

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Dissertação de Mestrado

“Efeito do envelhecimento entre passes durante a laminação a frio sobre as propriedades magnéticas do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade”

Autor: Dirceni de Souza Costa Amorim
Orientador: Prof. Dra. Berenice Mendonça Gonzalez
Co-orientador: Prof. Dr. Marco Antônio da Cunha

Setembro / 2012

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Dirceni de Souza Costa Amorim

EFEITO DO ENVELHECIMENTO ENTRE PASSES DURANTE A LAMINAÇÃO A FRIO SOBRE AS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DO AÇO SILÍCIO DE GRÃO ORIENTADO DE ALTA PERMEABILIDADE.

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais

Área de concentração: Metalurgia Física

Orientador: Prof. Dra. Berenice Mendonça Gonzalez

Co-orientador: Prof. Dr. Marco Antônio da Cunha

Belo Horizonte
Escola de Engenharia da UFMG
Setembro/ 2012

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho, com muito carinho, a minha filha, Ana Paula, que sempre esteve ao meu lado e muitas vezes abriu mão de suas vontades, tendo compreensão nos momentos de ausência para me proporcionar a realização de mais esta etapa da minha vida.

AGRADECIMENTOS

A Deus, que esteve sempre à frente dos meus passos, me fortalecendo e capacitando.

Ao gerente do Centro de Pesquisa da Aperam, Ronaldo Claret, pela oportunidade, pelo apoio, e por acreditar no meu desenvolvimento como pesquisadora.

À professora Berenice Gonzalez pela orientação dedicada, pela disponibilidade e ensinamentos transmitidos.

Ao Professor Marco Antônio da Cunha, pela orientação, direcionamento e ajuda na execução do trabalho.

À minha família, que sempre me apoiou em todos os momentos.

Aos colegas pesquisadores, Fabrício Luiz, Carolina Cesconetto, Leandro Nakamura, José Rogério, Ângelo Fonseca e Sebastião Paolinelli pelas sugestões e discussões enriquecedoras.

Ao Túlio Melo, Fernando Souza e Fabio Murari, do Centro de Pesquisa da Usiminas, pela preparação dos corpos de prova para ensaio de tração.

A todos os técnicos do laboratório do Centro de Pesquisa da Aperam, meu agradecimento especial pela colaboração na realização dos experimentos.

Ao colega Rhelman Rossano, do Instituto Federal de Minas Gerais, pelo apoio a este trabalho com a realização dos ensaios de tração a quente.

Aos colegas, Felipe Cunha e João Henrique Brandão, da UFMG, pela ajuda na realização dos ensaios de tração.

Ao colega Tarcísio Reis, pelos conselhos, incentivo e apoio para realização do mestrado.

À colega Edna Leite pela prontidão em ajudar a providenciar os artigos que foram usados para elaboração da revisão bibliográfica.

A todos que não foram mencionados aqui, mas mesmo assim não deixaram de ser muito importantes na execução deste trabalho.

SUMÁRIO

DEDICATÓRIA.....	ii
AGRADECIMENTOS	iii
ÍNDICE DE FIGURAS	vii
ÍNDICE DE TABELAS	xi
LISTA DE NOTAÇÕES	xii
RESUMO	xiii
ABSTRACT	xiv
1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS	3
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3.1. Aço Silício de Grão Orientado	4
3.1.1. Tecnologia de Produção	6
3.2. Heterogeneidades de Deformação	8
3.2.1. Bandas de Deformação (<i>Deformation Bands</i>).....	8
3.2.2. Bandas de Transição (<i>Transition Bands</i>).....	9
3.2.3. Bandas de Cisalhamento (<i>Shear Bands</i>).....	10
3.3. Evolução da Microestrutura e Textura	10
3.4. Envelhecimento entre Passes de Laminação	18
3.4.1. Efeitos do Envelhecimento entre Passes na Estrutura Deformada	23
3.4.2. Efeitos do Envelhecimento Entre Passes na Recristalização Primária	27
3.5. Envelhecimento Após Deformação.....	30
4. METODOLOGIA.....	34
4.1. Material	34
4.2. Processamento Termomecânico	35

4.2.1. Recozimento da Amostra Laminada a Quente (Recozimento Inicial).....	35
4.2.2. Processamento das Amostras para Avaliação das Propriedades Magnéticas ...	36
4.2.3. Processamento das Amostras para Verificar a Ocorrência de Envelhecimento Após Deformação	38
4.3. Testes Magnéticos	40
4.4. Ensaio de Tração	41
4.5. Caracterização Estrutural	42
5. RESULTADOS	45
5.1. Caracterização Metalográfica da Amostra Laminada a Quente	45
5.2. Ciclo de Recozimento Inicial.....	46
5.3. Textura e Subestrutura Após Laminação a Frio.....	49
5.4. Microestrutura Após Recristalização Primária.....	52
5.5. Envelhecimento Após Deformação.....	56
5.6. Caracterização Após Recozimento Final	59
5.6.1. Propriedades Magnéticas	61
5.6.2. Macrografia	62
6. DISCUSSÃO	65
6.1. Material de Partida	65
6.2. Susceptibilidade ao Envelhecimento Após Deformação	66
6.3. Comportamento da Estrutura de Deformação	68
6.4. Comportamento Após Recristalização Primária.....	70
6.5. Propriedades Magnéticas	74

7. CONCLUSÕES	77
8. CONTRIBUIÇÕES DO TRABALHO	79
9. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	80
10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	81

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 3.1 – Representação da textura de Goss – (110)[001] – que ocorre em aço silício de grão orientado ^[1]	4
Figura 3.2 – Histórico do desenvolvimento da redução das perdas magnéticas em aço silício de grão orientado ^[3]	5
Figura 3.3 – Textura cristalográfica de um monocristal obtido a partir de um aço silício de grão orientado com 3,24 % Si, inicialmente com orientação de Goss, após 89 % de deformação. Mapas de função de distribuição de orientações cristalográficas (FDOC) obtidos a partir de dados de EBSD em seções de $\phi_2=45^\circ$ (a) e $\phi_1=0^\circ$ (b) do espaço de Bunge ^[14]	12
Figura 3.4 – Mapa de orientação cristalográfica mostrando regiões com orientação de Goss dentro de bandas de cisalhamento em um monocristal obtido a partir de um aço silício GO com 3,24 % Si, inicialmente com orientação de Goss, após 89 % de deformação ^[14]	12
Figura 3.5 – Mapas de orientação cristalográfica mostrando regiões com orientação de Goss entre microbandas em um monocristal obtido a partir de um aço silício GO com 3,24 % Si, inicialmente com orientação de Goss, após 89 % de deformação ^[14]	13
Figura 3.6 – Micrografia eletrônica de varredura da estrutura do cristal A ^[17]	14
Figura 3.7 – Micrografia eletrônica de varredura da estrutura dos cristais parcialmente recristalizados. (a) cristal A e (b) cristal B ^[17]	15
Figura 3.8 – Micrografia realizada por microscopia eletrônica de varredura no cristal B e figura de polo inversa mostrando a orientação do grãos indicados ^[17]	16
Figura 3.9 – Aço silício de grão orientado processado industrialmente. (a) Microestrutura com bandas de cisalhamento características. Mapa de padrão de qualidade EBSD, e (b) Mapa de orientação cristalográfica. Áreas com orientação de Goss ocorrendo somente próximo de áreas com orientação $\{111\}\langle 112 \rangle$ ^[19]	17
Figura 3.10 - Tamanho de grão após recristalização secundária e propriedades magnéticas em função do número de tratamento de envelhecimento entre passes de laminação ^[22]	19
Figura 3.11 – Relação entre a temperatura de envelhecimento entre passes e a densidade de fluxo magnético ^[23]	21
Figura 3.12 – Relação entre a duração do envelhecimento entre passes e a densidade de fluxo magnético ^[23]	21

Figura 3.13 – Modelo esquemático de bandas de cisalhamento ocorrendo perpendicularmente a direção de laminação ^[21] .	24
Figura 3.14 – Limite de resistência a tração de chapas laminadas a frio em função da temperatura de envelhecimento ^[27] .	25
Figura 3.15 – Microscopia eletrônica de transmissão mostrando a subestrutura das deslocações na chapa laminada a frio ^[27] .	26
Figura 3.16 – Variação da textura de recristalização primária com a temperatura de envelhecimento entre passes ^[27] .	28
Figura 3.17 – Tamanho de grão na recristalização primária ^[27] .	29
Figura 3.18 – Tamanho de grão após recristalização primária em função do número de tratamento de envelhecimento entre passes de laminação ^[22] .	29
Figura 3.19 – Efeito do envelhecimento por deformação estático na curva tensão x deformação de ferro contendo solutos intersticiais: ΔY = mudança no limite de escoamento devido ao envelhecimento; e_L = deformação de Luders após o envelhecimento por deformação; ΔU = aumento no limite de resistência a tração e $\Delta \epsilon$ = redução no alongamento devido ao envelhecimento por deformação ^[29] .	32
Figura 3.20 – Efeitos do envelhecimento após deformação na curva tensão x deformação da chapa laminada a quente e recozida ^[21] .	33
Figura 4.1 – Representação esquemática da amostragem.	34
Figura 4.2 – Fluxograma para o tratamento de envelhecimento após deformação.	38
Figura 4.3 – Corpo de prova para ensaio de tração.	41
Figura 5.1 - Micrografia da amostra laminada a quente. Seção paralela à direção de laminação. Ataque nital 5 %. Fotografado com 100 X.	45
Figura 5.2 - Micrografia da amostra laminada a quente. Seção paralela à direção de laminação. Ataque nital 5 %. (a) Via microscopia ótica, fotografado com 1000 X; (b) via MEV, fotografado com 10000 X.	46
Figura 5.3 - Ciclo de recozimento da amostra laminada a quente.	47
Figura 5.4 - Micrografia da amostra após recozimento inicial. Seção paralela à direção de laminação. Ataque nital 5 %. Fotografado com 100 X.	47
Figura 5.5 - Micrografia da amostra após recozimento inicial. Seção paralela à direção de laminação. Ataque com nital 5 %. (a) microscopia ótica, fotografado com 1000 X; (b) microscopia eletrônica de varredura, fotografado com 4000 X.	48

Figura 5.6 – Análise via microscopia eletrônica de transmissão dos carbonetos dispersos na matriz. (a) Imagem campo claro, (b) imagem campo escuro, e (c) análise química via EDS.....	49
Figura 5.7 – Fração volumétrica (110)[001] + {012}<001> após laminação a frio, em função das condições de tratamento de envelhecimento entre passe.....	50
Figura 5.8 – Subestrutura das deslocações. MET, imagens de campo claro.....	51
Figura 5.9 – Tamanho de grão após recristalização primária.	52
Figura 5.10 – Micrografia das amostras após recristalização primária. Seção paralela à direção de laminação. Ataque nital 5 %. Fotografado com 200 X.....	54
Figura 5.11 – Variação na textura de recristalização primária com a temperatura de envelhecimento entre passes.....	55
Figura 5.12 – Variação no limite de escoamento induzido pelo envelhecimento após deformação em função da temperatura envelhecimento entre passes.....	57
Figura 5.13 – Variação no limite de resistência induzido pelo envelhecimento após deformação em função da redução.....	58
Figura 5.14 – Microestrutura do filme de vidro. Fotografado com 1000 X.....	59
Figura 5.15 – Variação da perda magnética em função da temperatura de envelhecimento entre passes de laminação a frio.	61
Figura 5.16 – Variação da indução magnética em função da temperatura de envelhecimento entre passes de laminação a frio.	62
Figura 5.17 – Macroestrutura das amostras após recristalização secundária. Decapagem com HCl 20 %, 60 °C.	63
Figura 5.18 – Tamanho de grão após recristalização secundária em função da temperatura de envelhecimento entre passes.	64
Figura 6.1 - Fração de austenita calculada pelo Thermo-calc.	66
Figura 6.2 - (a) Curvas tensão deformação obtidas usando taxa de deformação	68
Figura 6.3 - Fração volumétrica das orientações (110)[001] e {012}<001> nas amostras após laminação a frio e após recristalização primária em função da temperatura de envelhecimento entre passe de laminação.....	71
Figura 6.4 – Correlação entre variação no limite de resistência e fração volumétrica de Goss após recristalização primária.....	72

Figura 6.5 – Probabilidade de formação de contornos especiais $\Sigma 9$ com a orientação de Goss.....	73
Figura 6.6 – Valores experimentais de perda magnética em função dos valores calculados pela equação 6.1.....	74
Figura 6.7 – Perda magnética em função do tamanho de grão após recristalização secundária.	75
Figura 6.8 – Perda em função da indução magnética.....	76

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 3.1 – Processo de fabricação de aço silício de grão orientado ^[6]	7
Tabela 4.1 – Composição química do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade (% em peso).....	34
Tabela 4.2 – Plano de teste - Tratamento de envelhecimento entre passes.....	37
Tabela 4.3 – Parâmetros para o tratamento de envelhecimento após deformação.	39
Tabela 4.4 – Dimensões do corpo-de-prova para ensaio de tração (mm)	41
Tabela 5.1 – Esquema para cálculo da variação no limite de escoamento.....	56
Tabela 5.2 – Resultados de análise química.	60

LISTA DE NOTAÇÕES

- GO – Grão orientado;
- NSC – *Nippon Steel Corporation*;
- B_8 – Indução magnética medida em um campo de 800A/m;
- CGO – Aço silício de grão orientado convencional;
- Hi-B – Aço silício de grão orientado de alta permeabilidade;
- MnS – Sulfeto de Manganês;
- AlN – Nitreto de Alumínio;
- MnSe – Seleneto de manganês;
- Goss – orientação cristalográfica $\{110\}\langle 001\rangle$;
- FDOC – Função de distribuição de Orientação Cristalográfica;
- EBSD – (*Electron Backscatter Diffraction*) Difração de elétrons retro espalhados;
- CSL – (*coincidence Site Lattice*) Rede de pontos coincidentes;
- BQ – Bobina laminada a quente;
- HCl – Ácido clorídrico;
- MEV – Microscópio eletrônico de varredura;
- MET – Microscópio eletrônico de transmissão;
- EDS – (*Energy Dispersive Spectrometer*) Espectrômetro de energia dispersiva;
- $\Delta\sigma_e$ – Variação no limite de escoamento;
- $\Delta\sigma_R$ – Variação no limite de resistência

RESUMO

Foi estudado o efeito da temperatura de envelhecimento entre passes durante a laminação a frio na estrutura, propriedades magnéticas e propriedades mecânicas em tração de um aço silício de grão orientado de alta permeabilidade. As amostras foram laminadas, em laboratório, para 0,27 mm de espessura em um único estágio de laminação a frio com 88 % de redução. Foram processadas amostras sem tratamento de envelhecimento e envelhecidas entre passes de laminação nas espessuras de 1,00 mm, 0,70 mm e 0,50 mm, durante 10 minutos num intervalo de temperatura de 100 °C a 300 °C. Em seguida as amostras foram processadas até o produto final para possibilitar a determinação das propriedades magnéticas. Para verificar as mudanças nas propriedades mecânicas devidas ao envelhecimento após deformação, as amostras sofreram envelhecimento superposto, após pré-deformação por laminação, na mesma faixa de temperatura do envelhecimento entre passes e então foram submetidas a ensaio de tração nas espessuras de 1,00 mm, 0,70 mm e 0,50 mm. O efeito de envelhecimento após deformação é mais acentuado na espessura de 0,70 mm e a maior variação no limite de escoamento das amostras ocorre para a temperatura de envelhecimento de 200 °C nas três espessuras avaliadas. Nesta temperatura também foi observado a maior fração volumétrica da orientação (110)[001] após recristalização primária, assim como, o menor tamanho de grão após recristalização secundária e conseqüentemente melhor resultado de perda magnética. A indução magnética praticamente não apresentou alterações indicando que a textura não foi afetada pelo tratamento de envelhecimento entre passes de laminação.

ABSTRACT

The effects of inter-pass ageing temperature during cold rolling on structure, magnetic properties and mechanical properties of high permeability grain oriented electrical steel was studied. The samples were processed in a single-stage cold rolling to 0.27 mm thickness, with 88 % reduction, without and with inter-pass ageing treatment in the temperature range of 100~300 °C for 10 minutes at intermediate gauges of 1.0 mm, 0.7 mm and 0.5 mm in order to determine the magnetic properties. To determine the changes in mechanical properties due to strain ageing, the samples underwent overlapped ageing, after pre-strain by rolling, under the same conditions of inter-pass ageing and then were subjected to tensile test in thicknesses of 1.0 mm, 0.7 mm and 0.5 mm. The effect of strain ageing was more pronounced in the thickness of 0.7 mm and the largest variation in yield strength was at 200 °C in all evaluated thicknesses. At this temperature the largest amount of (110)[001] orientation after primary recrystallization was also observed, as well as the smallest final grain size and consequently the best results of core loss. The magnetic induction had almost no alterations, indicating that the texture was not affected by inter-pass ageing treatment.

1. INTRODUÇÃO

O crescente apelo mundial pela conservação de energia torna os materiais magnéticos uma classe nobre de produtos. O aço silício de grão orientado é um material magnético macio que é utilizado principalmente na fabricação de núcleo de transformadores. Suas propriedades magnéticas estão relacionadas com a forte textura $\{110\}\{001\}$, chamada textura de Goss.

A orientação de Goss é desenvolvida devido ao crescimento anormal de grãos (recristalização secundária) durante o recozimento a altas temperaturas na etapa final da produção industrial. Para tanto, um componente menor desta textura deve estar presente na matriz de grãos recristalizados primariamente para originar os grãos com textura de Goss na recristalização secundária.

Existem dois tipos de aço silício de grão orientado: aço silício de grão orientado convencional (CGO) e aço silício de grão orientado de alta permeabilidade (Hi-B), que diferem no grau de orientação final.

A principal inovação introduzida no processo de produção do Hi-B, comparada com o CGO, é o alto grau de redução a frio em um único estágio de laminação e o uso de nitreto de alumínio além do sulfeto de manganês como inibidores do crescimento de grão durante a recristalização primária.

Uma característica importante, que determina a qualidade desses aços, é a densidade de fluxo magnético medida em um campo magnético com intensidade de 800 A/m, numericamente expressa pelo parâmetro B_8 . O aço CGO apresenta valor de B_8 na faixa de 1850 mT enquanto o aço Hi-B apresenta valores superiores a 1900 mT. A perda magnética, medida em condições de teste padronizadas e expressa em W/kg, também é uma característica importante.

Atualmente estudos têm sido direcionados no sentido da redução do consumo de energia elétrica através do aumento do rendimento energético de máquinas elétricas. Um dos meios disponíveis para aumentar o rendimento energético é utilizar classes mais nobres de aços, que apresentem melhores propriedades magnéticas, na confecção dos núcleos dos equipamentos elétricos.

Na produção de aço silício de grão orientado de alta permeabilidade, melhores propriedades magnéticas são obtidas através da realização de tratamento de envelhecimento entre passes durante a laminação a frio.

O envelhecimento entre passes, através dos efeitos de envelhecimento após deformação, exerce influência na deformação plástica devido ao ancoramento das deslocações geradas na laminação a frio por átomos de carbono e nitrogênio em solução. Este fato favorece a ocorrência de bandas de cisalhamento na laminação a frio.

Grãos com orientação de Goss nucleiam em bandas de cisalhamento, o que faz com que aumente o desenvolvimento desta componente na textura de recristalização primária, refinando o tamanho de grão após recristalização secundária e assegurando alto desempenho do produto final, devido a diminuição da perda magnética.

Neste trabalho a variação das propriedades magnéticas do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade, após seu processamento variando a temperatura de envelhecimento entre passes de laminação a frio é relacionada com a microestrutura, textura e alterações nas propriedades mecânicas devidas ao tratamento de envelhecimento após deformação realizado nas amostras após pré deformação por laminação.

