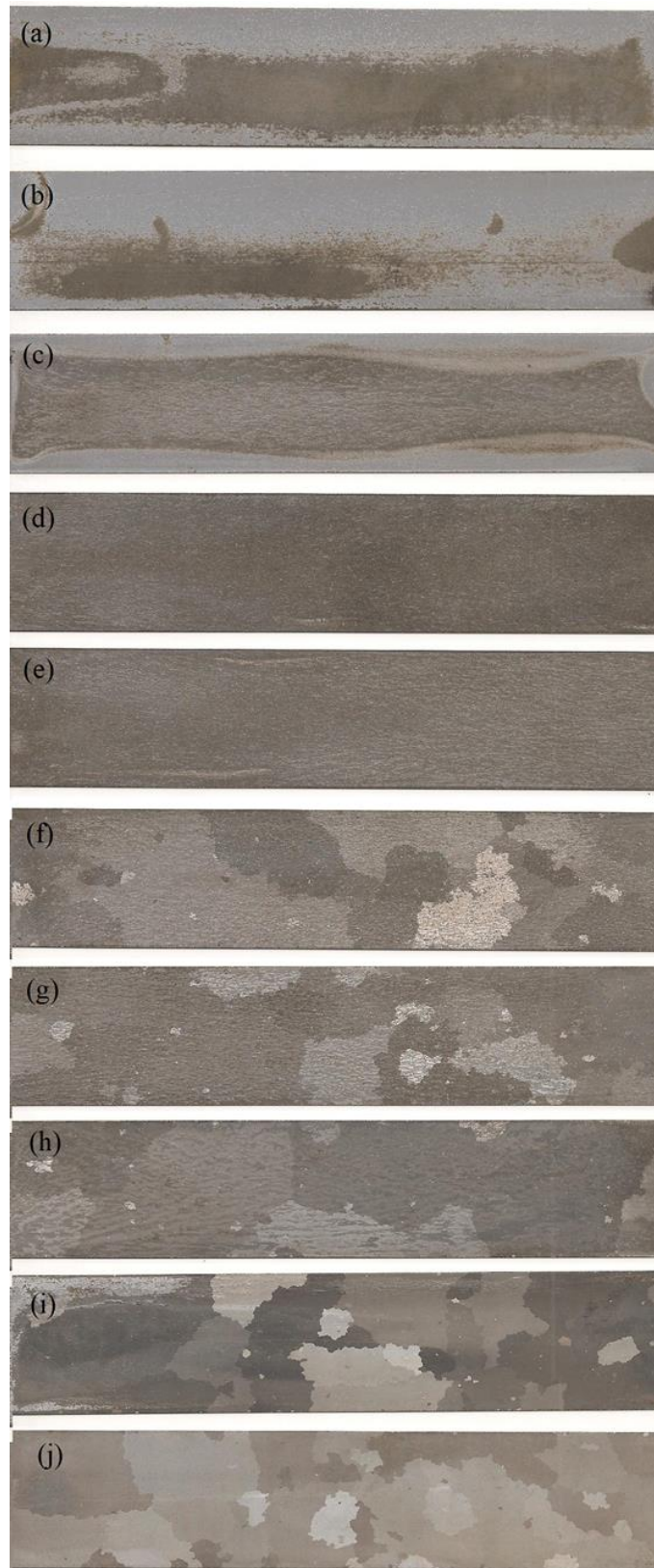


Figura 5.5 - Macroestrutura das amostras submetidas ao recozimento interrompido nas temperaturas de (a) 950°C, (b) 1000°C, (c) 1050°C, (d) 1060°C, (e) 1070°C, (f) 1080°C, (g) 1090°C, (h) 1100°C, (i) 1150°C e (j) 1200°C (200X).

Com base nas análises de tamanho médio de grão pode-se definir que o fenômeno de recristalização secundária ocorre a 1080°C (T_{rsm}) nos ciclos térmicos com interrupção. Esta temperatura foi usada como base para definição de novos ciclos térmicos, desta vez com encharque de 50 horas nas temperaturas de 1030, 1040, 1050, 1060, 1070, 1080, 1090°C, simulando assim o tratamento de recozimento final em caixa dos aços elétricos de grão orientado.

5.3. Caracterização das amostras após o recozimento com 50h de encharque

A evolução dos teores de C, N₂ e S podem ser verificadas na Figura 5.6. Após recristalização secundária, o aumento da temperatura de 1030°C até 1090°C reduziu o teor de carbono de 12 para 7ppm, o teor de nitrogênio de 119 para 40ppm e o teor de enxofre de 30 para 10ppm. Com o aumento de temperatura há ocorrência de dissolução do AlN, o que aumenta o teor de nitrogênio em solução sólida que difunde para fora do material na presença de gás inerte, reduzindo seu conteúdo após recristalização secundária.