2. OBJETIVOS

Este trabalho tem como objetivo geral estabelecer o efeito do envelhecimento entre passes de laminação a frio nas propriedades magnéticas de um aço silício de grão orientado de alta permeabilidade, produzido pela Aperam South America, e correlacionar este efeito com a variação nas propriedades mecânicas do aço devidas ao envelhecimento após deformação.

Os objetivos específicos são:

- Determinar a influência da temperatura de envelhecimento entre passes de laminação a frio nas propriedades magnéticas do aço, após a etapa de recozimento final, através dos resultados de perda e indução magnética.
- Identificar o efeito da temperatura de envelhecimento após pré-deformação por laminação, nas propriedades mecânicas em tração do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade.
- Avaliar a influência da temperatura de envelhecimento entre passes de laminação a frio na microestrutura e textura do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade, visando otimizar as propriedades magnéticas .

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Aço Silício de Grão Orientado

Os aços silício de grão orientado (GO) são aços que contém em torno de 3 % de silício e baixos teores de elementos residuais. Sua estrutura cristalina possui uma orientação cristalográfica definida, facilitando a passagem do fluxo magnético por uma direção preferencial coincidente com a direção de laminação. Devido a isto as propriedades magnéticas são excelentes nessa direção.

No aço silício de grão orientado quase a totalidade dos grãos tem seu plano (110) paralelo à superfície da chapa, e a direção [100] paralela à direção de laminação: é a textura cubo na aresta, também chamada de textura de Goss. A Figura 3.1 ilustra a textura de Goss^[1].

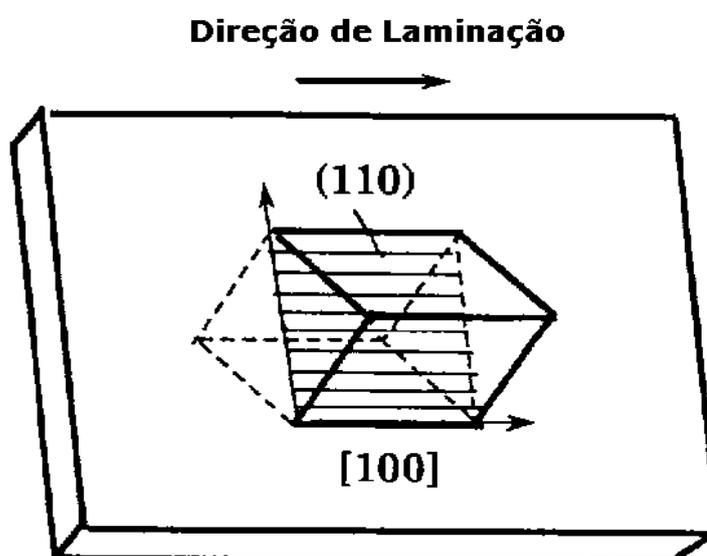


Figura 3.1 – Representação da textura de Goss – (110)[001] – que ocorre em aços silício de grão orientado^[1].

A orientação de Goss é importante na fabricação de núcleo de transformadores, principal aplicação do aço silício de grão orientado, pois se pode posicionar a tira de tal forma a coincidir a direção de laminação, que é paralela à direção [001] (direção de

fácil magnetização do ferro), com a direção do fluxo magnético, obtendo-se assim excelente resultado de propriedades magnéticas.

O aço silício de grão orientado apresenta baixos valores de perda magnética e alta indução magnética. A perda magnética típica é fator de comparação entre os diversos fabricantes e reflete o avanço tecnológico de cada um^[2].

Nos últimos 80 anos, as propriedades do aço silício de grão orientado têm melhorado continuamente. A Figura 3.2 apresenta o desenvolvimento histórico da redução das perdas magnéticas^[3].

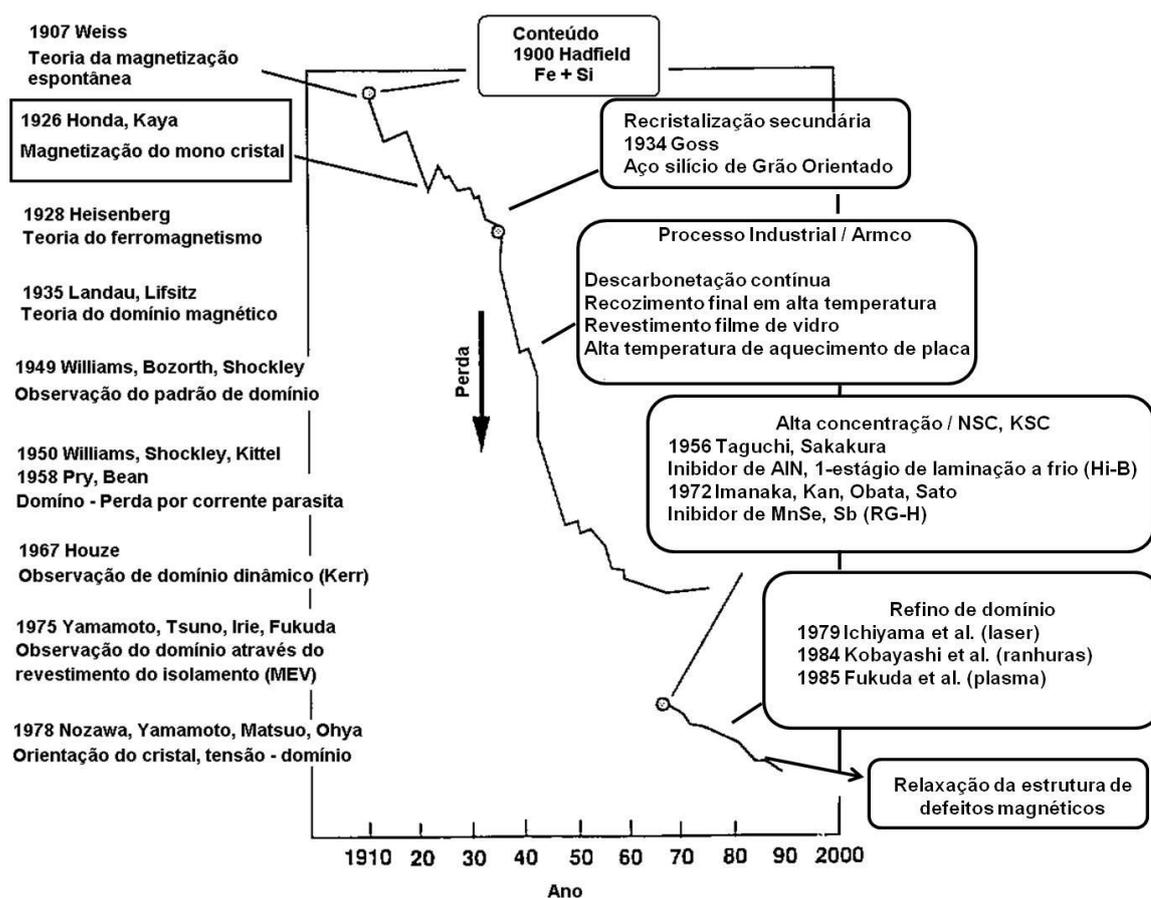


Figura 3.2 – Histórico do desenvolvimento da redução das perdas magnéticas em aço silício de grão orientado^[3].

As perdas magnéticas de produtos de fabricantes importantes reduziram a menos de um terço desde 1953. A descoberta mais importante foi a produção de um tipo de aço silício de grão orientado com alta permeabilidade pela *Nippon Steel Corporation* (NSC) em 1968, que foi nomeado Hi-B^[4]. O alinhamento da orientação de Goss, {110}<001>, foi melhorado de 7° para 3° e a densidade de fluxo magnético (B_8) de 1,82 T para 1,92 T, que diminui a perda por histerese em cerca de 0,19 W/kg em 1,7 T, 50 Hz. Em 1973 a Kawasaki Steel desenvolveu um aço similar chamado de RG-H^[5].

Desde então o aço silício de grão orientado é classificado em dois tipos: aço silício de grão orientado convencional (CGO) e aço silício de grão orientado de alta permeabilidade (Hi-B).

3.1.1. Tecnologia de Produção

O aço silício de grão orientado convencional utiliza sulfeto de manganês (MnS) como inibidor de crescimento de grão. Seu processo de produção requer uma temperatura de reaquecimento de placa acima de 1320 °C, de modo a dissolver todo MnS, e laminação a frio em dois estágios com um recozimento intermediário. A chapa laminada a frio é recozida em atmosfera úmida para descarbonetar, ficando com carbono abaixo de 0,003 %, e ao mesmo tempo formar a textura de recristalização primária. A chapa de aço é revestida com magnésia e submetida ao recozimento final em caixa em atmosfera de hidrogênio seco a 1200 °C.

Durante o recozimento em caixa para desenvolvimento da orientação preferencial {110}<001>, as impurezas são removidas e os precipitados inibidores de crescimento de grão são dissolvidos e os elementos que os formam absorvidos no filme de vidro (Mg_2SiO_4) formado na superfície pela reação com a magnésia. Parte do S presente no MnS sai combinado com o H_2 da atmosfera do forno formando H_2S .

Três tecnologias de produção do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade têm sido desenvolvidas comercialmente. A Tabela 3.1^[6] mostra a comparação destas tecnologias com o CGO.

Tabela 3.1 – Processo de fabricação de aço silício de grão orientado^[6].

Convencional	Alta permeabilidade		
	Tecnologia nº 1	Tecnologia nº 2	Tecnologia nº 3
Fabricação do aço - Inibidor (MnS)	Fabricação do aço - Inibidor (AlN + MnS)	Fabricação do aço - Inibidor (MnSe + Sb + Mo)	Fabricação do aço - Inibidor (B + N + S or Se)
Laminação a quente - Reaquecimento de placa (1593K)	Laminação a quente - Reaquecimento de placa (1633K)	Laminação a frio - Reaquecimento de placa (1593K)	Laminação a quente - Reaquecimento de placa (1523K)
Recozimento BQ (1073-1273K)	Recozimento BQ (1373K)	Recozimento da BQ (1173K)	Recozimento da BQ (1148 – 1298K)
Primeira laminação a frio (70%)	Laminação a frio (87%)	Primeira laminação a frio	Laminação a frio (80%)
Recozimento intermediário (1073 a 1273K)		Recozimento intermediário	
Segunda laminação a frio (55%)		Segunda laminação a frio (65%)	
Descarbonetação (1073K atm. Úmida H ₂ + N ₂)	Descarbonetação	Descarbonetação	Descarbonetação
Recozimento final (1473K atm. Seca H ₂)	Recozimento final (1473K)	Recozimento final (1093-1173K, atm. Seca H ₂)	Recozimento final (1473K)

A primeira tecnologia de produção do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade difere do processo convencional em dois importantes pontos: o uso de nitreto de alumínio (AlN) em adição ao MnS como inibidor do crescimento de grão e um único estágio de laminação a frio com pesada redução, aproximadamente 87 %. Na segunda tecnologia, antimônio ou molibdênio são adicionados junto com seleneto de manganês (MnSe) como inibidor e dois estágios de laminação a frio são usados, com uma redução de 65 % no último estágio em vez dos 55 % no processo convencional. A terceira tecnologia difere da primeira pelo uso de boro e nitrogênio junto com o enxofre e selênio como inibidor do crescimento de grão.

A tecnologia para preparação dos inibidores é a mesma, ou seja, para obter uma fina dispersão dos precipitados que inibem o crescimento de grão, a temperatura de reaquecimento da placa na laminação a quente precisa ser maior que a temperatura de solubilização dos mesmos, > 1300 °C. Estes inibidores, chamados de inibidores inerentes, são adicionados na aciaria.

Recentemente a NSC desenvolveu um método chamado inibidor adquirido, no qual a temperatura de reaquecimento de placa é menor, em torno de 1100 °C – 1200 °C. Os inibidores são formados através da presença de elementos vindos da aciaria e parte na etapa de recozimento e descarbonetação, na qual se utiliza atmosfera de amônia (NH₃), para nitretar o aço^[7].

Dependendo da diferença de redução na laminação a frio final, as orientações {110}{001} e {111}{112} são as principais componentes de textura de recristalização primária no processo do CGO. Por outro lado, a orientação {110}{001} é a componente minoritária e {111}{112} é a componente de maior ocorrência no

processo do Hi-B^[8,9]. Essa significativa diferença na textura de recristalização primária pode produzir diferente progresso na textura de recristalização secundária^[9].

3.2. Heterogeneidades de Deformação

Em policristais a deformação plástica é inerentemente heterogênea, ou seja, varia de grão para grão e mesmo em um único grão. Heterogeneidades desse tipo contribuem para a inabilidade de prever o comportamento do encruamento e das mudanças de orientação durante a deformação^[10].

As heterogeneidades de deformação são de grande importância no estudo da recristalização e da evolução da textura cristalográfica em chapas laminadas a frio e recozidas, pois conduzem a texturas cristalográficas de recristalização típicas de cada fonte de nucleação. A literatura neste assunto é bastante vasta, no entanto, vale ressaltar que uma das grandes dificuldades encontradas ao se estudar as heterogeneidades da deformação plástica diz respeito à variedade de nomenclaturas empregadas por diversos autores. Não há um consenso em relação aos termos encontrados na literatura^[11].

A seguir será dada uma breve definição dos conceitos pertinentes à discussão sobre heterogeneidades de deformação que serão abordados neste trabalho.

3.2.1. Bandas de Deformação (*Deformation Bands*)

O termo banda de deformação é usado para descrever um volume de orientação aproximadamente constante, que esta significativamente diferente da orientação presente em outro lugar no mesmo grão, mas não chega a criar um contorno^[11]. A diferença de orientação dentro do grão ocorre quando partes dele sofreram rotações em sentidos opostos durante a deformação plástica em sistemas de deslizamento diferentes. As bandas de deformação são uma consequência inevitável da deformação de policristais e são facilmente identificadas ao microscópio ótico^[10].

As bandas de deformação também podem surgir quando há heterogeneidades na tensão transmitida pelos grãos vizinhos. Um menor número de sistemas de deslizamento é necessário para acomodar a mudança de formato dos grãos, portanto, menos energia é necessária para a formação destas bandas do que para deformação homogênea^[11].

A ocorrência de bandas de deformação é dependente da microestrutura e das condições de deformação. A orientação do grão é um fator importante na determinação se o grão irá deformar homogeneamente ou se fragmentar através de bandas de deformação. O tamanho de grão inicial é de grande importância, pois a ocorrência de bandas de deformação é maior em grãos grosseiros. O número de bandas de deformação por grão é proporcional à raiz quadrada do tamanho de grão^[11].

3.2.2. Bandas de Transição (*Transition Bands*)

As bandas de transição são estruturas de deslocações que delimitam a fronteira entre duas bandas de deformação (ou mesmo de dobramento) e são caracterizadas por uma mudança abrupta de orientação. Uma banda de transição desenvolve-se quando volumes vizinhos de um mesmo grão deformam-se pela ação de diferentes sistemas de deslizamento levando a orientações finais distintas. Este tipo de heterogeneidade desempenha um importante papel na nucleação de novos grãos na recristalização^[11,12].

As bandas de transição são formadas por arranjos densos de discordâncias geometricamente necessários de modo a acomodar a elevada diferença de orientação entre regiões vizinhas. As células de deformação dentro da banda de transição são menores e tendem a tornar-se mais alongadas com o aumento da deformação. As bandas de transição tem natureza planar (bidimensional) e estão confinadas no interior dos grãos, não ultrapassando seus contornos^[11,12].

3.2.3. Bandas de Cisalhamento (*Shear Bands*)

Bandas de cisalhamento correspondem à regiões estreitas de intenso cisalhamento, formadas por células muito finas e alongadas. Elas ocorrem independentes da estrutura do grão e de sua orientação cristalográfica, porém são mais frequentes em metais altamente deformados a frio e com grãos grosseiros. Em materiais laminados, as bandas de cisalhamento ocorrem tipicamente a 35° da direção de laminação. Estas bandas podem ultrapassar diversos grãos através da amostra^[11]. No caso da laminação de monocristais de Fe-3 %Si com orientação (111)[11 $\bar{2}$], as bandas de cisalhamento formam-se com 28 % de redução, num ângulo de aproximadamente 30° com a direção de laminação^[13].

3.3. Evolução da Microestrutura e Textura

Observação da estrutura deformada e do processo de nucleação por microscopia eletrônica de transmissão mostrou que a microestrutura resultante da deformação tem uma influencia decisiva na cinética de recristalização primária e na evolução microestrutural e textura de recristalização. Tornou-se amplamente aceito que grãos recristalizados têm sua origem em heterogeneidades da microestrutura introduzidas por deformação^[14]. Grãos recristalizados nucleiam preferencialmente em regiões da matriz onde o gradiente de orientação e deformação são grandes^[6].

O conhecimento da natureza e mecanismo de formação de estruturas deformadas pode ser uma base para o entendimento das mudanças microestruturais e de textura do estado deformado para o estado recristalizado. Vários tipos de heterogeneidades microestruturais aparecem no estado deformado e são classificadas com base nas suas características morfológicas e orientação topográfica^[15,16]. Bandas de transição e bandas de cisalhamento são heterogeneidades microestruturais importantes no controle de textura de aço silício de grão orientado.

A textura de recristalização primária de monocristais de ferro silício geralmente contem componentes derivados de cristais deformados pela rotação de 25° a 30° em torno do eixo comum $\langle 110 \rangle$. Em particular, um cristal mostrando uma textura de deformação $\{111\}\langle 112 \rangle$ recristaliza para uma orientação preferencial $\{110\}\langle 001 \rangle$ pela rotação em

torno de $\langle 110 \rangle$ paralelo a direção transversal à direção da deformação. Então um cristal com orientação inicial $\{110\}\langle 001 \rangle$, que sofre rotação para $\{111\}\langle 112 \rangle$ na deformação, recristaliza e retorna a sua orientação inicial^[6].

Características da recristalização de grãos com orientação de Goss podem ser melhor entendidas com base no comportamento da deformação na laminação a frio de monocristais^[6,17]. Dorner e colaboradores^[14], mostraram a evolução da orientação de Goss durante a laminação a frio de monocristais obtidos a partir de um aço silício de grão orientado com 3,24 % de Si, inicialmente com orientação de Goss. Análises de difração de raios-x e EBSD (*Electron Backscatter Diffraction*) de alta resolução mostraram que na laminação a frio, a orientação inicial do monocristal rotaciona em duas direções opostas para as duas orientações $\{111\}\langle 112 \rangle$, simetricamente equivalentes. Estas orientações fazem 35° com a direção $\langle 110 \rangle$ do cristal, que é paralela à direção transversal a direção de laminação da chapa. Não somente duas fortes componentes de textura $\{111\}\langle 112 \rangle$ foram observadas, Figura 3.3a, mas as análises de EBSD revelaram que mesmo após severa redução de 89 % uma fraca componente Goss estava presente, Figura 3.3b. Foram descobertos dois tipos de regiões com orientação de Goss. A maioria estava situada dentro de bandas de cisalhamento desenvolvidas nos estágios de laminação, como mostrado na Figura 3.4. Outro tipo de regiões com orientação de Goss foi encontrado entre microbandas, Figura 3.5.