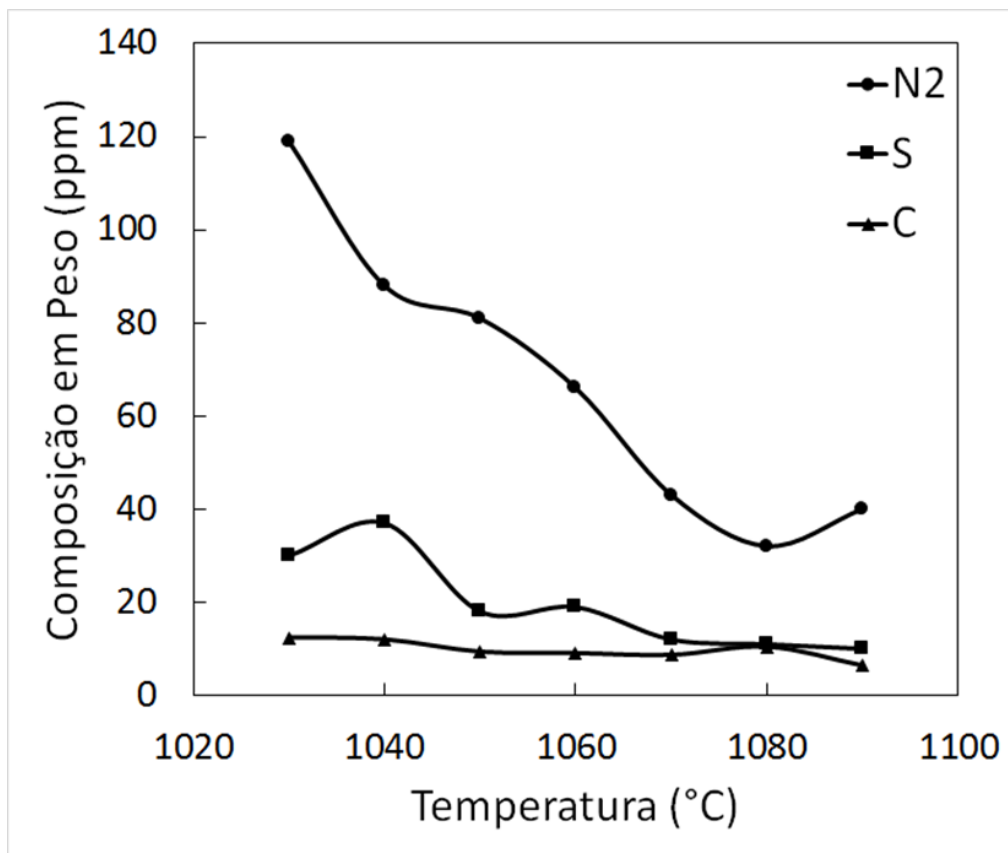


Figura 5.6 - Evolução da composição química das amostras com a temperatura de recozimento, com tempo de encharque de 50h.

A evolução dos valores médios de perda magnética e de indução magnética com a temperatura de recozimento são apresentadas nas Figura 5.7 e 5.8, respectivamente. A indução magnética aumenta até a temperatura de 1070°C, atingindo um valor máximo de $1900 \pm 20 \text{mT}$, e a perda magnética diminui até a temperatura atingir 1070°C, apresentando um valor mínimo de $1.46 \pm 0.11 \text{W/kg}$.

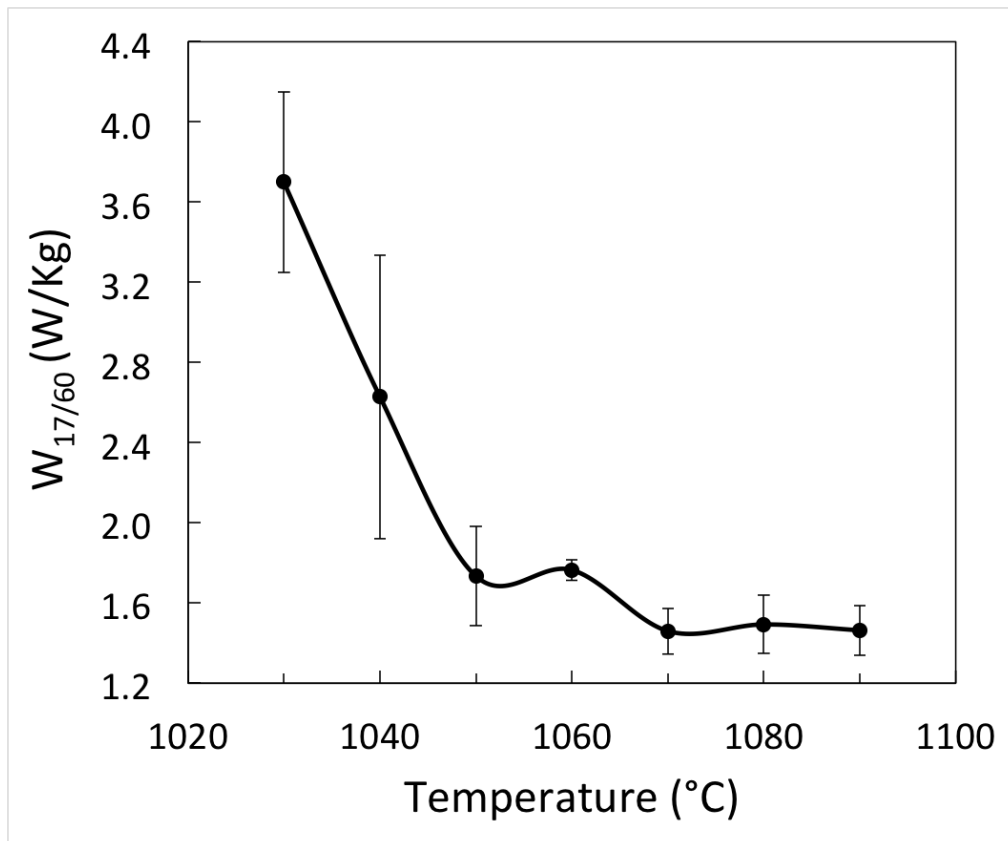


Figura 5.7 - Evolução de perda magnética (W/kg) em função da temperatura de recozimento com 50h de encharque.