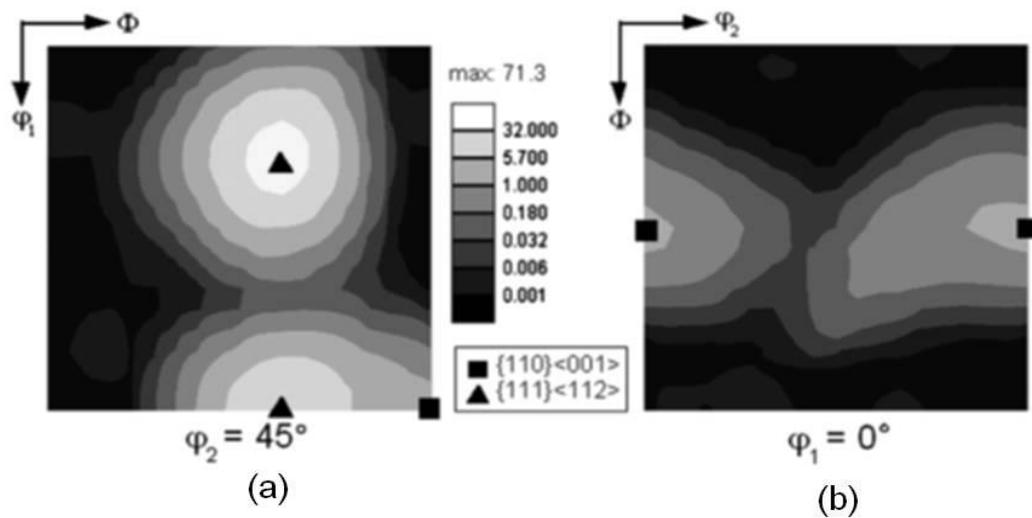


Figura 3.3 – Textura cristalográfica de um monocristal obtido a partir de um aço silício de grão orientado com 3,24 % Si, inicialmente com orientação de Goss, após 89 % de deformação. Mapas de função de distribuição de orientações cristalográficas (FDOC) obtidos a partir de dados de EBSD em seções de $\phi_2=45^\circ$ (a) e $\phi_1=0^\circ$ (b) do espaço de Bunge^[14].

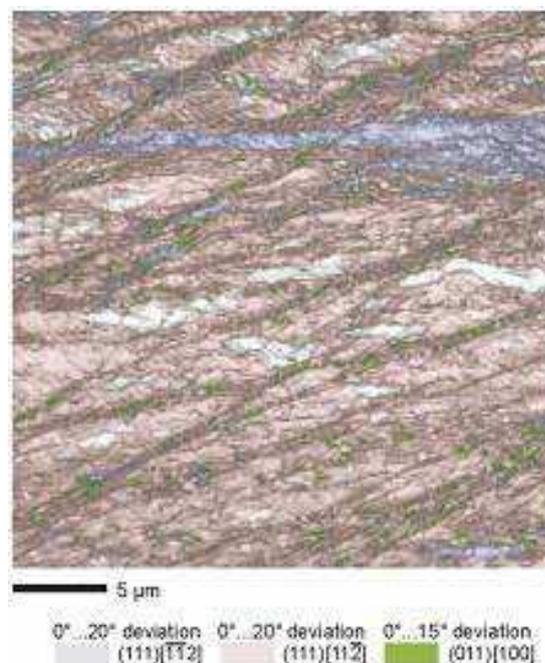


Figura 3.4 – Mapa de orientação cristalográfica mostrando regiões com orientação de Goss dentro de bandas de cisalhamento em um monocristal obtido a partir de um aço silício GO com 3,24 % Si, inicialmente com orientação de Goss, após 89 % de deformação^[14].

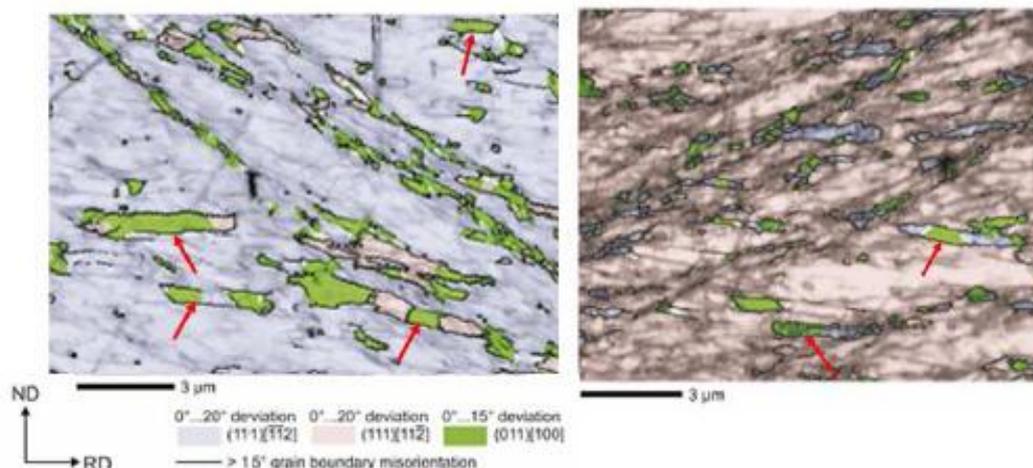


Figura 3.5 – Mapas de orientação cristalográfica mostrando regiões com orientação de Goss entre microbandas em um monocristal obtido a partir de um aço silício GO com 3,24 % Si, inicialmente com orientação de Goss, após 89 % de deformação^[14].

Haratani e colaboradores^[17], estudaram bandas de cisalhamento em monocristais de Fe 3%Si, inicialmente com orientação $(111)[11\bar{2}]$, porque esta orientação está sempre presente na laminação a frio de materiais policristalinos, e ela normalmente transforma para orientação de Goss na recristalização. Um cristal foi preparado com supersaturação de carbono e foi envelhecido entre passes de laminação para dar o máximo impulso na formação de bandas de cisalhamento (cristal A), e outro cristal (B) foi laminado sem nenhuma tentativa para favorecer o envelhecimento por deformação. Análises da microestrutura do cristal A como laminado a frio revelaram uma alta densidade de bandas de cisalhamento na direção diagonal com inclinação positiva e negativa. Figura 3.6^[17]. A quantidade de bandas de cisalhamento no cristal B foi consideravelmente menor que no cristal A, e as bandas só apresentavam inclinação negativa^[17].

Quando os cristais foram recozidos a nucleação começou dentro das bandas de cisalhamento, como pode ser visto na Figura 3.7^[17], que mostra o desenvolvimento da nucleação com o progresso do recozimento. Os grãos que nuclearam dentro das bandas de cisalhamento com inclinação negativa no cristal B são maiores do que aqueles nucleados nas mesmas bandas no cristal A. Esta diferença no comportamento entre os dois cristais é resultado do cisalhamento severo localizado no cristal que sofreu envelhecimento entre passes. A Figura 3.8, mostra a análise de microscopia

eletrônica de varredura do cristal B parcialmente recristalizado, e a orientação de seis grãos recristalizados nas bandas de cisalhamento. Cinco desses grãos estão localizados muito próximos da orientação de Goss. Essa evidência indica diretamente o papel das bandas de cisalhamento no controle da textura de recozimento nesses monocristais pelo seu efeito na nucleação preferencial^[17].

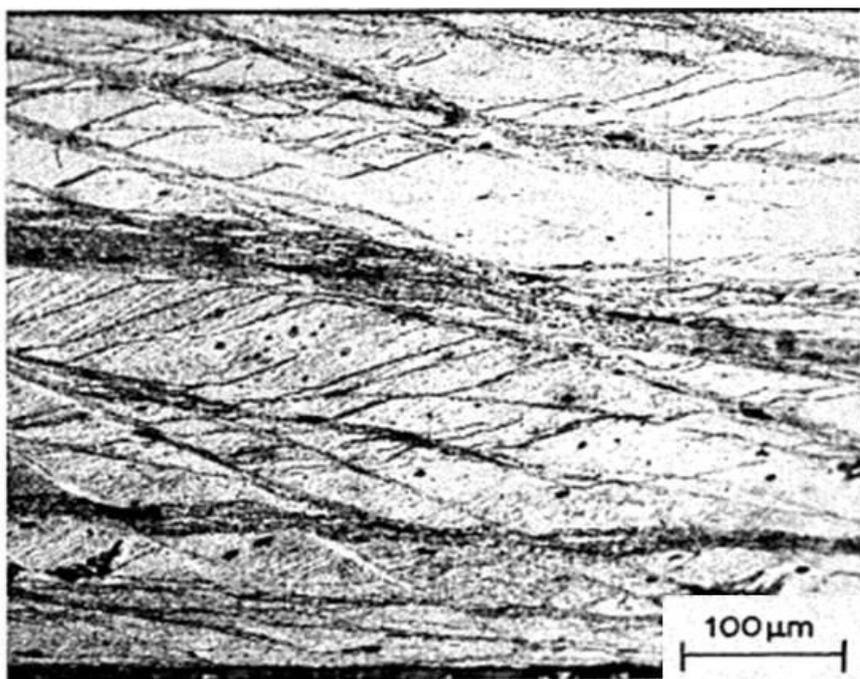
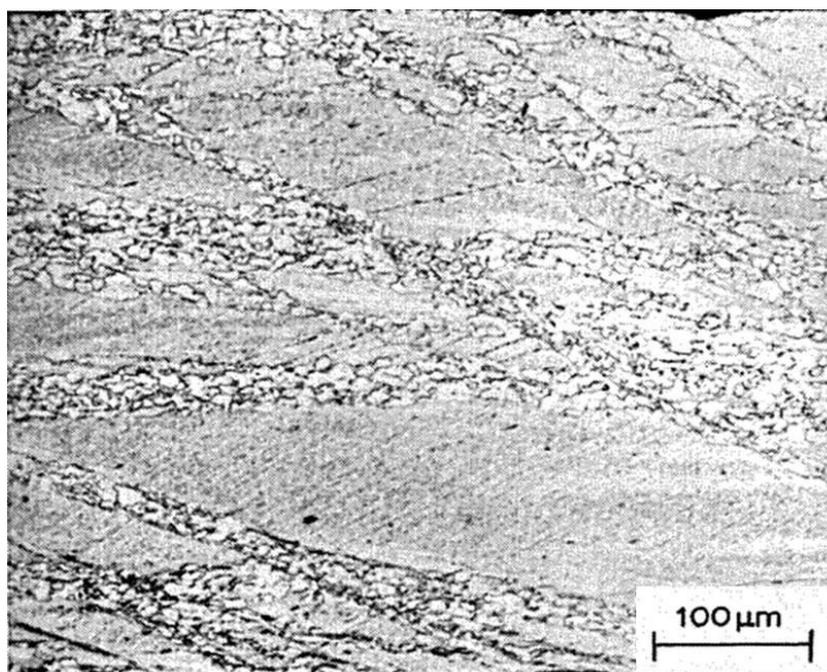
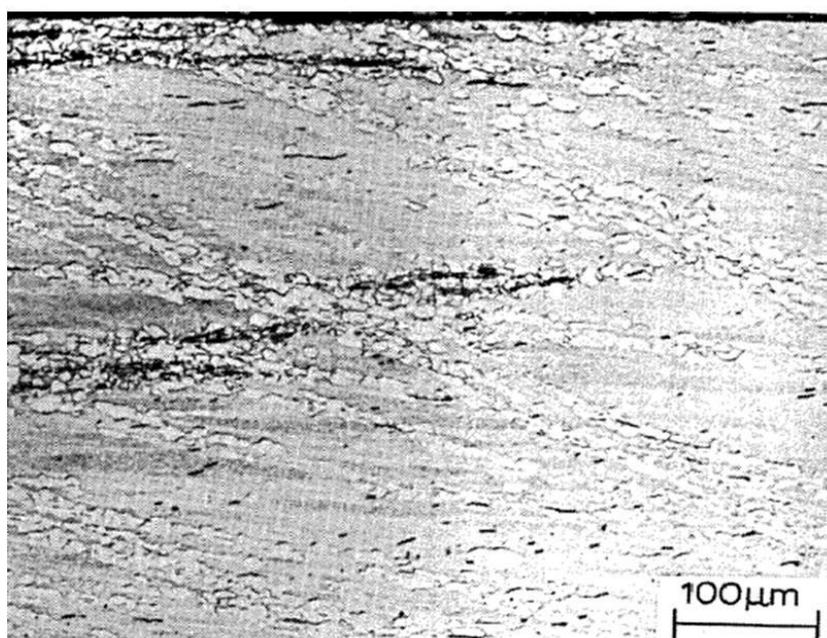


Figura 3.6 – Micrografia eletrônica de varredura da estrutura do cristal A^[17].



(a)



(b)

Figura 3.7 – Micrografia eletrônica de varredura da estrutura dos cristais parcialmente recristalizados. (a) cristal A e (b) cristal B^[17].

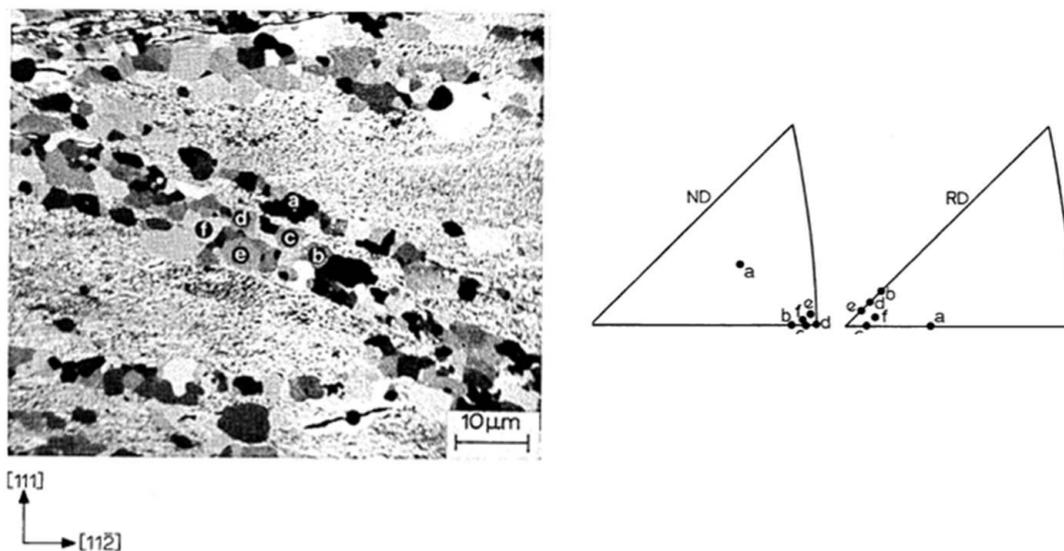


Figura 3.8 – Micrografia realizada por microscopia eletrônica de varredura no cristal B e figura de polo inversa mostrando a orientação dos grãos indicados^[17].

A investigação da evolução microestrutural da orientação de Goss desde a fase de laminação a quente até o recozimento final onde ocorre a recristalização secundária em materiais processados industrialmente é muito difícil, pois os grãos de Goss são muito raros tanto no estado laminado a frio como no estado recristalizado. Os resultados obtidos a partir de monocristais podem ser transferidos para materiais policristalinos para aplicações práticas. A transferência não é sempre válida para textura de recristalização, desde que o comportamento de recristalização de materiais policristalinos e monocristais são similares somente quando a textura de deformação e estrutura da matriz deformada são as mesmas em ambos os materiais. Normalmente o estabelecimento de relação de orientação na recristalização de materiais policristalinos é difícil por causa da complexidade de texturas. Além disso, os efeitos dos contornos de grão agindo como restrição ao deslizamento na deformação deve ser levado em conta, especialmente na formação da textura de Goss em aço silício^[6].

No aço silício de grão orientado a textura de Goss se desenvolve devido ao crescimento anormal de grãos durante o recozimento em altas temperaturas no estágio final da produção industrial. Embora seja uma questão básica, motivo de pesquisas aplicadas há mais de 50 anos, não existe um consenso geral sobre a origem do crescimento anormal de grão com orientação de Goss. É sabido, no entanto, que a herança da orientação de Goss dos primeiros estágios da produção

desempenha um papel importante. Isto foi mostrado por Bottcher e Lucke^[18], que removeram a camada superficial contendo orientação de Goss, do material laminado a quente e observaram que como resultado o crescimento anormal de grãos de Goss não aconteceu após o processamento adicional.

Dorner e colaboradores^[19], estudaram o desenvolvimento da microestrutura e microtextura do aço silício de grão orientado durante o processo de produção industrial utilizando a técnica de EBSD de alta resolução e relataram que pequenas áreas com orientação de Goss também estão presentes na microestrutura de laminação a frio. A fração de área com orientação de Goss é aproximadamente 1 % levando em conta a máxima desorientação em torno do exato Goss de 15°. Também foi visto que a ocorrência de áreas com orientação de Goss somente ocorreu na vizinhança de grãos com orientação $\{111\}\langle 112 \rangle$ como pode ser observado na Figura 3.9. A maioria dos grãos com orientação de Goss estavam alinhados ao longo de banda de cisalhamento, no entanto, alguns grãos de Goss pareciam ocorrer em áreas menos deformadas fora das bandas de cisalhamento.

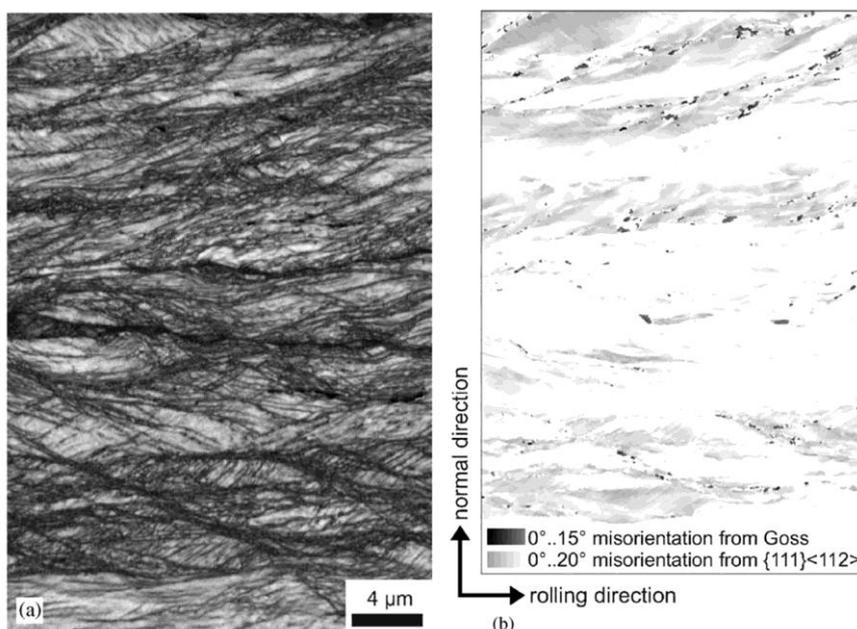


Figura 3.9 – Aço silício de grão orientado processado industrialmente. (a) Microestrutura com bandas de cisalhamento características. Mapa de padrão de qualidade EBSD, e (b) Mapa de orientação cristalográfica. Áreas com orientação de Goss ocorrendo somente próximo de áreas com orientação $\{111\}\langle 112 \rangle$ ^[19].

O tamanho de grão inicial, antes da laminação a frio e recozimento tem um efeito significativo na natureza da textura de recristalização. A componente planar $\{110\}$ na textura de recristalização é mais seriamente afetada pela diferença no tamanho de grão original. Essa componente aumenta no recozimento de material com grão grande em relação ao material com grãos pequenos. O aparecimento de grãos com orientação $\{110\}\langle 001\rangle$ no interior de grãos grosseiros é atribuído à deformação heterogênea no interior destes grãos^[20].

O desenvolvimento da orientação preferencial $\{110\}\langle 001\rangle$ na recristalização secundária depende desta orientação estar presente na matriz de grãos da recristalização primária para servir de núcleo para recristalização secundária. A presença de núcleos viáveis, no entanto, não implica sempre no sucesso da recristalização secundária porque o crescimento anormal de grãos algumas vezes nem sempre é completo. Devemos considerar tanto o crescimento de grão quanto a matriz consumida para encontrar a regra de seletividade que leva a perfeita recristalização secundária^[6].

3.4. Envelhecimento entre Passes de Laminação

Em geral o aço silício de grão orientado é laminado a frio através de laminação reversível e mantido alguns minutos entre passes de laminação. O uso de pequenos tempos de tratamento de envelhecimento entre passes tem sido reportado por melhorar as propriedades magnéticas do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade aumentando a intensidade da componente $\{110\}\langle 001\rangle$ na textura de recristalização primária^[21,22].

Segundo Yoshitomi e Arai^[23], o tratamento de envelhecimento entre passes é eficaz mesmo quando realizado apenas uma vez, e melhora ainda mais as propriedades magnéticas se for efetuado duas ou mais vezes, ou seja, de uma maneira que os passes de laminação e o envelhecimento sejam alternadamente repetidos.

Flowers e Wright^[22], relataram uma melhora considerável da perda e da permeabilidade magnética, assim como a redução do tamanho de grão após recristalização secundária, quando estudaram amostras de aço silício de grão

orientado de alta permeabilidade que foram processadas sem tratamento de envelhecimento entre passes, envelhecidas uma vez na espessura de 0,76 mm e quatro vezes nas espessuras de 1,6 mm, 1,1 mm, 0,79 mm e 0,56 mm durante 5 minutos, na temperatura de 175 °C. Figura 3.10.

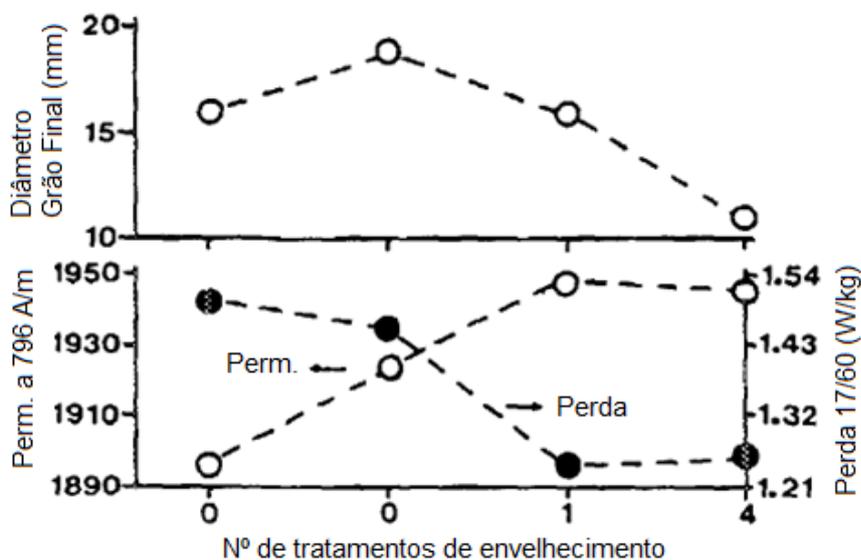


Figura 3.10 - Tamanho de grão após recristalização secundária e propriedades magnéticas em função do número de tratamento de envelhecimento entre passes de laminação^[22].

O limite superior de duração do tempo de envelhecimento não é especificado, mas deve ser de preferência menor que 5 horas, do ponto de vista de produtividade. Uma menor temperatura requer um maior tempo de envelhecimento. O envelhecimento pode ser efetuado pelo calor gerado pelo trabalho de laminação a frio, mas equipamentos para aquecimento podem ser utilizados quando o aumento de temperatura devido à laminação a frio não é suficiente para efetuar o envelhecimento^[23].

A melhora das propriedades magnéticas devido ao envelhecimento entre passes durante a laminação a frio é considerada ser devido ao fato de que o mecanismo de deformação é afetado por átomos de carbono e nitrogênio em solução, que podem formar atmosferas em torno das deslocações, ou por finos carbonetos e nitretos, que

provocam a formação de um emaranhado de deslocações interferindo com o movimento das mesmas. Portanto, é assumido que antes da laminação a frio, um tratamento térmico seguido de resfriamento rápido deve ser realizado para favorecer a formação de carbono ou nitrogênio em solução, ou finos carbonetos e finos nitretos na chapa de aço silício de grão orientado^[23,24].

O tratamento de envelhecimento entre passes é realizado numa faixa de temperatura relativamente baixa. Yoshitomi e Arai^[23], apresentam um exemplo da relação entre temperatura de envelhecimento entre passes e a densidade de fluxo magnético para uma chapa de aço silício de 2,3 mm de espessura com 0,054 % C; 3,28 % Si; 0,028 % Al solúvel; 0,0081 % N; 0,0070 % S e 0,14 % Mn, que não foi recozida. Durante a laminação a frio foi realizado o envelhecimento entre passes duas vezes, quando a chapa tinha a espessura de 1,6 mm e 0,8 mm, em várias temperaturas durante 5 minutos. A chapa laminada a frio foi recozida e descarbonetada a 840 °C por 150 s, em seguida recoberta com um separador contendo principalmente MgO. Para finalizar, foi realizado o recozimento final, com temperaturas em torno de 1200 °C, em atmosfera de hidrogênio. Pode ser observado na Figura 3.11 que uma alta densidade de fluxo magnético (B_8) de 1,88 T ou maior foi obtida quando a temperatura de envelhecimento entre passes estava em um intervalo de 50 °C a 500 °C^[23].

Outro exemplo para uma chapa produzida nas mesmas condições mostra a relação entre a duração do envelhecimento entre passes e a densidade de fluxo magnético para o tratamento de envelhecimento realizado a 200 °C, quando a chapa tinha 1,4 mm e 0,70 mm de espessura em diferentes tempos. Pode ser visto na Figura 3.12 que alta densidade de fluxo magnético, maior que 1,88 T, foi obtida quando o tempo de envelhecimento entre passes foi maior que 1 minuto^[23].

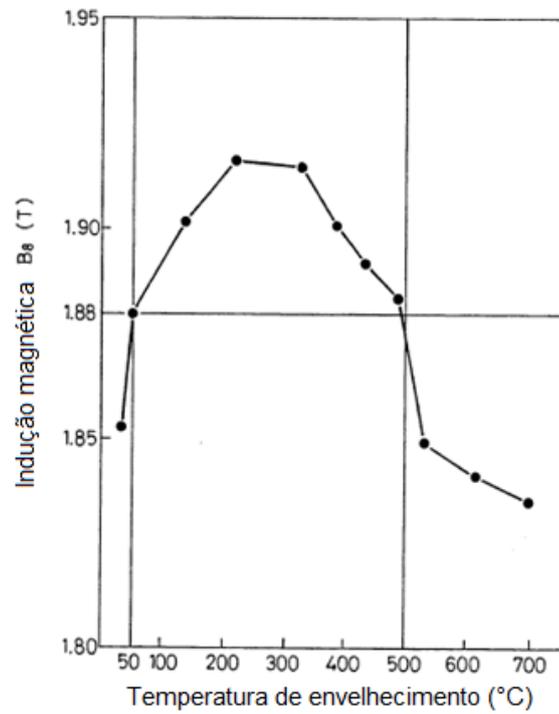


Figura 3.11 – Relação entre a temperatura de envelhecimento entre passes e a densidade de fluxo magnético^[23].

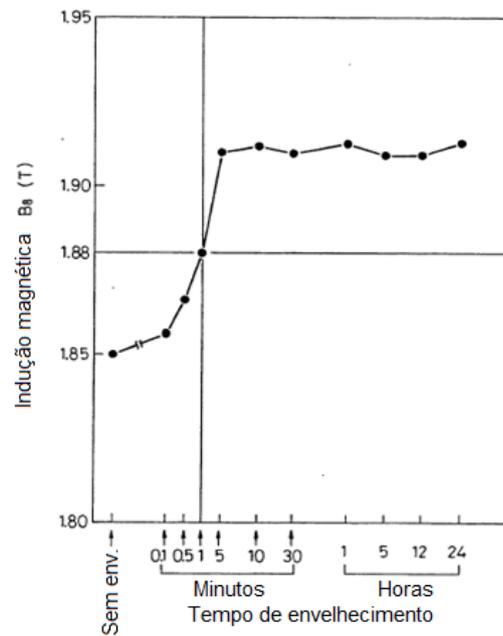


Figura 3.12 – Relação entre a duração do envelhecimento entre passes e a densidade de fluxo magnético^[23].

Ainda de acordo com Yoshitomi e Arai^[23], normalmente o resfriamento da chapa laminada a quente é feito em uma taxa extremamente baixa, devido à grande massa da bobina, que normalmente é resfriada ao ar. Por isso, nesta patente em que a bobina não é recozida não se pode presumir que carbono e/ou nitrogênio em solução sólida, ou uma fina dispersão de carbonetos e nitretos, convencionalmente necessários, estejam presentes em uma quantidade suficiente antes da laminação a frio. Por outro lado, durante o resfriamento após o bobinamento, forma-se cementita nos contornos de grão ou dentro dos grãos. Quando relativamente pequenas, por exemplo, 1 μm ou menor, as partículas de cementita podem ser parcialmente dissolvidas para formar carbono em solução durante a laminação a frio. O efeito descrito nesta patente não pode ser obtido quando o bobinamento é realizado em temperaturas de 700 °C ou superior, provavelmente porque o precipitado de Fe_3C coalesce e a decomposição e dissolução durante a laminação a frio subsequente não é suficiente para afetar o mecanismo de deformação^[23].

A identificação do papel do carbono tem sido uma tarefa básica no controle de textura no recozimento contínuo de chapas de aço baixo carbono. Controle de baixos níveis de carbono e dispersão de carbonetos grosseiros é um requisito essencial para realização de estampagem profunda. Altos níveis de carbono dissolvido são associados com a formação de textura em que a quantidade das componentes $\{111\}\{112\}$ são reduzidas e a componente $\{110\}\{001\}$ aumentada. O tratamento de envelhecimento após deformação aplicado entre passes de laminação a frio produz bandas de cisalhamento como consequência da aglomeração de deslocações e aumenta o desenvolvimento da componente $\{110\}\{001\}$ ^[6]. Se os átomos de carbono não estão em solução sólida, fina dispersão de carbonetos pode liberar carbono na matriz para interagir com as deslocações por uma espécie de processo de decomposição induzido pela deformação. O carbono dissolvido migra para as deslocações, sob efeito do campo de tensão, formando atmosferas em torno das deslocações, chamadas atmosferas de Cottrell^[25].

O efeito do envelhecimento entre passes, que é acelerado pelo calor gerado pela deformação é mais evidente no material temperado em água quente após o recozimento da tira laminada a quente^[21]. Chapas temperadas em água quente contêm uma fina dispersão de carbonetos, enquanto chapas temperadas em água fria contêm carbono em solução sólida e martensita. A textura de recristalização primária

tem uma maior quantidade da componente $\{110\}\langle 001\rangle$ no material temperado em água quente do que no material temperado em água fria. A fina dispersão de carbonetos provavelmente traz carbono para solução sólida pela decomposição da cementita e favorece a estabilização das bandas de deformação no estágio mais efetivo^[26].

3.4.1. Efeitos do Envelhecimento entre Passes na Estrutura Deformada

O resultado do estudo realizado por Tanino M. e colaboradores^[21], no aço silício de grão orientado com 2,9 % Si, no qual a espessura da chapa foi reduzida de 2,3 mm para 0,3 mm sem envelhecimento entre passes e com envelhecimento a 250 °C por 5 minutos nas espessuras de 1,6 – 1,2 – 1,0 – 0,8 – 0,65 e 0,5 mm mostrou que o envelhecimento entre passes, através dos efeitos de envelhecimento após deformação, produz estruturas de deformação características, em que regiões com orientações dispersas distribuídas de $(210)[001]$ até $(120)[001]$ são formadas numa matriz deformada com orientação $\{111\}\langle 112\rangle$ nos grãos que tem a orientação inicial $(110)[001]$.

As regiões com orientação $(11\bar{1})[112]$ e $\{110\}\langle 001\rangle$ são distribuídas da forma mostrada esquematicamente na Figura 3.13a. As bandas de cisalhamento são formadas perpendicularmente à direção de laminação correspondendo às regiões com orientação $(110)[001]$. Além disso, quando os sistemas de deslizamento que giram o cristal $(110)[001]$ para $\{111\}\langle 112\rangle$ são fortemente restritos pelos efeitos do envelhecimento por deformação devido ao envelhecimento entre passes, a rotação de $(110)[001]$ para as orientações $(210)[001]$ e $(120)[001]$, que são rotações próximas do eixo $[001]$ ocorrerão. Assim, regiões deformadas com orientações dispersas distribuídas de $(210)[001]$ até $(120)[001]$ próximas do exato Goss, serão geradas ao longo de bandas de cisalhamento. Figura 3.13b^[21].

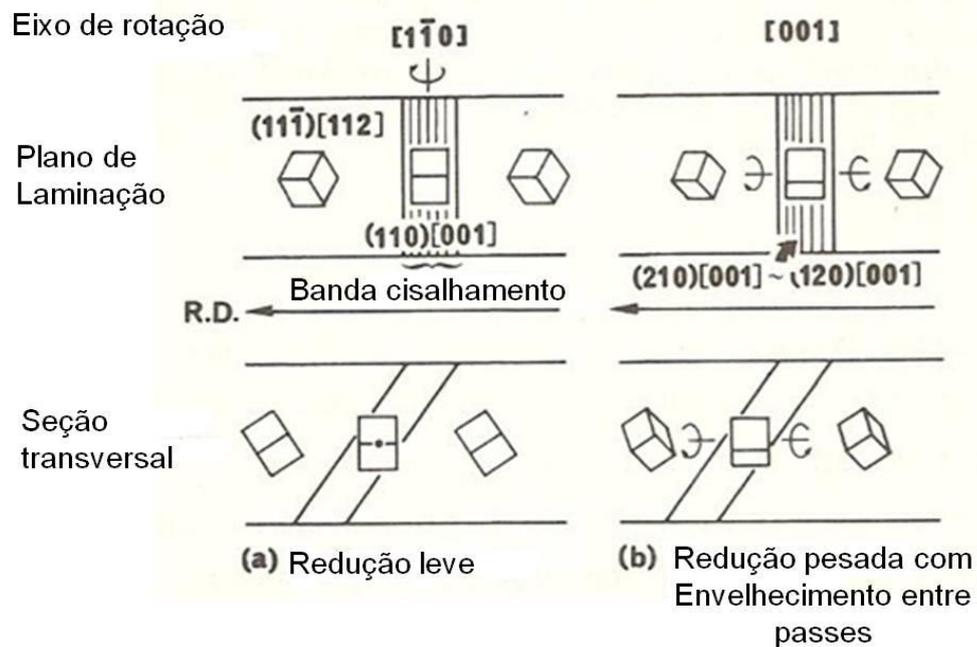


Figura 3.13 – Modelo esquemático de bandas de cisalhamento ocorrendo perpendicularmente a direção de laminação^[21].

Em outro estudo para avaliar os efeitos do envelhecimento entre passes sobre as propriedades magnéticas e a textura de recristalização primária em um aço silício de grão orientado com baixo teor de carbono (0,04 %), Hong e Han^[27], mostraram a variação do limite de resistência a tração da chapa laminada a frio com a temperatura de envelhecimento, Figura 3.14. A chapa laminada a quente com 2,3 mm de espessura foi recozida a 1100 °C por 3 minutos e temperada em água quente. Então foi laminada a frio para espessura de 0,30 mm, com tratamento de envelhecimento nas espessuras 1,55 – 1,10 – 0,70 – 0,45 mm. O tratamento de envelhecimento entre passes foi realizado num intervalo de temperatura de 150 °C a 350 °C por 10 minutos. O limite de resistência da amostra sem envelhecimento é 100 kgf/mm². Com o aumento da temperatura de envelhecimento, o limite de resistência também aumenta até acima de 120 kgf/mm².

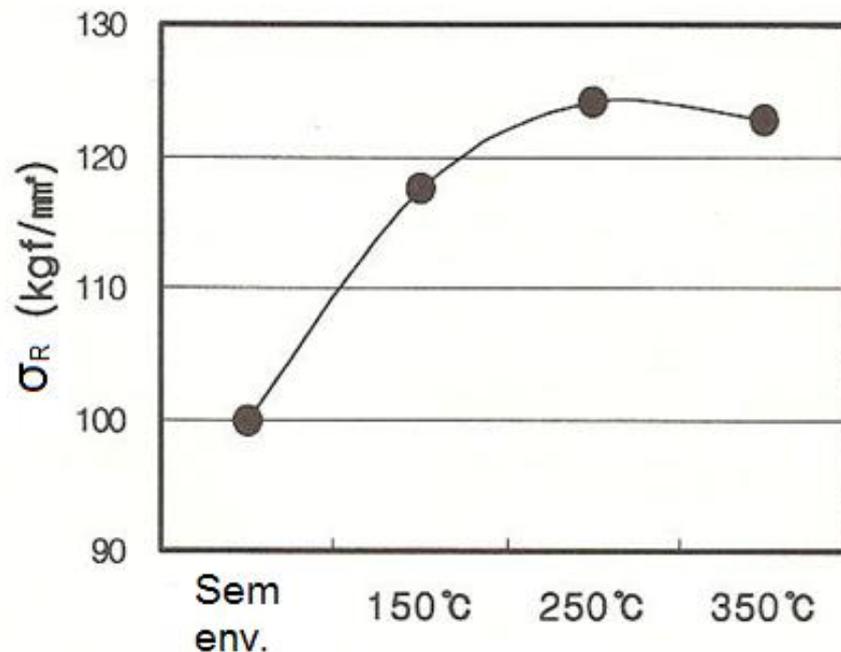


Figura 3.14 – Limite de resistência a tração de chapas laminadas a frio em função da temperatura de envelhecimento^[27].

O efeito do envelhecimento entre passes nas propriedades mecânicas é máximo a 250 °C. Envelhecimento entre passes dificulta a laminação a frio por causa do aumento do limite de resistência à tração e dureza. As propriedades mecânicas são relacionadas com a distribuição de deslocações^[27].

A Figura 3.15 mostra a distribuição das deslocações na chapa laminada a frio utilizada neste estudo, sem envelhecimento entre passes e envelhecida de 150 °C a 350 °C. A amostra sem envelhecimento entre passes apresenta a distribuição das deslocações tipo tiras e a densidade de deslocações é menor que na amostra envelhecida a 250 °C. A amostra com envelhecimento entre passes a 250 °C mostra uma subestrutura com regiões de alta densidade de deslocações chamadas paredes de células.

A mudança nas propriedades mecânicas pelo envelhecimento entre passes surge devido ao ancoramento das deslocações por átomos de carbono e nitrogênio em solução e à interação com finos carbonetos e nitretos, o que dificulta o seu movimento. Para melhorar as propriedades magnéticas, a chapa laminada a quente é recozida e temperada para evitar a formação de carbonetos e nitretos grosseiros. Carbonetos

muito finos, formados pelo rápido resfriamento, tendem a emaranhar as deslocações na laminação a frio formando regiões de alta densidade de deslocações chamadas paredes de células^[26]. Carbono em solução também aumenta a densidade de deslocações^[28].