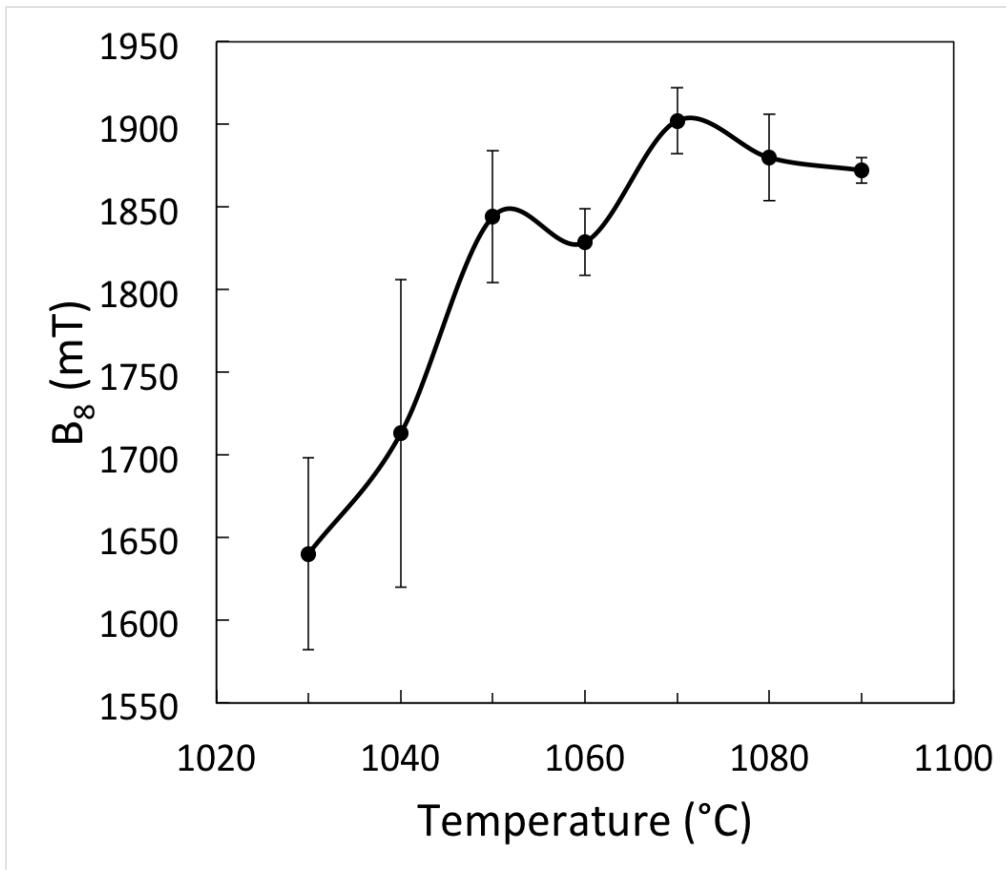


Figura 5.8 - Evolução a indução magnética a 800A/m (B_8) em função da temperatura de recozimento, com 50h de encharque.

A macroestrutura das amostras após o recozimento final com encharque de 50h pode ser observada na Figura 5.9. Quando ocorre um aumento da temperatura de recozimento final de 1030°C para 1050°C, pode ser observada a ocorrência parcial do fenômeno de recristalização secundária, com uma distribuição de tamanho de grão heterogênea (Figura 7a, 7b, 7c). Acima de 1060°C a recristalização secundária é completa e pode-se observar uma distribuição de tamanho de grão homogênea (Figura 7d, 7e, 7f, 7g).