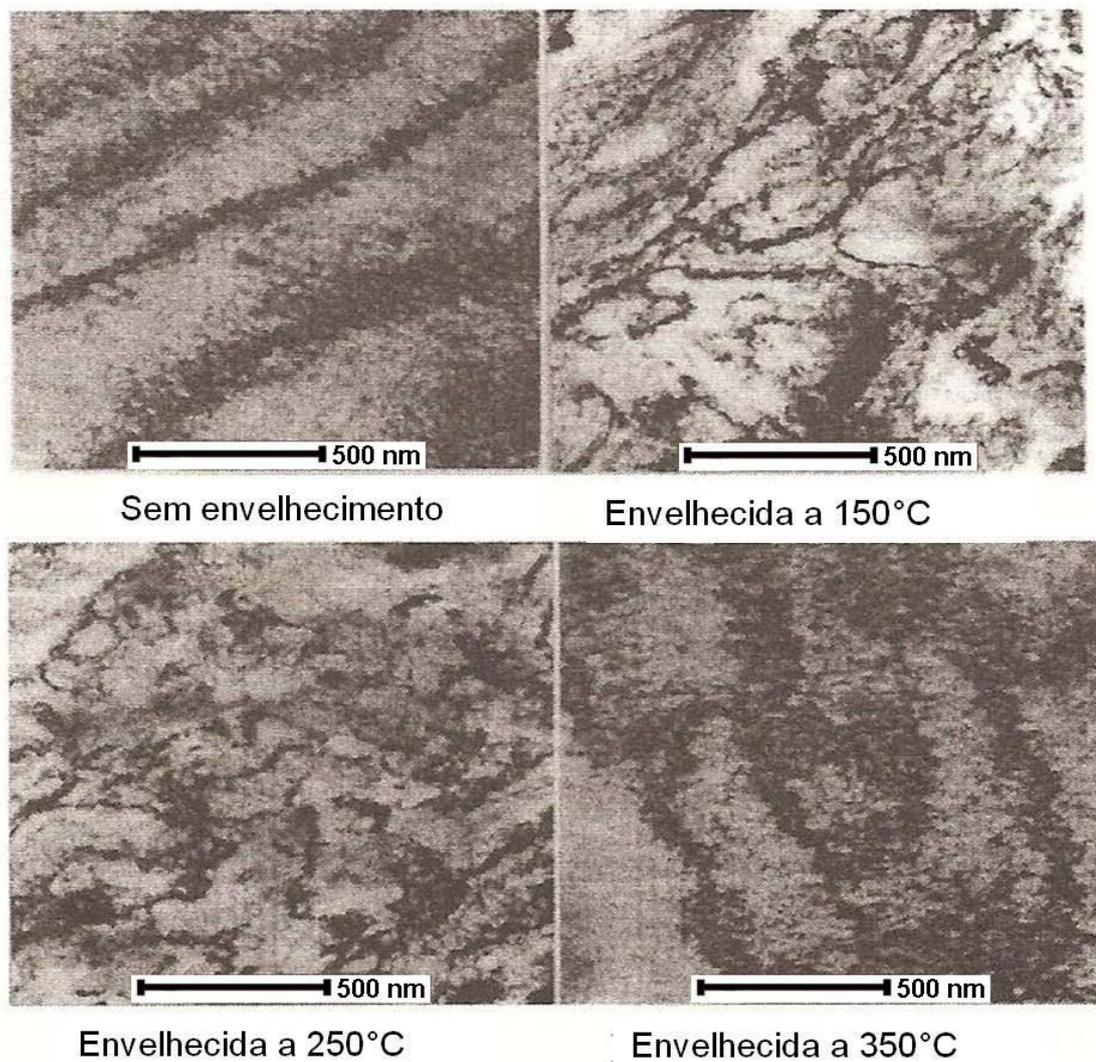


Figura 3.15 – Microscopia eletrônica de transmissão mostrando a subestrutura das deslocações na chapa laminada a frio^[27].

3.4.2. Efeitos do Envelhecimento Entre Passes na Recristalização Primária

Segundo Tanino e colaboradores^[21], o principal efeito do envelhecimento entre passes na recristalização primária é que as regiões com orientações dispersas distribuídas de (210)[001] até (120)[001] formadas na matriz deformada recristalizam com uma configuração característica em que vários grãos com a orientação próxima de Goss são cercados por um grande número de grãos com orientação {111}<112>. Os primeiros coalescem para formar grãos com orientação de Goss que vão crescer anormalmente, recristalização secundária, e tem orientação dispersa distribuída de (210)[001] até (120)[001] com o eixo [001] sendo alinhado com a direção de laminação. As orientações dispersas são herdadas para os grãos de recristalização secundária resultando na redução das perdas magnéticas do produto final devido ao refinamento de seu tamanho de grão^[21].

O envelhecimento entre passes aumenta a fração de grãos com orientação {110}<001> que vão crescer anormalmente, recristalização secundária, na recristalização primária e diminui a componente de textura principal {111}<112>, Figura 3.16. A orientação {111}<112> é conhecida como matriz de orientação facilmente consumida pelos núcleos de Goss por causa da relação com os contornos CSL (*Coincidence Site Lattice*) do tipo $\Sigma 9$. Portanto, envelhecimento entre passes reduz o tamanho de grão na recristalização secundária^[27]. Ao contrário dos resultados obtidos por Tanino e colaboradores^[21], Hong e Han^[27], concluíram que o envelhecimento entre passes diminui a orientação {210}<001> na recristalização primária^[27].

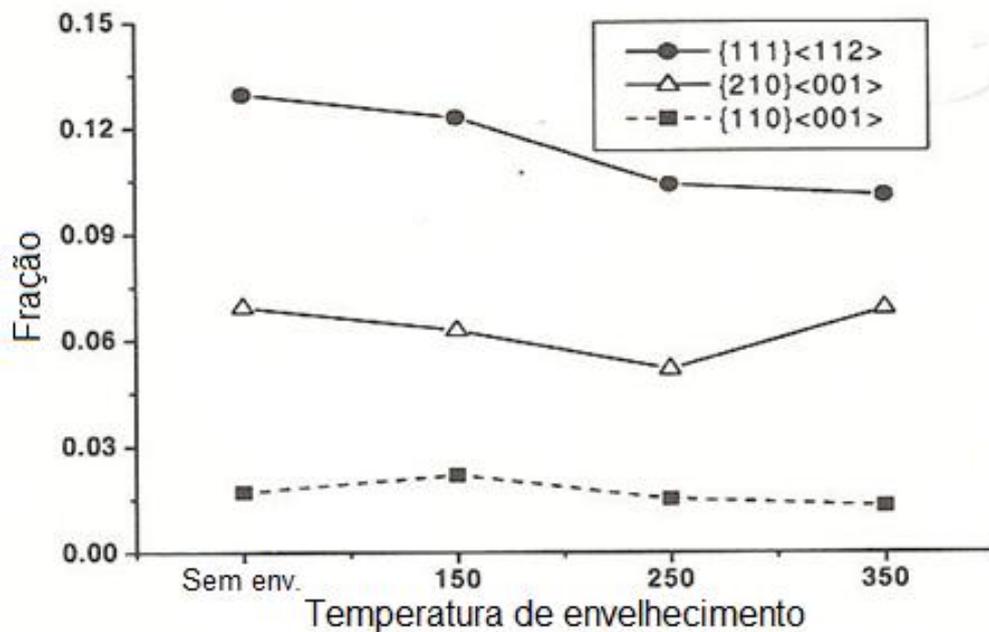


Figura 3.16 – Variação da textura de recristalização primária com a temperatura de envelhecimento entre passes^[27].

Flowers e Wright^[22] relataram que as mudanças na textura de recristalização primária associadas ao envelhecimento entre passes também provocam um decréscimo na intensidade da componente $\{554\}\langle 22\bar{5} \rangle$ e um pequeno aumento na intensidade das componentes $\{110\}\langle 001 \rangle$ e $\{100\}\langle 001 \rangle$.

Hong e Han^[27] ainda mostraram que o envelhecimento entre passes diminui o tamanho de grão da recristalização primária, Figura 3.17. Amostras sem tratamento de envelhecimento entre passes mostram diâmetro de grão de 24 μm após recristalização primária, enquanto amostras envelhecidas a 250 °C apresentaram tamanho de grão de 21 μm . Isto é causado pelo aumento do encruamento da microestrutura devido ao envelhecimento entre passes. A alta energia de deformação acumulada na chapa laminada a frio com envelhecimento entre passes está relacionada com o pequeno tamanho de grão na recristalização primária.

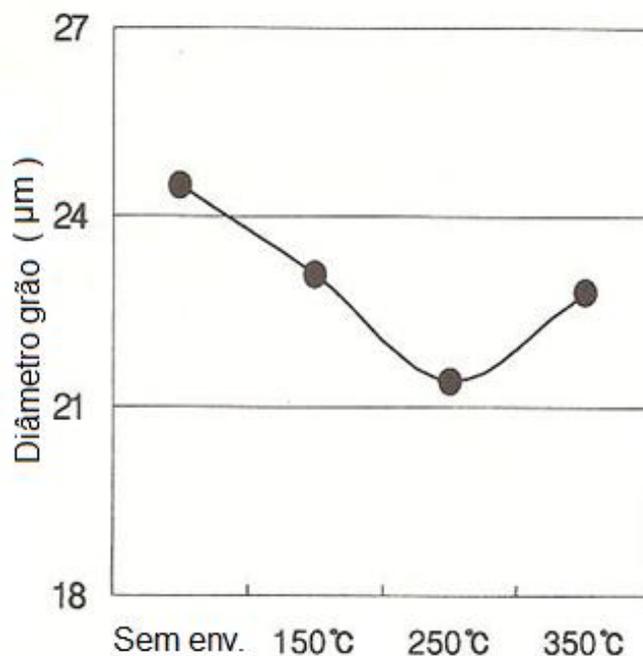


Figura 3.17 – Tamanho de grão na recristalização primária^[27].

Em contra partida Flowers e Wright^[22] mostraram que o tamanho de grão após recristalização primária, logo abaixo da superfície e no centro das amostras de aço silício de grão orientado de alta permeabilidade praticamente não apresentou variação com o tratamento de envelhecimento entre passes de laminação. Figura 3.18.

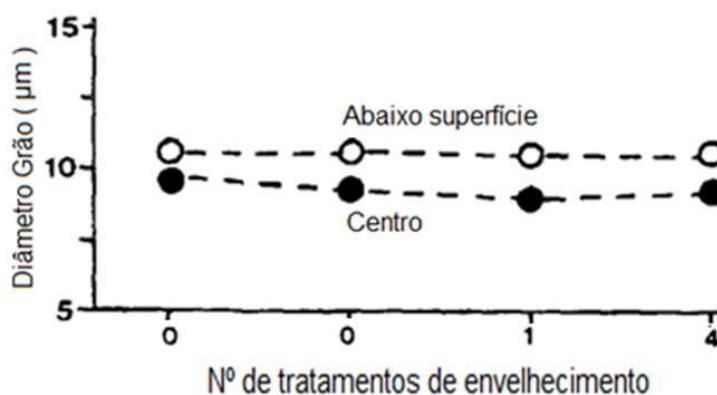


Figura 3.18 – Tamanho de grão após recristalização primária em função do número de tratamento de envelhecimento entre passes de laminação^[22].

3.5. Envelhecimento Após Deformação

O envelhecimento por deformação concerne um conjunto de mudanças nas propriedades dos metais que ocorrem devido à interação de defeitos pontuais, principalmente átomos de solutos intersticiais, e deslocações durante ou após a deformação plástica^[29].

Este fenômeno revela-se como um aumento adicional na tensão de fluxo, que ocorre após ou durante a deformação. Quando as mudanças de propriedades ocorrem após deformação plástica, o processo é chamado envelhecimento estático ou envelhecimento após deformação. Quando ocorre juntamente com a deformação plástica o processo é chamado envelhecimento dinâmico^[30].

O envelhecimento após deformação, em uma ampla categoria de aços, ocorre em condições normalmente encontradas no processamento e ou utilização do produto, em que pequenas variações na composição química ou de parâmetros dos tratamentos termomecânicos implicam em variações drásticas na aptidão à deformação ou no desempenho em serviço.

Um exemplo clássico de envelhecimento após deformação são os aços com envelhecimento controlado, utilizados na indústria automobilística, nos quais o envelhecimento após deformação é usado como mecanismo de aumento de resistência, através do ajuste da composição química e de parâmetros do tratamento de secagem da pintura a que as chapas estampadas são necessariamente submetidas^[31].

O envelhecimento após deformação é um tipo de comportamento normalmente associado com o fenômeno do escoamento descontínuo, no qual a resistência de um metal é aumentada e a ductilidade é diminuída com o aquecimento, a temperaturas relativamente baixas, do metal previamente deformado a frio^[32]. O limite de escoamento definido e os fenômenos de envelhecimento após deformação são observados no ferro e em aços de baixo teor de carbono. Entretanto, eles também são observados em outros metais cúbicos de corpo centrado, cúbicos de face centrada e hexagonais compactos, mas, na maioria dos casos, o fenômeno não é tão pronunciado como no caso do aço^[33].

Átomos de carbono e nitrogênio ocupam as posições intersticiais da rede cristalina do ferro, criando tensões de compressão e cisalhamento devido ao pequeno tamanho e à assimetria dos sítios intersticiais. Esses campos de tensão gerados pela presença de solutos intersticiais na ferrita interagem com o campo de tensões das deslocações e como resultado esses átomos intersticiais segregam para deslocações a fim de reduzir a energia de deformação elástica do sistema. O potencial de interação é atrativo e provoca a difusão dos intersticiais para as deslocações, formando aglomerados de átomos chamados atmosferas de Cottrell, que ancoram as deslocações. Este fenômeno tem um efeito de endurecimento que é refletido no aumento do limite de escoamento do material^[29].

O limite de escoamento definido reaparece devido à difusão dos átomos de soluto no reticulado para se acumularem em torno das deslocações, por isso é uma função do tempo. Ele também depende da temperatura, pois o coeficiente de difusão do átomo de soluto aumenta com o aumento desse parâmetro. Quanto maior a temperatura, mais rapidamente o limite de escoamento definido reaparecerá. Ele não é observado em ferro e aços ensaiados a temperaturas elevadas (acima de 400°C), o que é explicado pela tendência de diluição das atmosferas das deslocações com o aumento da temperatura^[33].

O ensaio de tração é uma maneira de se avaliar as mudanças de propriedades mecânicas que ocorrem devido ao envelhecimento após deformação. A Figura 3.19^[29] mostra o efeito do envelhecimento após deformação na curva tensão x deformação do ferro contendo solutos intersticiais. O corpo de prova é deformado até certa quantidade de deformação além do patamar de escoamento (deformação de Luders), é descarregado, envelhecido a uma temperatura constante por um determinado tempo e depois ensaiado até a ruptura. O aumento na tensão de escoamento e o retorno do patamar de escoamento constituem a evidência mais consistente de envelhecimento após deformação.

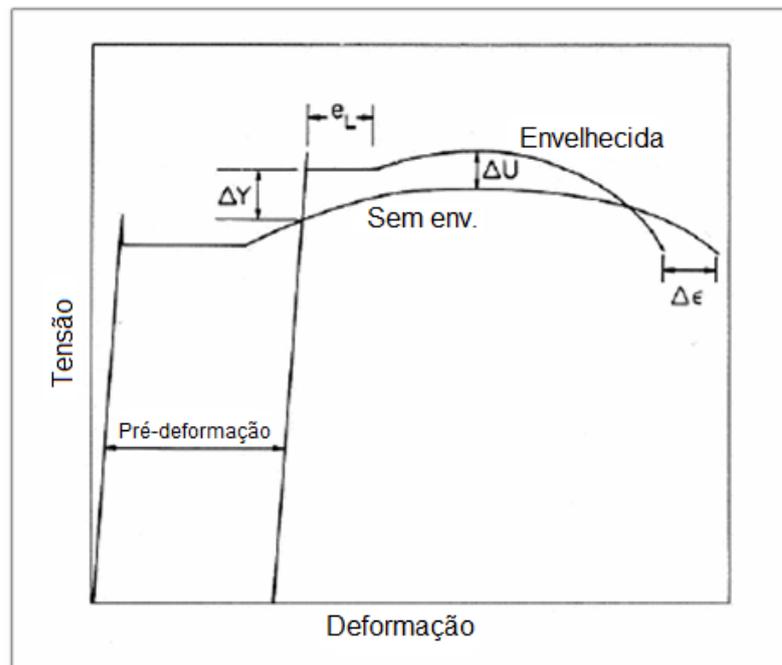


Figura 3.19 – Efeito do envelhecimento por deformação estático na curva tensão x deformação de ferro contendo solutos intersticiais: ΔY = mudança no limite de escoamento devido ao envelhecimento; e_L = deformação de Luders após o envelhecimento por deformação; ΔU = aumento no limite de resistência a tração e $\Delta \epsilon$ = redução no alongamento devido ao envelhecimento por deformação^[29].

Para esclarecer os efeitos do envelhecimento entre passes nas propriedades mecânicas, Tanino e colaboradores^[21], realizaram um experimento de envelhecimento após deformação em que amostras de aço silício de grão orientado laminadas a quente e recozidas foram tracionadas e envelhecidas por 5 minutos a 200 °C após cada 5 % de deformação. O efeito do envelhecimento após deformação nas propriedades mecânicas pode ser visto na Figura 3.20 pelo envelhecimento por 5 minutos a 200 °C após 5 % de deformação de tração, o limite de escoamento da amostra aumentou consideravelmente e o alongamento diminuiu.

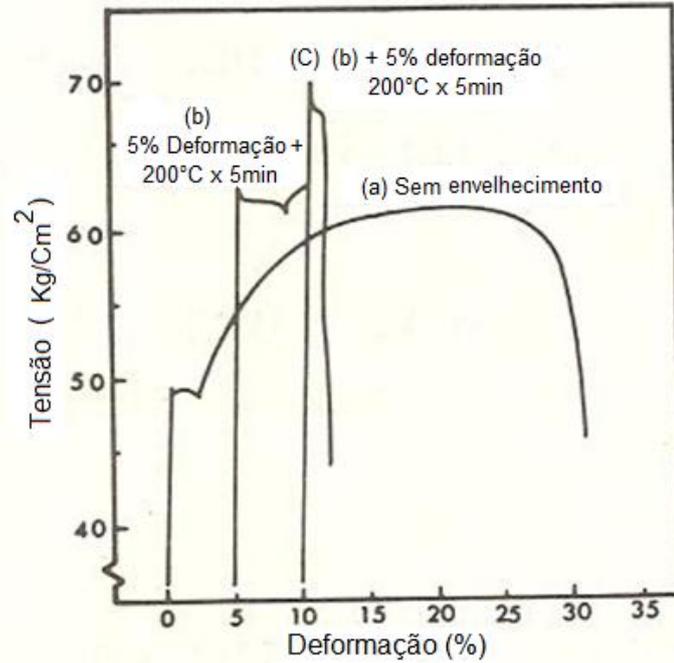


Figura 3.20 – Efeitos do envelhecimento após deformação na curva tensão x deformação da chapa laminada a quente e recozida^[21].

4. METODOLOGIA

4.1. Material

Para realização dos experimentos foram utilizadas amostras de aço silício de grão orientado de alta permeabilidade produzido pela Aperam South America, cuja composição química é apresentada na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Composição química do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade (% em peso).

C	Mn	Si	Al	N ₂	Sn	S	Cu	P
0,0754	0,0595	3,1015	0,0235	0,0074	0,0812	0,0242	0,1046	0,0073

As amostras foram retiradas de bobinas após o processamento industrial na laminação de tiras a quente, com espessura de 2,3 mm, na região do meio da bobina.

A posição para o corte das amostras em relação à largura da tira laminada a quente e as dimensões das amostras para laminação a frio em escala piloto são apresentadas na Figura 4.1.