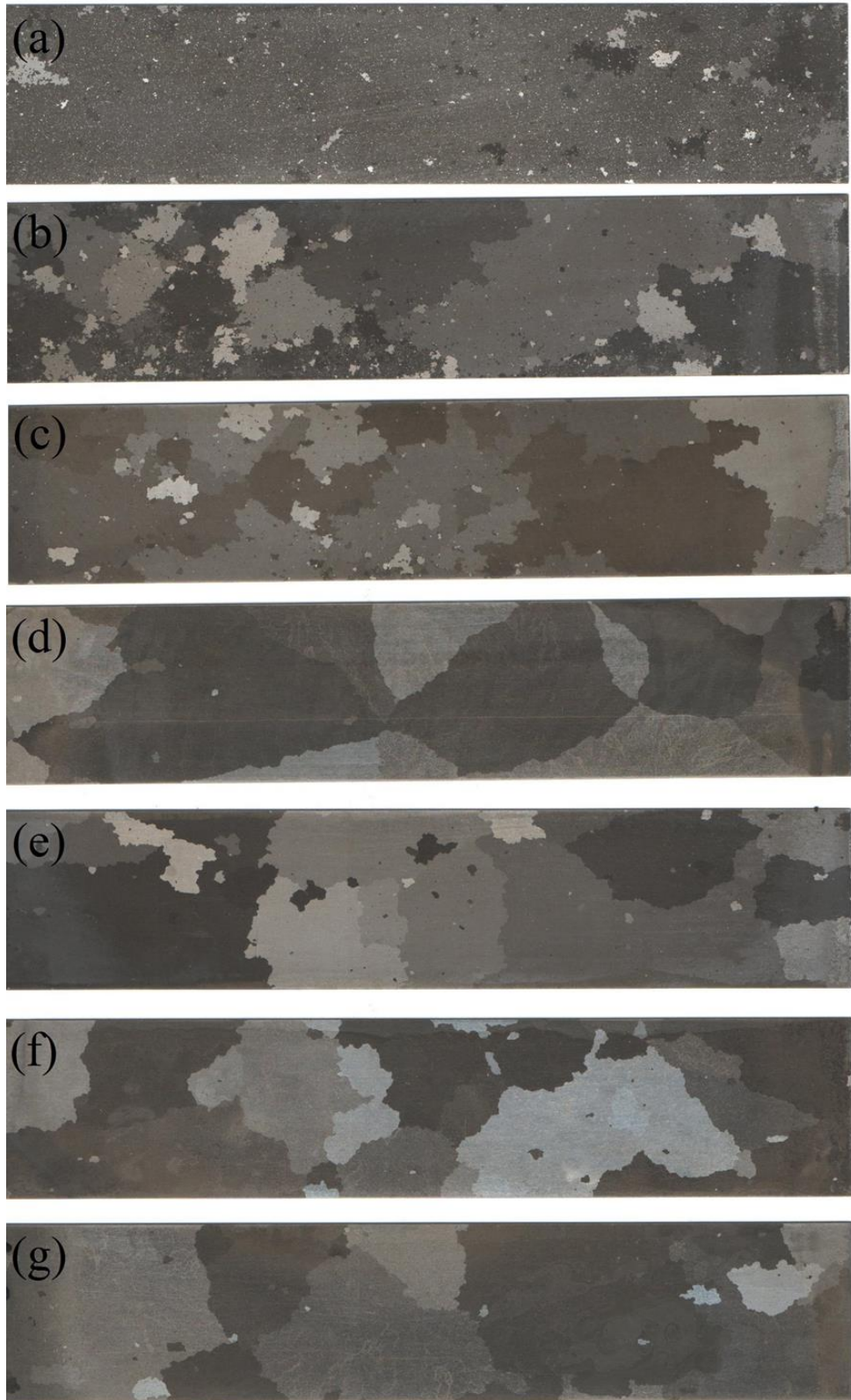


Figura 5.9 – Macrografia das amostras recozidas por 50 horas em diferentes temperaturas:
a) 1030°C, b) 1040°C, c) 1050°C, d) 1060°C, e) 1070°C, f) 1080°C, g) 1090°C.

A porcentagem de grãos com crescimento anormal aumenta de acordo com o aumento de temperatura e alcança 100%, completando a recristalização secundária na temperatura de 1060°C, o que é ilustrado pela Figura 5.10. A porcentagem de grãos anormais foi definida visualmente por método de coincidência de pontos. Um gabarito com 60 pontos foi colocado sobre a amostra e o número de pontos que coincidiam com grãos maiores que o próprio ponto foi dividido pelo número de pontos que coincidia com a área de grãos menores. Desse modo pôde-se obter uma estimativa de fração de grãos anormais.