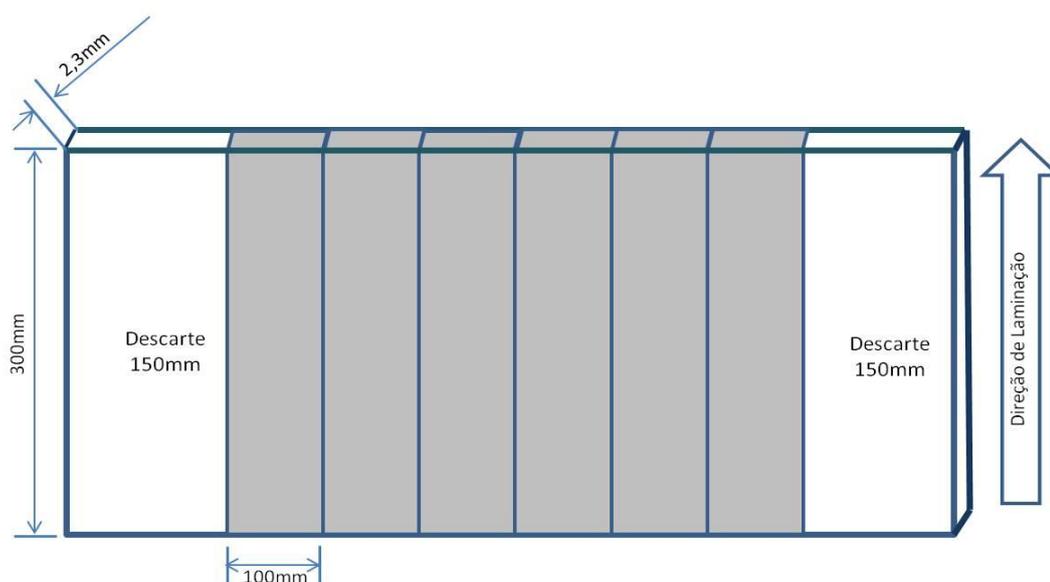


Figura 4.1 – Representação esquemática da amostragem.

4.2. Processamento Termomecânico

As amostras foram processadas em escala piloto no laboratório do centro de Pesquisa da Aperam. A rotina de processamento foi composta por três etapas principais:

- Recozimento da amostra laminada a quente;
- Processamento das amostras para avaliação das propriedades magnéticas;
- Processamento das amostras para verificar a ocorrência de envelhecimento após deformação através das propriedades mecânicas.

4.2.1. Recozimento da Amostra Laminada a Quente (Recozimento Inicial)

A etapa de recozimento da bobina laminada a quente (BQ) para o mesmo aço objeto deste trabalho já foi explorada em estudo anterior^[36]. Portanto foi adotado um ciclo de recozimento que propiciou bons resultados de propriedades magnéticas.

O ciclo de recozimento da BQ foi realizado num forno estacionário, com aquecimento por resistência elétrica, Marca Combustol, com as seguintes características:

- Temperatura do forno: 1115 °C;
- Encharque por 100 s a partir de 1105 °C na amostra;
- Resfriamento ao ar até 900 °C;
- Resfriamento a partir de 900 °C em água a 90 °C, com taxa de resfriamento da ordem de 35 °C/s a 45 °C/s;
- Resfriamento em água à temperatura ambiente a partir de 90 °C.

A temperatura foi medida através de um termopar tipo K (com bainha de iconel 600, isolamento mineral de MgO, espessura de 1,5 mm) colocado no centro da amostra.

4.2.2. Processamento das Amostras para Avaliação das Propriedades Magnéticas

Após o recozimento inicial, as amostras foram decapadas utilizando uma solução contendo 20 % HCl, à 60 °C, durante aproximadamente 5 minutos, para remoção da carepa, antes de serem submetidas a laminação a frio.

Na laminação a frio a espessura das amostras foi reduzida de 2,30 mm para 0,27 mm, equivalendo a uma redução de 88 %. A redução de 2,30 mm até aproximadamente 0,50 mm foi realizada em 16 passes, invertendo o sentido de laminação a cada quatro passes. A redução de 0,50 mm até a espessura final, 0,27 mm, foi realizada com o número de passes necessários para obter boa forma das amostras, mantendo o mesmo sentido de laminação.

A laminação a frio foi realizada no laminador piloto reversível, modelo 4-085 do fabricante Fenn, com cilindros de trabalho de 250 mm de diâmetro e capacidade de carga de 150 toneladas, na configuração duo, até a espessura de 1,00 mm. A redução de 1,00 mm até 0,27 mm foi realizada no mesmo laminador na configuração quadro, com cilindros de trabalho de 100 mm de diâmetro. As amostras foram embebidas em óleo mineral para lubrificação durante a laminação e a retirada deste óleo, após esta etapa, foi feita em uma estação de desengraxamento com detergente AD-6 do fabricante Daido.

O tratamento de envelhecimento entre passes durante a laminação a frio foi realizado num forno tipo mufla, com aquecimento por resistência elétrica. As amostras foram envelhecidas nas espessuras de 1,00 mm, 0,70 mm e 0,50 mm, por 10 minutos em diversas temperaturas conforme descrito na Tabela 4.2. Também foi laminada uma amostra sem tratamento de envelhecimento entre passes.

As condições de processamento para o tratamento de envelhecimento entre passes durante a laminação a frio foram escolhidas com base na literatura^[21,23,27], que indica que o material deve ser envelhecido mais de uma vez para intensificar o efeito do envelhecimento sobre as propriedades magnéticas.

Tabela 4.2 – Plano de teste - Tratamento de envelhecimento entre passes.

Amostras	Condições de Envelhecimento		
	Espessura (mm)	Temperatura (°C)	Tempo (minutos)
1	Sem envelhecimento		
2	1,00	100	10
	0,70		
	0,50		
3	1,00	150	
	0,70		
	0,50		
4	1,00	200	
	0,70		
	0,50		
5	1,00	250	
	0,70		
	0,50		
6	1,00	300	
	0,70		
	0,50		

A etapa subsequente, recozimento para descarbonetação e recristalização primária, foi realizada no forno elétrico contínuo COMBUSTOL FECE-470. As amostras foram descarbonetadas em atmosfera úmida com uma mistura de 50 % H₂ e 50 % N₂, ponto de orvalho entre 59,5 °C a 61 °C e temperatura do forno de 848 °C. A passagem da amostra pelo forno foi realizada através de uma tira na qual a amostra é soldada e a velocidade empregada foi de 0,7 m/min. Realizou-se análise química nas amostras após o processo de descarbonetação para verificar o teor de carbono. Para tal foi utilizado o analisador de carbono LECO, modelo CF4444. Os valores encontrados foram abaixo de 15 ppm.

Em seguida as amostras foram recobertas com uma lama preparada por meio de uma suspensão de magnésia e aditivos em água desmineralizada. Para aplicação da lama sobre as amostras utilizou-se uma máquina de revestir com rolos ranhurados. Após a aplicação da lama ocorreu a secagem utilizando um forno mufla a temperatura de 300 °C. Foram aplicadas 6 g/m² ± 0,5 g/m² da lama sobre as amostras.

O recozimento final para recristalização secundária das amostras cobertas com a lama de magnésia aconteceu no forno elétrico com câmara selada, modelo 1400, Analógica. O tratamento térmico foi realizado na temperatura de 1200 °C com tempo de

encharque de 15 horas em atmosfera com diferentes misturas de hidrogênio e nitrogênio durante todo o ciclo. Em seguida foi realizada a determinação das propriedades magnéticas.

4.2.3. Processamento das Amostras para Verificar a Ocorrência de Envelhecimento Após Deformação

O tratamento de envelhecimento após deformação foi realizado nas amostras pré-deformadas por laminação, conforme esquema apresentado na Figura 4.2. Os parâmetros usados no ensaio estão descritos na Tabela 4.3. O envelhecimento foi superposto nas espessuras de 1,00 mm, 0,70 mm e 0,50 mm para cada temperatura avaliada.

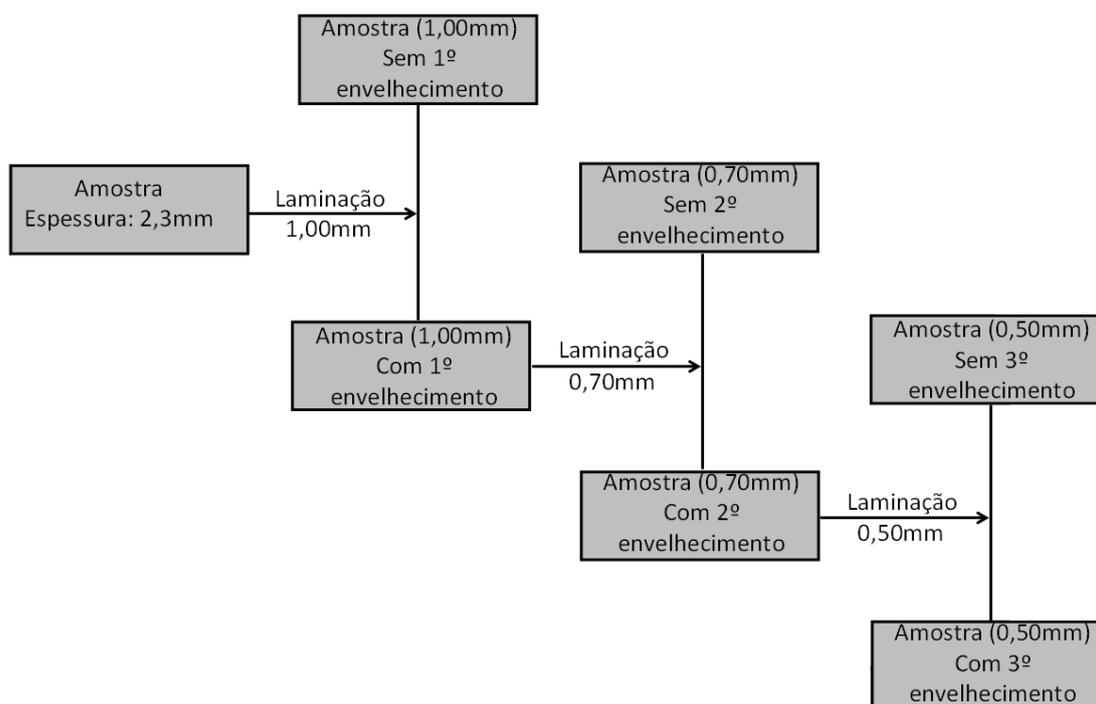


Figura 4.2 – Fluxograma para o tratamento de envelhecimento após deformação.

A escolha das faixas de temperatura e o tempo são os mesmos usados no tratamento de envelhecimento entre passes, já que um dos objetivos é correlacionar as mudanças nas propriedades mecânicas devido ao envelhecimento após deformação com as

propriedades magnéticas após a laminação a frio com tratamento de envelhecimento entre passes.

Os tratamentos de envelhecimento foram realizados num forno tipo mufla com aquecimento por resistência elétrica, de maneira similar ao tratamento de envelhecimento entre passes na laminação a frio.

Tabela 4.3 – Parâmetros para o tratamento de envelhecimento após deformação.

Amostra	Sequencial	1° Trat. Envelhecimento			2° Trat. Envelhecimento			3° Trat. Envelhecimento		
		Espessura (mm)	Redução (%)	Temperatura (°C)	Espessura (mm)	Redução (%)	Temperatura (°C)	Espessura (mm)	Redução (%)	Temperatura (°C)
1	A	1,00	57	sem env.	0,70	70	100	0,50	78	100
	B									
	C									
	D									
	E									
	F									
2	A	1,00	57	sem env.	0,70	70	150	0,50	78	150
	B									
	C									
	D									
	E									
	F									
3	A	1,00	57	sem env.	0,70	70	200	0,50	78	200
	B									
	C									
	D									
	E									
	F									
4	A	1,00	57	sem env.	0,70	70	250	0,50	78	250
	B									
	C									
	D									
	E									
	F									
5	A	1,00	57	sem env.	0,70	70	300	0,50	78	300
	B									
	C									
	D									
	E									
	F									

Encerrados os tratamentos de envelhecimento, as amostras foram resfriadas em água a 2 °C. Depois de retiradas do banho de resfriamento, as amostras foram mantidas em freezer a -5 °C até a realização dos ensaios de tração para determinação de mudanças nas propriedades mecânicas. O armazenamento em freezer foi feito para evitar o envelhecimento durante o tempo de estocagem das amostras.

4.3. Testes Magnéticos

Para realização dos testes magnéticos as amostras foram cortadas nas dimensões de 305 mm ($\pm 0,5$ mm) na direção de laminação e 30 mm ($\pm 0,2$ mm) na direção transversal. Como a largura da amostra original era de 100 mm, foram descartados 20 mm em cada borda, gerando duas amostras úteis através da largura da amostra original. Para cada condição de tratamento de envelhecimento entre passes foram geradas oito amostras para testes magnéticos.

Os testes magnéticos foram realizados no acessório chapa única do medidor de propriedades magnéticas MPG100D fabricado pela Brockhaus nas dimensões (305x30) mm com oito testes para cada condição de tratamento de envelhecimento entre passes. Foram medidas a perda magnética a 1,7 T/50 Hz e a indução magnética a 800 A/m nas amostras do produto final. Considerou-se a média aritmética dos valores obtidos nos testes como sendo o valor da propriedade correspondente a cada condição experimental.

Os resultados de perda magnética foram corrigidos para espessura de 0,27 mm, com o objetivo de eliminar a influência de pequenas variações de espessura sobre o valor da perda magnética. A correção foi realizada através de uma equação [4.1], que foi deduzida a partir da equação clássica de cálculo da parcela de perdas por correntes parasitas^[34], levando em conta que as pequenas variações de espessura provocam variações apenas nesta parcela da perda magnética.

$$P_n = P_i + \pi^2 B^2 f^2 \frac{(e_n^2 - e_i^2)}{6\rho d} \quad \text{Equação [4.1]}$$

Onde P_n é a perda magnética total, em (W/kg), na espessura e_n , em (m) para a qual se quer a correção; P_i é a perda magnética total, em (W/kg), na espessura original e_i , em (m), B é a indução magnética de pico em (T); f é a frequência de teste em (Hz); d é a densidade em (kg/m³) e ρ é a resistividade da liga em (Ω m).

4.4. Ensaio de Tração

Os corpos-de-prova para ensaio de tração foram preparados no tamanho *subsize*, conforme norma ASTM A370/11, cujas dimensões estão mostradas na Figura 4.3 e na Tabela 4.4. A dimensão E na Figura 4.3 corresponde às espessuras das amostras, 1,00 mm, 0,70 mm e 0,50 mm, com e sem tratamento de envelhecimento após deformação superposta.

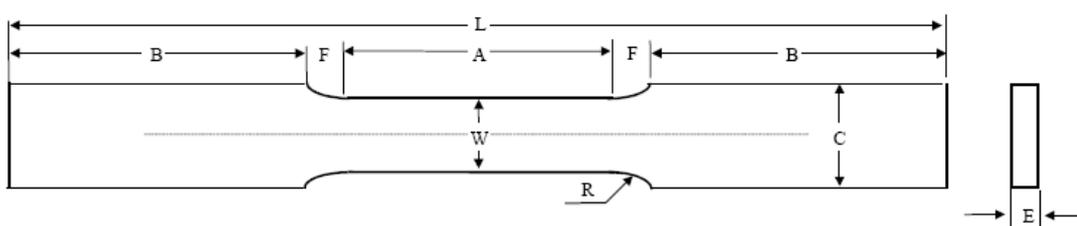


Figura 4.3 – Corpo de prova para ensaio de tração.

Tabela 4.4 – Dimensões do corpo-de-prova para ensaio de tração (mm)

A	B	C	F	L	R	W
32	47	10	4,5	135	6	6,25±0,05

Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina INSTRON, modelo 5582 equipada com extensômetro de 10 mm de base de medida e pacotes de programas para aquisição e tratamento de dados (*Blue Hill*). A caracterização do comportamento mecânico em tração foi feita em termos do limite de escoamento e do limite de resistência do material. Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente a uma taxa de deformação de 10^{-3} s^{-1} .

O aumento de resistência devido ao envelhecimento após deformação foi determinado utilizando os resultados dos ensaios de tração realizados nas amostras sem tratamento de envelhecimento superposto e após os tratamentos nas temperaturas citadas na Tabela 4.3. Para cada condição considerada foram utilizados pelo menos três corpos de prova tratados de maneira idêntica.

4.5. Caracterização Estrutural

Com o objetivo de conhecer a microestrutura do material de partida foi realizada a caracterização metalográfica da amostra laminada a quente, via microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura.

Foram retiradas amostras referentes às etapas de recozimento inicial, após laminação a frio, após o recozimento para descarbonetação e recristalização primária e depois do recozimento final para avaliar a evolução microestrutural.

Após o recozimento inicial a amostra foi caracterizada através das seguintes técnicas:

- Microscopia ótica;
- Microscopia eletrônica de varredura;
- Microscopia de transmissão.

As amostras após a laminação a frio foram submetidas às seguintes análises:

- Análise de textura por difração de raios-x;
- Microscopia eletrônica de transmissão para avaliar a subestrutura das deslocamentos.

As amostras após o recozimento para descarbonetação e recristalização primária foram submetidas às seguintes análises:

- Microscopia ótica;
- Análise de textura por difração de raios-x;
- Determinação do tamanho de grão por EBSD, pelo método do intercepto linear, utilizando tolerância de 5 °.

Após o recozimento final as amostras foram submetidas às seguintes análises:

- Microscopia ótica;
- Análise química – carbono, nitrogênio e enxofre;
- Ensaio de macrografia, para avaliar o tamanho de grão final.

A preparação metalográfica das amostras foi realizada numa seção longitudinal da forma convencional para análise de microestrutura. Para análise de camada superficial a preparação foi realizada na seção transversal. A microestrutura foi revelada

utilizando o ataque químico com o reagente nital 5 %. Este reagente é composto de uma solução de 5 mL de HNO_3 e 95 mL de álcool etílico. O ataque foi feito pela imersão da superfície polida na solução por aproximadamente 10 s.

Para as análises de microscopia eletrônica de transmissão foram preparadas amostras de filme fino. Esta preparação consiste em lixar as amostras até a espessura de 100 μm , para em seguida estampá-las na forma de discos de 3 mm de diâmetro. Esses discos são lixados com uma sequência de lixas na granulometria 220, 320, 600 e 1000 mesh, e em seguida polidos com pasta diamante de 9 μm , 3 μm e 1 μm até a espessura de 60 μm . O polimento final foi eletrolítico por duplo jato no equipamento Tenupol 3, marca Struers. A solução utilizada foi ácido acético 95 % com 5 % de ácido perclórico, à temperatura ambiente. Após o polimento final as amostras foram lavadas com metanol e guardadas em uma solução de isopropanol para evitar oxidação até o momento da análise.

As análises de textura por difração de raios-x foram realizadas em amostras de 50 mm x 50 mm, retiradas no centro da largura das amostras originais. Estas amostras foram preparadas por lixamento numa sequência de lixas na granulometria 320, 500 e 600 mesh e em seguida atacadas com uma solução de 95 % H_2O_2 (peróxido de hidrogênio) e 5 % HF (ácido fluorídrico) à temperatura ambiente.

No difratômetro foi utilizado tubo de cobre, potência 45 kW e 40 mA, goniômetro para análise de textura ATC-3, fenda colimadora com altura e largura de 2 mm. Foram coletadas as figuras de pólo (110), (200) e (211), a partir das quais foi construída a FDOC (Função de Distribuição de Orientações Cristalinas), possibilitando o cálculo da fração volumétrica das componentes de textura com o auxílio do programa MTM-FHM (*Fast Harmonic Method*).

Para a análise de tamanho de grão por EBSD, as amostras sofreram preparação metalográfica convencional, na seção longitudinal, até o polimento com pasta diamante de 1 μm . A seguir as amostras foram submetidas a um polimento adicional com uma solução contendo 30 mL de sílica coloidal e 10 mL de lubrificante e anti-oxidante DP-Azul® da Struers.