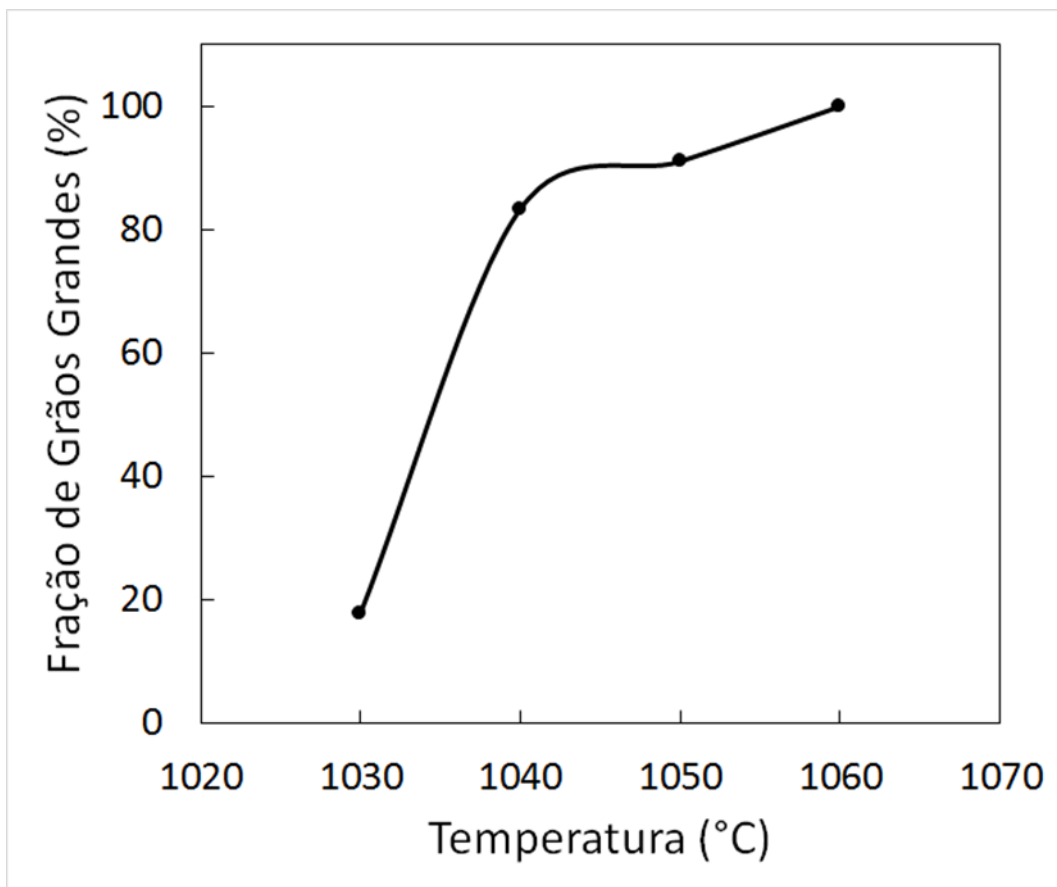


Figura 5.10 - Evolução da fração de grãos grandes verificados na amostra.

No recozimento final por 50 horas, a temperatura de recristalização secundária determinada pela variação do tamanho médio de grão tem o valor de 1060°C, o que corresponde a 100% de grãos crescidos anormalmente. Determinando a temperatura de recristalização secundária por meio dos valores de indução e perda magnética, pode-se observar por meio das Figuras 5.7 e 5.8 que este valor é de 1070°C (T_{rsB}), que corresponde aos maiores valores de indução (B_8) e menores valores de perdas ($W_{17/60}$).

O tamanho médio de grão depois da recristalização secundária no processo de recozimento final foi de 12,62mm e 14,11mm às temperaturas de 1060°C e 1070°C com encharque de 50 horas, respectivamente. O aumento da temperatura de recozimento até 1090°C resultou em um aumento do tamanho médio de grão para 15,1mm, conforme ilustrado na Figura 5.11.

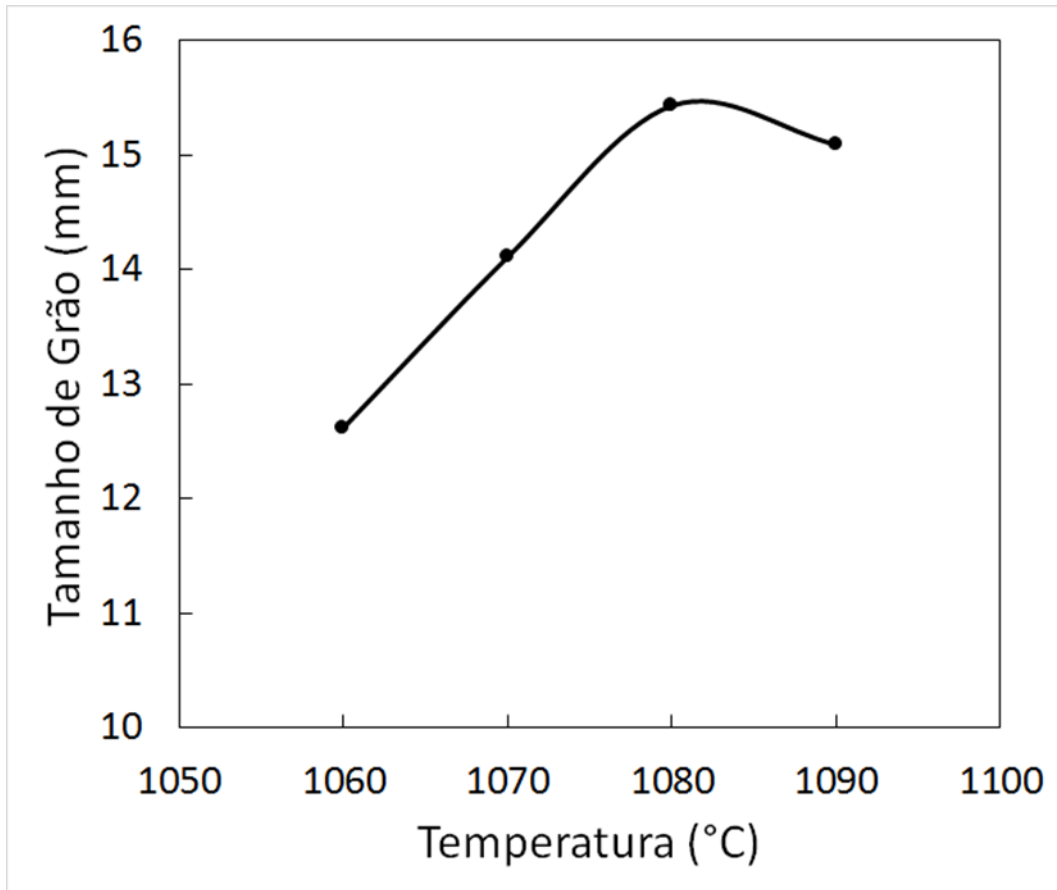


Figura 5.11 - Evolução do tamanho médio de grão com a temperatura de recozimento final e encharque de 50h.

A perda magnética depende da medida de tamanho de grão após recristalização secundária e esse efeito é apenas uma manifestação da movimentação das paredes de domínio magnético. Contornos de grão constituem uma barreira para movimentação das paredes de domínio e o aumento do tamanho de grão ocasiona uma diminuição dos valores de perda magnética até a temperatura de 1070°C. Á partir de 1070°C o aumento do tamanho médio de grão resulta em um aumento dos espaçamentos 180° das paredes de domínio e em um aumento das perdas magnéticas, aparentemente por causa das correntes parasitadas ou de Foucault geradas pelas paredes móveis, como sugerido por Pry e Bean (1958). Uma relação entre as perdas magnéticas e o tamanho de grão pode ser verificada na Figura 5.12 abaixo.

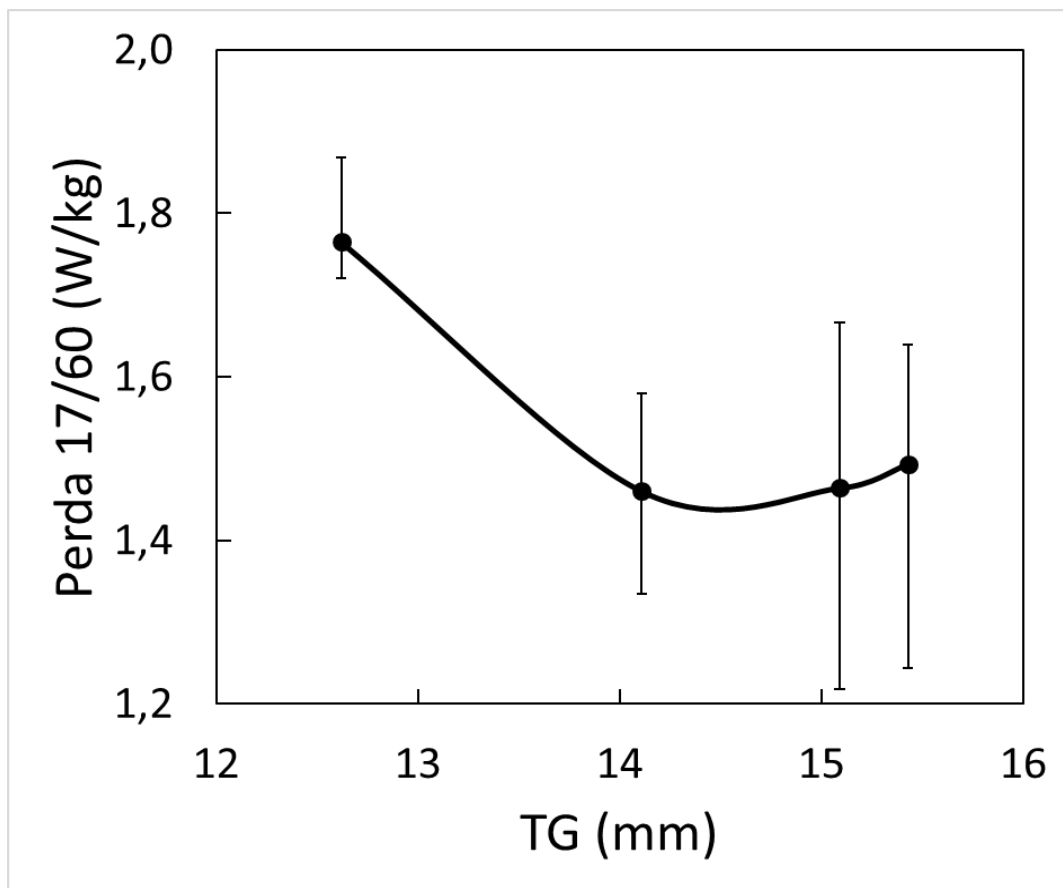


Figura 5.12 – Relação entre perdas magnéticas e tamanho de grão.

Após fim do recozimento, o ângulo de desvio da direção $\langle 100 \rangle$ dos grãos secundários da orientação ideal de Goss pode ser estimado por meio da indução magnética B_8 , quando este valor está próximo da saturação, onde a magnetização depende da rotação de domínios que é mais dependente da orientação cristalina. O aumento da indução magnética de acordo com a temperatura de recozimento até 1070°C (T_{rc}) é associado à porcentagem de grãos anormais, que atinge 100% a 1070°C , o que corresponde ao mínimo desvio da orientação ideal de Goss atingível para essas condições experimentais. Na temperatura de recristalização secundária de 1070°C , a indução magnética foi 1.90T e o desvio médio da orientação de Goss pode ser estimado entre $3-4^\circ$ (Taguchi et al., 1976). Após 1070°C pode-se verificar um pequeno decréscimo de B_8 provavelmente causado pela deterioração da textura causada pela presença de grãos pequenos na estrutura das amostras. Um gráfico correlacionando as perdas magnéticas e a indução B_8 pode ser verificado na Figura 5.13 abaixo.