A coleta de dados para análise de tamanho de grão foi realizada com o auxílio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV), que tem acoplado um sistema de EBSD. A varredura foi realizada em seis campos por amostra com um passo de 1 μm . Considerou-se a média aritmética dos valores obtidos como sendo o valor da propriedade correspondente para cada condição experimental.

Para o ensaio de macrografia as amostras, após o recozimento final, foram decapadas com uma solução de HCl 20 % à temperatura de aproximadamente 60 °C . O tamanho do grão foi avaliado pelo método do diâmetro equivalente^[35].

Os teores de carbono, nitrogênio e enxofre foram determinados através de análise química, utilizando o determinador de carbono e enxofre marca LECO, modelo CF4444 e o determinador de oxigênio e nitrogênio marca LECO, modelo TC436. As análises químicas foram realizadas em duplicata e os valores informados são referentes à média.

Para realização da caracterização microestrutural foram utilizados os seguintes equipamentos:

1. Microscópio ótico acoplado com analisador de imagens do fabricante Leica, modelo DMRM, com capacidade de aumento até 1000 X;
2. Microscópio eletrônico de varredura modelo XL-30 do fabricante Philips, com filamento de LaB₆, que tem acoplado um sistema de EBSD da TSL (TecSEM Laboratories), que permite a determinação do tamanho de grão pelo método do intercepto utilizando o software OIM analysis;
3. Difratômetro de raios-x modelo X'PERT PRO MPD, do fabricante Philips.
4. Microscópio eletrônico de transmissão (MET), modelo Tecnai G2 F20, 200 kV.

5. RESULTADOS

5.1. Caracterização Metalográfica da Amostra Laminada a Quente

O material de partida para realização dos experimentos estava na condição de bobina laminada a quente, com espessura nominal de 2,3 mm. A análise da microestrutura desta amostra via microscopia ótica apresenta a estrutura típica de laminação a quente do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade. Observa-se uma pequena região descarbonetada com grãos recristalizados na superfície e grãos estreitos, alongados e deformados na região central da amostra, conforme mostra a Figura 5.1. Na fase de laminação a quente é importante que não se tenha os grãos deformados do centro grandes, pois estes grãos são de difícil recristalização e podem passar para outras fases do processo causando problemas nas propriedades magnéticas.

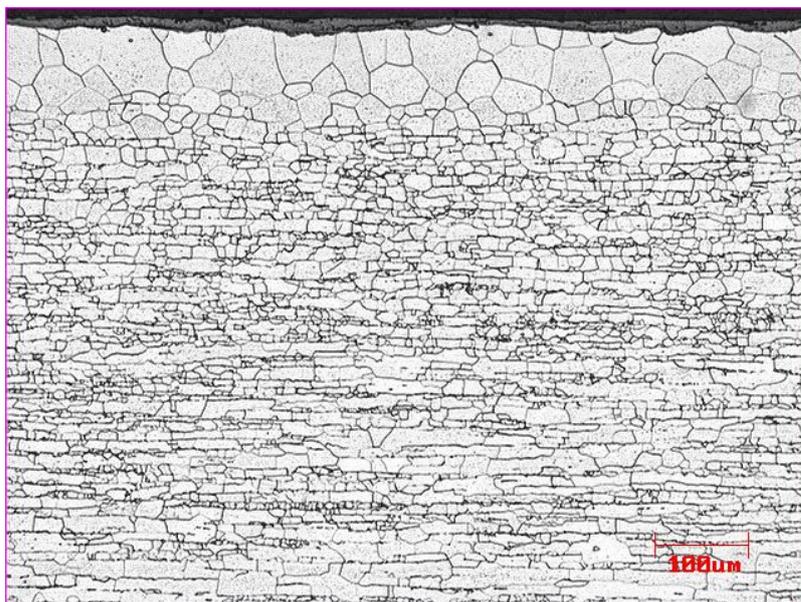


Figura 5.1 - Micrografia da amostra laminada a quente. Seção paralela à direção de laminação. Ataque nital 5 %. Fotografado com 100 X.

A composição química do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade tem aproximadamente 3 % Si e 0,070 % C na laminação a quente. Para essa composição ocorre transformação de fase parcial nesta etapa, produzindo uma estrutura duplex no

material. A Figura 5.2 mostra a micrografia, via microscopia ótica e MEV da região central da amostra apresentando grãos de ferrita e colônias de perlita. Os pontos escuros no interior dos grãos de ferrita são partículas de MnS, que precipitam na laminação a quente.

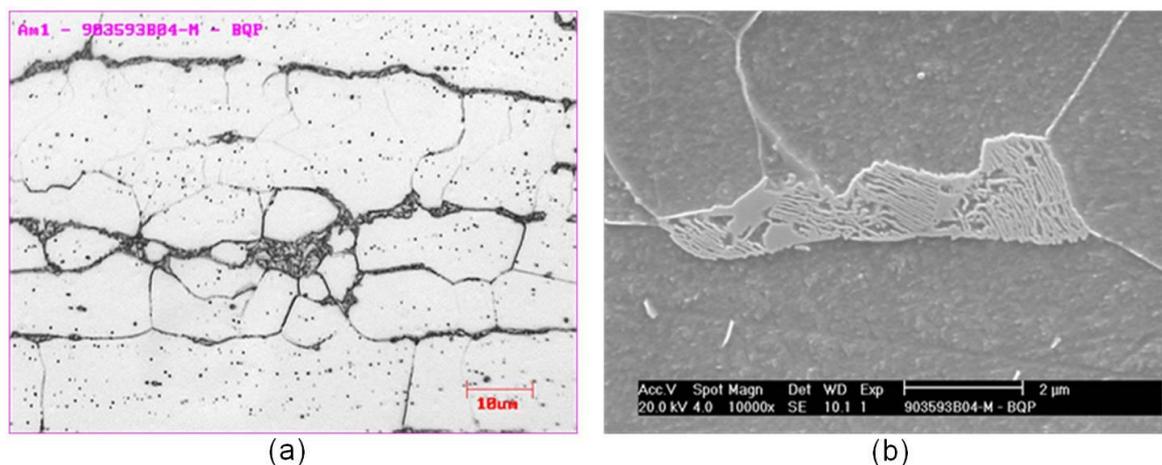


Figura 5.2 - Micrografia da amostra laminada a quente. Seção paralela à direção de laminação. Ataque nital 5 %. (a) Via microscopia ótica, fotografado com 1000 X; (b) via MEV, fotografado com 10000 X.

5.2. Ciclo de Recozimento Inicial

Não houve preocupação em estudar esta etapa do processamento, mas sim de estabelecer um procedimento padrão para avaliar as experiências realizadas na fase de laminação a frio.

A Figura 5.3 mostra a curva de um ciclo de recozimento inicial que teve sua temperatura registrada através do uso de um termopar inserido no centro da amostra. A amostra atingiu a temperatura de 1105 °C após aproximadamente 150 s do enformamento, sendo contados 100 s de encharque a partir deste ponto. A taxa de resfriamento obtida entre 1106 °C e 900 °C (resfriamento ao ar) foi de 20 °C/s e entre 900 °C e 504 °C (resfriamento em água a 90 °C) foi de 40 °C/s. A transformação de fase $\gamma \rightarrow \alpha$ ocorre durante o processo de resfriamento. A taxa de resfriamento tem efeito substancial na obtenção da recristalização secundária completa em termos de controle da textura^[21].

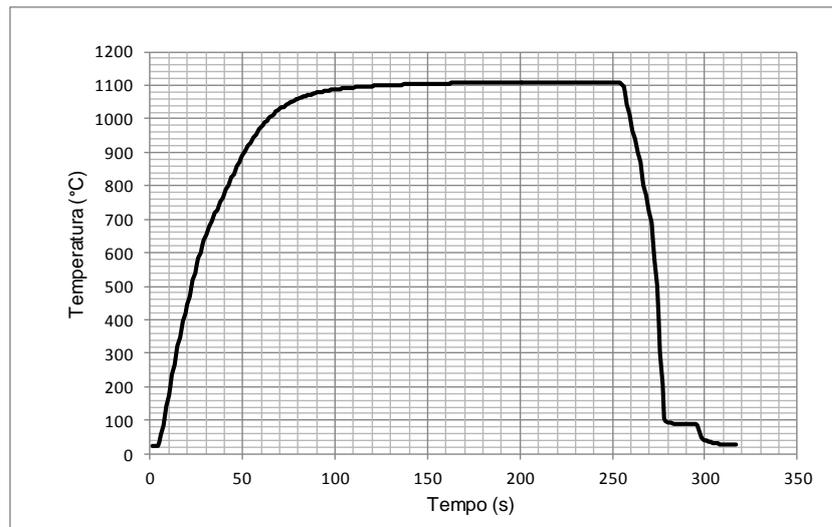


Figura 5.3 - Ciclo de recozimento da amostra laminada a quente.

A micrografia via microscopia ótica, Figura 5.4, mostra a microestrutura após recozimento da amostra laminada a quente. Observa-se que houve um aumento da região descarbonetada e do tamanho de grão da superfície com o tratamento térmico. A região central da amostra não está totalmente recristalizada, entretanto apresenta uma recuperação maior que na amostra após laminação a quente.



Figura 5.4 - Micrografia da amostra após recozimento inicial. Seção paralela à direção de laminação. Ataque nital 5 %. Fotografado com 100 X.

A Figura 5.5 mostra o detalhe da martensita/perlita, após resfriamento rápido a partir de 900 °C, na região central da amostra, via microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura.

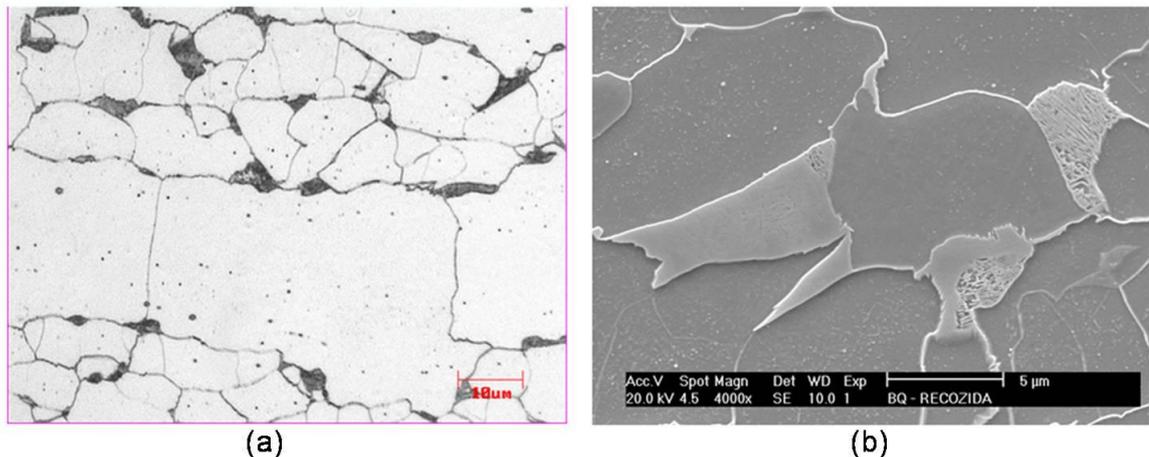


Figura 5.5 - Micrografia da amostra após recozimento inicial. Seção paralela à direção de laminação. Ataque com nital 5 %. (a) microscopia ótica, fotografado com 1000 X; (b) microscopia eletrônica de varredura, fotografado com 4000 X.

A presença de finos carbonetos foi verificada por microscopia eletrônica de transmissão como mostra a Figura 5.6. As imagens mostram partículas na forma de bastonetes dispersas, com tamanho da ordem de 20 nm, que sob a análise química via EDS (*Energy Dispersive Spectrometer*), apresentaram somente teores de ferro, carbono e silício, sendo o silício proveniente da matriz. Estas partículas não apresentaram presença de Mn, S, Cu e Al confirmando que são carbonetos, não se tratando dos outros precipitados inibidores de crescimento de grão (sulfeto de manganês, sulfeto de cobre e nitreto de alumínio) também presentes na matriz nesta etapa do processamento.

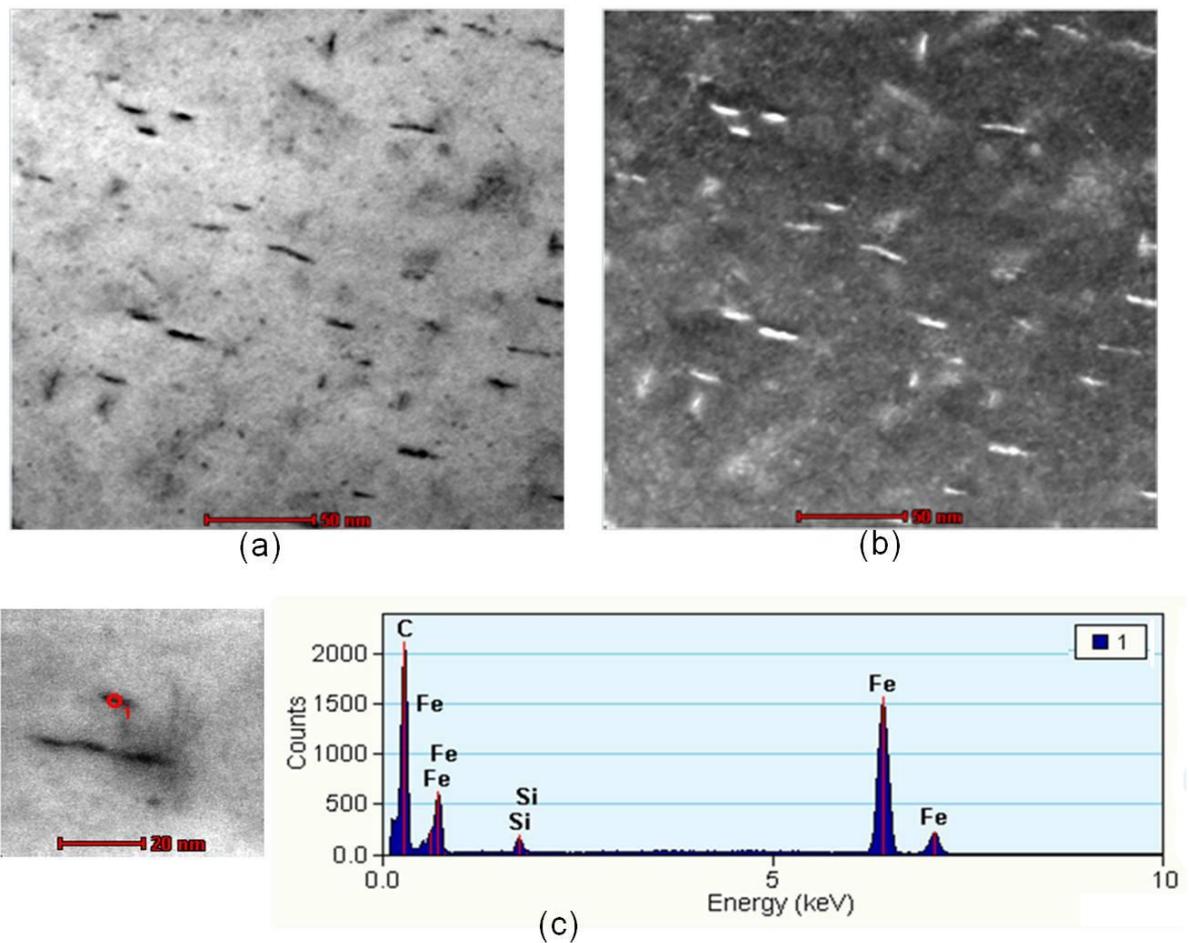


Figura 5.6 – Análise via microscopia eletrônica de transmissão dos carbonetos dispersos na matriz. (a) Imagem campo claro, (b) imagem campo escuro, e (c) análise química via EDS.

5.3. Textura e Subestrutura Após Laminação a Frio

De acordo com Tanino e colaboradores^[21], quando os sistemas de escorregamento que giram a orientação $(110)[001]$ para $\{111\}\{112\}$ são restritos pelo efeito de envelhecimento após deformação devido ao envelhecimento entre passes de laminação a frio, a rotação a partir de $(110)[001]$ para as orientações $(210)[001]$ e $(120)[001]$, que é a rotação em torno do eixo $[001]$ acontece. Assim, regiões deformadas que tem orientações dispersas distribuídas de $(210)[001]$ para $(120)[001]$ em torno do exato $(110)[001]$ são geradas ao longo de bandas de cisalhamento.

A análise de textura por difração de raios-X foi realizada para determinar a fração volumétrica das componentes $(110)[001]$ e $\{012\}\langle 001 \rangle$, com tolerância de 11° , nas amostras após laminação a frio com tratamento de envelhecimento entre passes. Considerando que ambas, as orientações $(110)[001]$ e $\{012\}\langle 001 \rangle$ podem coalescer para Goss na recristalização podemos somar a fração volumétrica destas orientações. A Figura 5.7 mostra a fração volumétrica da orientação $(110)[001]$ somada à orientação $\{012\}\langle 001 \rangle$ em função da temperatura de tratamento de envelhecimento entre passes na laminação a frio.

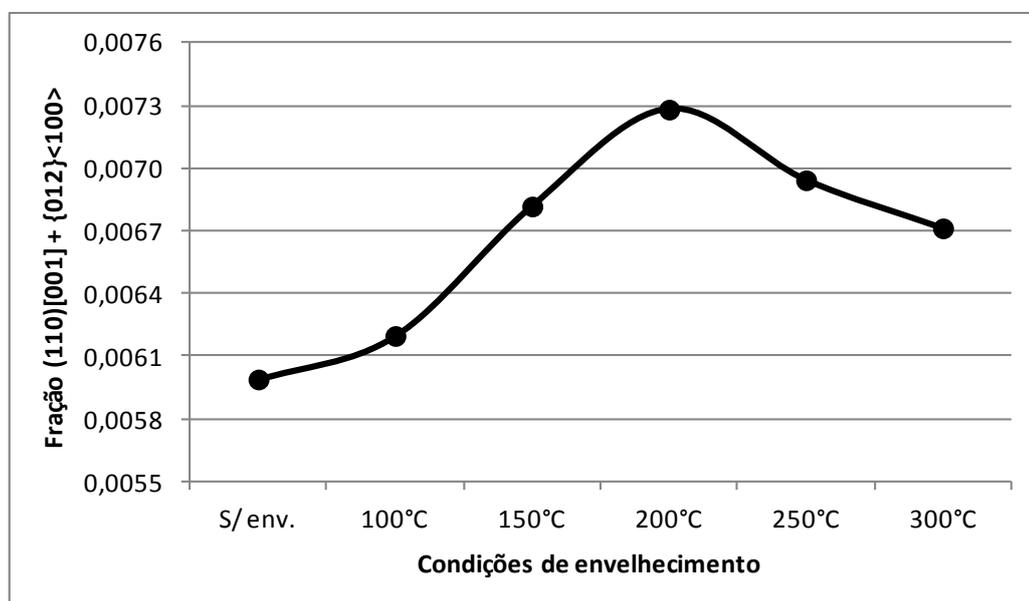


Figura 5.7 – Fração volumétrica $(110)[001] + \{012\}\langle 001 \rangle$ após laminação a frio, em função das condições de tratamento de envelhecimento entre passe.

A fração volumétrica de $(110)[001] + \{012\}\langle 001 \rangle$ cresce com a temperatura de envelhecimento, atingindo um máximo em 200°C . As frações destas componentes de textura nas temperaturas de 250°C e 300°C são menores que a 200°C . Este fato indica que pode estar havendo uma redução do efeito de envelhecimento após deformação no material laminado em temperaturas acima de 200°C .