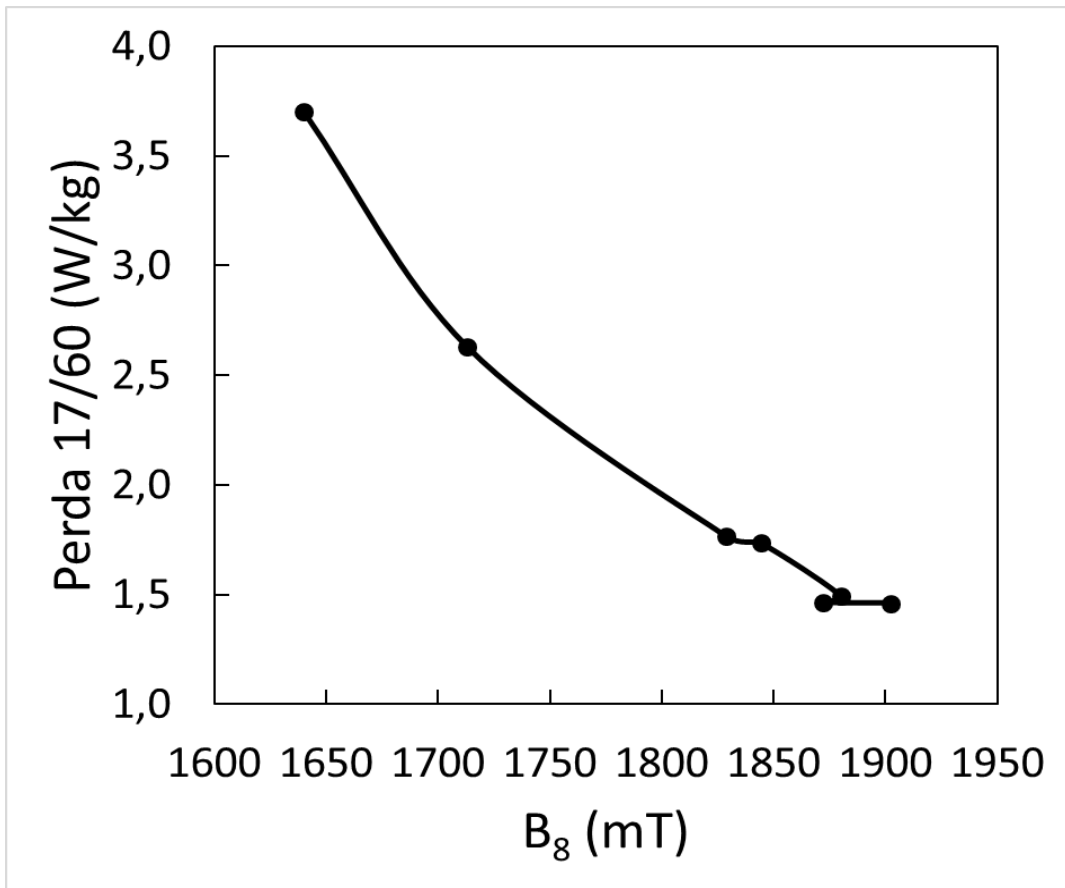


Figura 5.13 – Relação entre perda 17/60 (W/kg) e indução (B₈).

6. CONCLUSÕES

A temperatura de recristalização secundária é um parâmetro de extrema importância no recozimento final de aços elétricos de grão orientado. Os resultados deste trabalho mostram que os valores de temperatura determinados pela medição de tamanho médio de grãos (T_{rsm}) depois de ciclos térmicos interrompidos foi de 1080°C e depois de ciclos térmicos com encharque de 50 horas este valor foi de 1060°C, o que corresponde a completa recristalização secundária (100% de grãos anormais). A temperatura de recristalização secundária determinada pela avaliação de propriedades magnéticas (T_{rsB}) foi de 1070°C, o que corresponde ao máximo valor de indução magnética ($B_8=1.90T$) e ao mínimo valor de perdas magnéticas ($W_{17/60}=1.46W/kg$) após recozimento final com encharque por 50 horas. Estes métodos contribuem de maneira complementar para a determinação da temperatura de recristalização secundária em aços elétricos.

A incidência do fenômeno de crescimento anormal de grãos pode ser verificada a partir da temperatura de 1030°C, porém com grande presença de grãos pequenos, apresentando uma heterogeneidade na estrutura com grãos muito grandes e muito pequenos coexistindo, o que acarreta em valores indesejáveis de propriedades magnéticas se comparadas às visadas para aços elétricos de grão orientado produzidos com baixa temperatura de reaquecimento de placa. Com o aumento da temperatura de tratamento ocorre um aumento na fração de grãos crescidos anormalmente até a temperatura de 1060°C, onde nota-se apenas a presença de grãos muito grandes. Porém os melhores valores de propriedades magnéticas são verificados nos materiais que passaram pelo tratamento térmico com encharque a 1070°C. Não se pode apontar um diâmetro médio de grão ideal pela imprecisão das medições realizadas e pela não uniformidade dos grãos presentes na estrutura. As medições apresentadas foram usadas apenas como base de ordem de grandeza, podendo variar ao longo da amostra.

Conclui-se, portanto, que a temperatura ideal visada para o processo de recozimento final em caixa é de 1070°C, onde o material apresentou melhores valores para as propriedades magnéticas, mesmo não apresentando diferenças significativas na composição química ou nos valores de diâmetro médio de grão para os materiais avaliados em temperaturas próximas.

Sugere-se, para trabalhos futuros, a avaliação da evolução dos precipitados de acordo com a temperatura, bem como a evolução da fração de grãos de Goss na estrutura e do desvio médio da orientação de Goss, fatos que podem explicar porque as amostras submetidas ao tratamento em temperatura de 1070°C apresentaram melhores propriedades que o material submetido a temperaturas maiores.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Alcântara F.L., Barbosa R., Cunha M.A.. Study of aluminum nitride precipitation in Fe- 3%Si steel. *Materials Research*. 2013;16;1039-1044.

Alcântara, F. L. e Cunha, M. A. *Estudo da recristalização secundária do aço silício de grão orientado*. Tecnologia em Metalurgia e Materiais, SP, v.2, n° 3, p.32-26, 2006.

Bohn, F.; Gundel A.; Severino, A. M.; Landgraf, F. J. G.; Sommer, R. L. *Propriedades Magnéticas de aços elétricos de grão não orientado*. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, XVI Cbecimat, 2004, Porto Alegre, RS. Anais 2004.

Campos, M. F. *Microestrutura, Textura e Propriedades Magnéticas em Aços Elétricos*. Tese de doutorado. Universidade de Sao Paulo, Sao Paulo. 2000.

Cesar, M. G. M. M; Paolinelli, S. C.; Alcântara, F.; Cota, A. B. *Effect of the low temperature annealing on primary and secondary structures and magnetic properties of Fe-3% Si*. *Materials Research* (15), v.1, p.1-8, 2012.

Chang SK, Hong BD. Secondary recrystallization behavior in 3% Si grain oriented steels. *ISIJ International*. 2004;44;1086–1092.

Cunha, M. A. *Observation of magnetic domains in 6,06 % Si-Fe by Lorentz microscopy*. *Journal of Materials Science*, v.26, p. 5717-5724, 1991.

Cullity, B. D. *Introduction to magnetic materials*. New York: Addison-Wesley, 1972.

Goss, NP. Electrical sheet and method and apparatus for its manufacture and test. U.S. Patent 1965559, 1934.

Halliday, D.; Resnick, R.; Walker, J. *Fundamentos de Física*. Rio de Janeiro: LTC – Livros Tecnicos e Cientificos Editora S.A., 1993. 350p.

Jacobovics, J. P. *Magnetism and Magnetic Materials*. London: The Institute of Metals, 1987. 138p.

Kumano T, Haratani T, Fujii N. Effect of nitriding on grain oriented silicon steel bearing aluminum. *ISIJ International*. 2005;45;95–100.

Kumano T, Ohata Y, Fujii N, Ushigami Y, Takeshita T. Effect of nitriding on grain oriented silicon steel bearing aluminium (the second study). *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2006;304:e602–e607.

Kuroki, K.; Wada, T.; Nakashima, S. *Grain-Oriented Electromagnetic Steel Sheet*. US Patent 4 863 532, 1989.

Landgraf F.; Paolinelli S.; Cunha M.; Campos M. *Texture Optimization in Non-Oriented Electrical Steels: The Role of the Goss Texture Component*. *Materials Science Forum*. vol. 495-497, pp. 543-554, 2005;

Liao CC, Hou CK. Effect of nitriding time on secondary recrystallization behaviors and magnetic properties of grain-oriented electrical steel. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2010;322;434–442.

Ling, C.; Qiu, S.; Xiang, L.; Gan, Y. *The Relationship Between Inhibitors and Secondary Recrystallization Characteristics of High Permeability Grain-Oriented Electrical Steel*. *J Supercond Nov Magn*, 2014.

Littmann, M. F. *Iron and Silicon-iron alloys*. *IEEE Transactions on Magnetics*, v.7, n°1, pp. 48-60, 1971.

Littmann, M. F. *Core loss of grain oriented 3% silicon-iron at high induction*. *AIP Conference Proceedings*, v. 24, pp.721-723, 1975.

Matsuo M. *Texture Control in the Production of Grain Oriented Silicon Steels*, *ISIJ International*. vol. 29, pp. 809-827,1989;

Pry RH, Bean CP. Calculation of the energy in magnetic sheet materials using a domain model, *Journal of Applied Physics*. 1958;29;532-533.

Ruiz D.; Wulf M.; Venberghe R. E. *Magnetic Properties of High Si Steel with Variable Ordering Obtained through Thermomechanical Processing*. *Journal of Applied Physics*, v. 93, number 10, 2003;

Taguchi S.; Sakakura A.; Takashima H. *Process for Producing Single-Oriented Silicon Steel Sheets Having a High Magnetic Induction*, US Patent 3 287 183, 1966;

Taguchi, S. *Review of the Recent Development of Electrical Sheet Steel in Japan.* Transactions ISIJ, v.17, n.10, p.605- 615, 1977.

Taguchi, S.; Sakakura, A.; Matsumoto, F.; Takashima K., Kuroki, K., *The recent development of grain oriented silicon steel with high permeability.* Journal of Magnetism and Magnetic Materials 2, 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

Takahashi N, Harase J. Recent development of technology of grain oriented silicon steel. Materials Science Forum. 1996;204–206;143–145.

Tsai MC, Hwang YS. The quenching effects of hot band annealing on grain-oriented electrical steel. Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2010;322; 2690–2695.

Xia Z, Kang Y, Wang Q. Developments in the production of grain-oriented electrical steel. Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2008;320(23);3229–3233.