O envelhecimento entre passes muda notavelmente a subestrutura de deformação. As deslocações tendem emaranhar para formar regiões com alta densidade de deslocações denominadas paredes de células. A Figura 5.8 apresenta imagens de

microscopia eletrônica de transmissão mostrando a distribuição das deslocações na amostra após laminação a frio para algumas temperaturas de tratamento de envelhecimento entre passes. A amostra laminada sem envelhecimento entre passes apresenta a distribuição das deslocações tipo tira e a densidade de deslocações é menor que nas amostras que sofreram envelhecimento nas temperaturas de 100 °C, 200 °C e 300 °C. As amostras que foram envelhecidas mostram uma estrutura celular com regiões de alta densidade de deslocações.

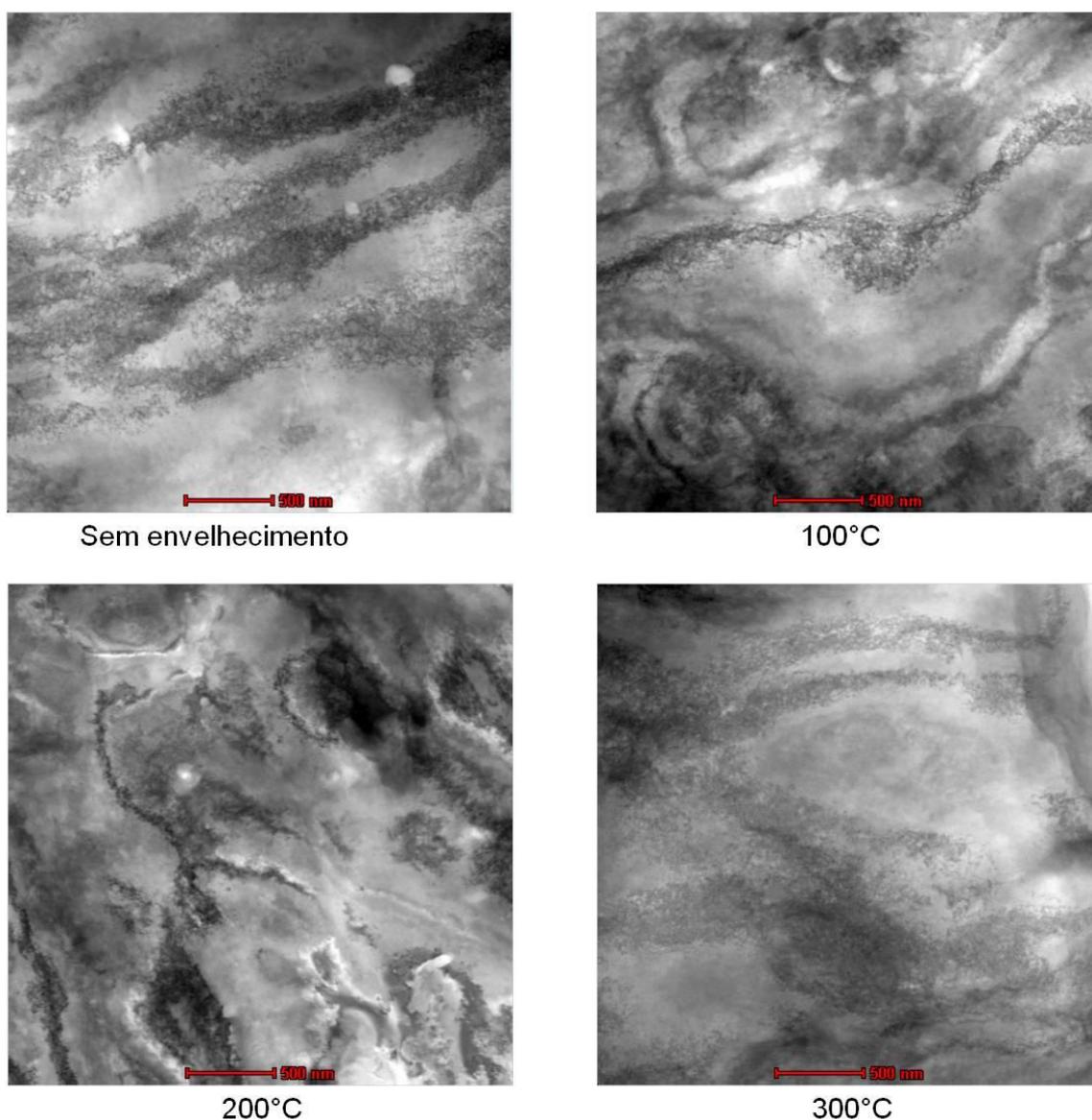


Figura 5.8 – Subestrutura das deslocações. MET, imagens de campo claro.

5.4. Microestrutura Após Recristalização Primária

A Figura 5.9 apresenta o tamanho de grão médio das amostras após recozimento para descarbonetação e recristalização primária, determinado via EBSD, pelo método do intercepto linear, com tolerância de 5°. O erro das medidas foi calculado considerando uma distribuição de *Student* com grau de confiança de 95 %.

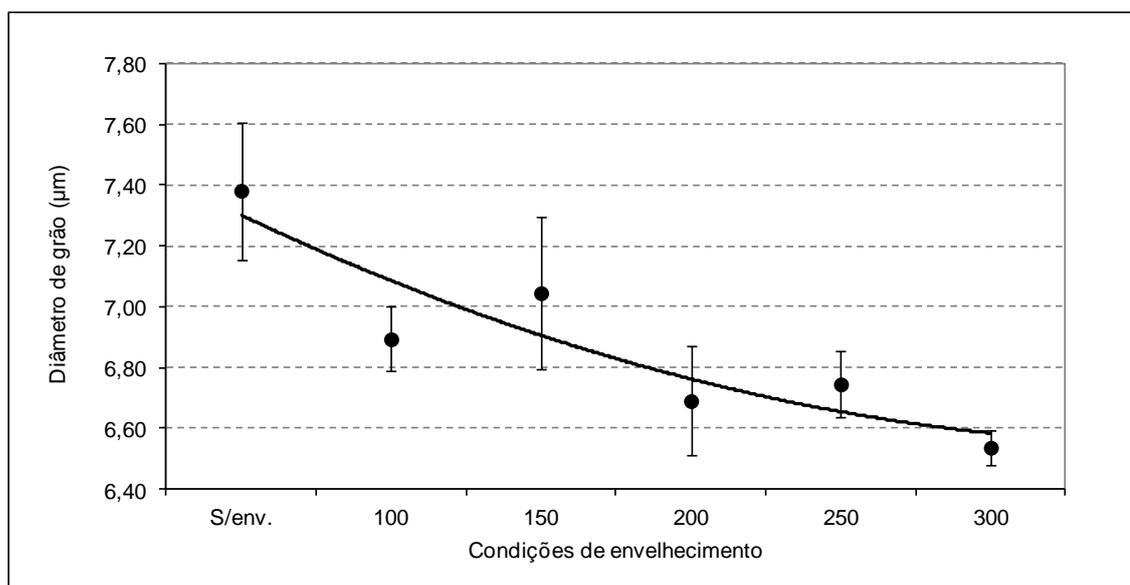
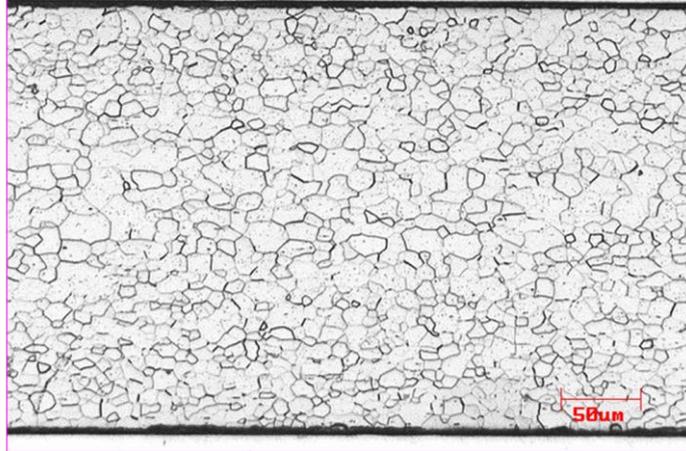


Figura 5.9 – Tamanho de grão após recristalização primária.

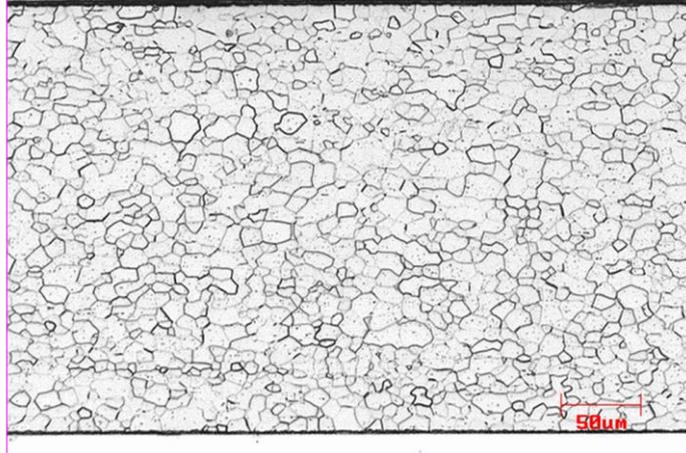
A variação entre o diâmetro de grão da amostra processada sem tratamento de envelhecimento entre passes e o menor diâmetro de grão observado nas amostras tratadas foi de 0,84 µm. Embora essa variação seja pequena (~11%), observa-se uma tendência de redução do tamanho de grão com o tratamento de envelhecimento entre passes de laminação.

A Figura 5.10 mostra a análise metalográfica das amostras após recozimento para descarbonetação e recristalização primária. Observa-se em todas as amostras uma estrutura totalmente recristalizada apresentando distribuição uniforme de tamanho de grão, o que é benéfico para a recristalização secundária. As imagens não evidenciam muito bem a diferença de tamanho de grão observada na análise de EBSD.

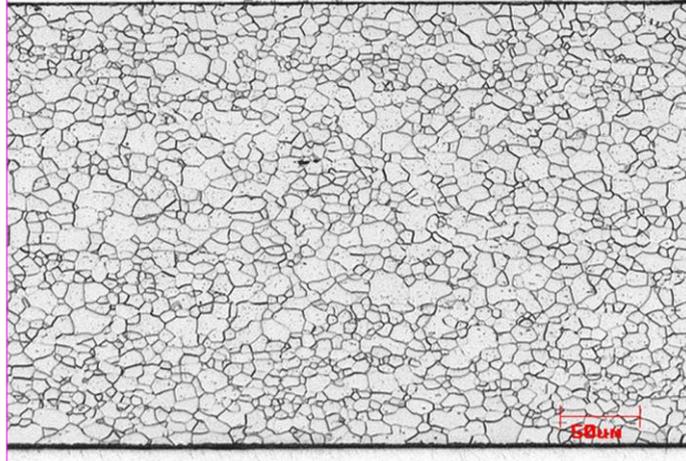
Sem envelhecimento



100°C



150°C



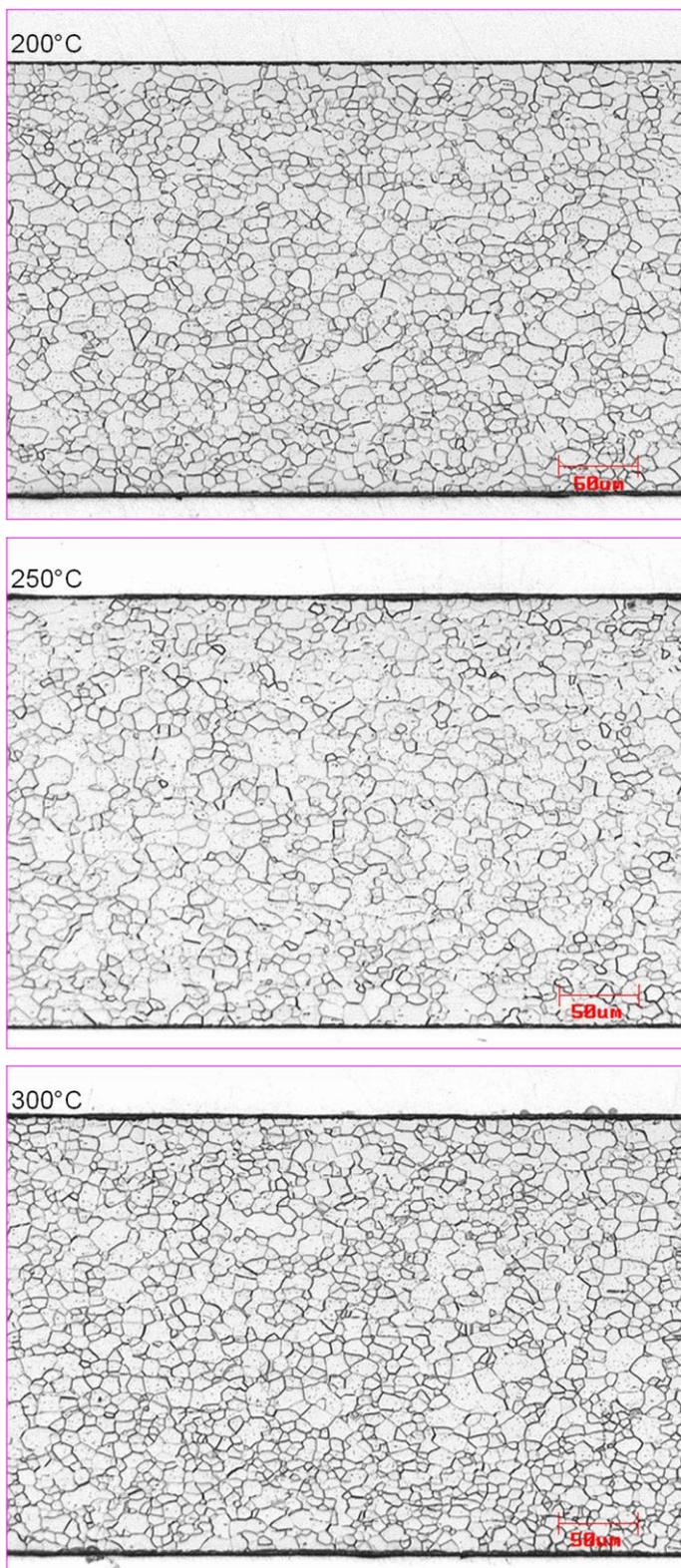


Figura 5.10 – Micrografia das amostras após recristalização primária. Seção paralela à direção de laminação. Ataque nital 5 %. Fotografado com 200 X.

A Figura 5.11 exibe a variação na textura de recristalização primária com a temperatura de envelhecimento entre passes. A fração volumétrica das orientações $(110)[001]$ e $\{012\}\langle 001 \rangle$ determinadas por difração de raios-x, com um ângulo de tolerância de 11° , e fração volumétrica das orientações $\{554\}\langle 22\bar{5} \rangle$ e $\{111\}\langle 11\bar{2} \rangle$, determinada com um ângulo de tolerância de 15° para cada condição de envelhecimento podem ser verificadas.

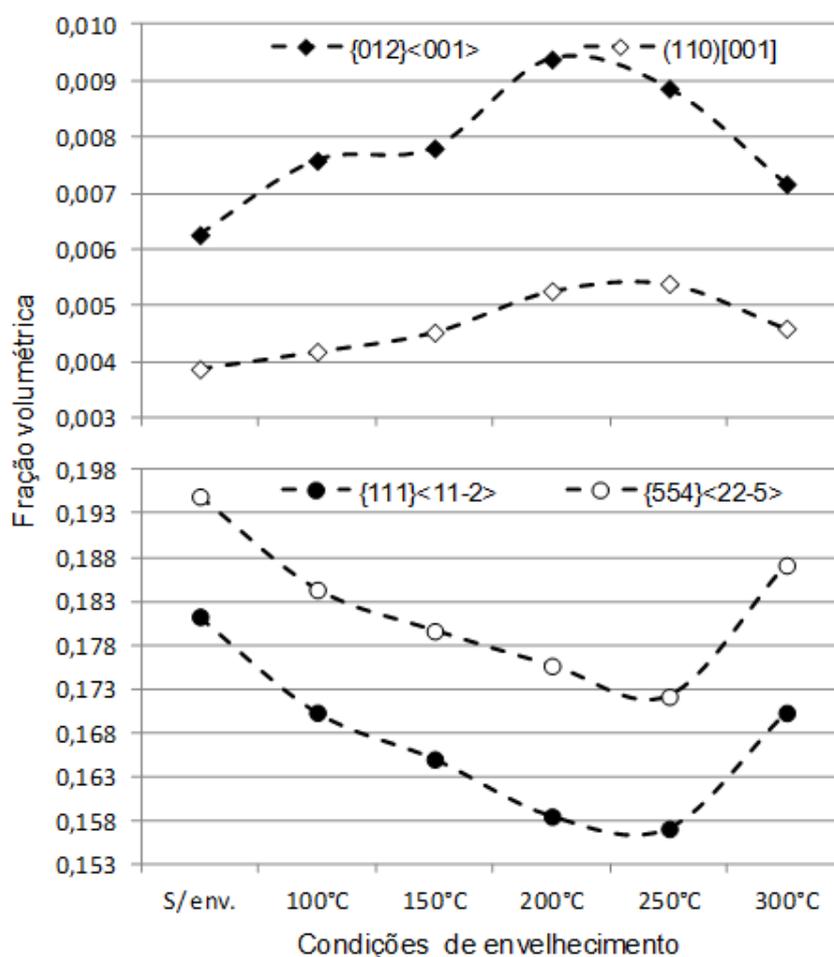


Figura 5.11 – Variação na textura de recristalização primária com a temperatura de envelhecimento entre passes.

A principal mudança na textura de recristalização primária associada ao tratamento de envelhecimento entre passes é a redução nas frações das componentes $\{554\}\langle 22\bar{5} \rangle$ e $\{111\}\langle 11\bar{2} \rangle$ e o aumento nas frações das componentes $(110)[001]$ e $\{012\}\langle 001 \rangle$.

A fração volumétrica da orientação $\{012\}\langle 001 \rangle$ aumenta com a temperatura de envelhecimento entre passes de laminação, apresentando um máximo em 200 °C e depois decresce nas temperaturas de 250 °C e 300 °C. A fração da orientação $(110)[001]$ também aumenta, sendo praticamente constante entre 200 °C e 250 °C, diminuído em seguida.

A fração das componentes $\{111\}\langle 11\bar{2} \rangle$ e $\{554\}\langle 22\bar{5} \rangle$ apresenta o seguinte comportamento: reduzem com a temperatura de envelhecimento até 250 °C, apresentando um acréscimo em 300 °C.

5.5. Envelhecimento Após Deformação

Com o intuito de verificar a susceptibilidade do material ao envelhecimento após a pré-deformação por laminação e tratamento de envelhecimento entre passes de laminação sucessivos foram realizados ensaios de tração nas amostras para determinar as mudanças nas propriedades mecânicas. A caracterização do comportamento mecânico em tração foi feita em termos do limite de escoamento e limite de resistência das amostras.

O parâmetro $\Delta\sigma_e$, variação no limite de escoamento, foi calculado através da diferença do limite de escoamento médio das amostras com envelhecimento e sem envelhecimento nas três espessuras avaliadas, conforme destacado no esquema apresentado na Tabela 5.1.

Tabela 5.1 – Esquema para cálculo da variação no limite de escoamento.

Grupo	Espessura (mm)	1° Env.?	2° Env.?	3° Env.?	Cálculo $\Delta\sigma_e$
A	1,00	não			$\Delta\sigma_e$ 1,00mm = B-A
B	1,00	sim			
C	0,70	sim			não
D	0,70	sim	sim		
E	0,50	sim	sim	não	$\Delta\sigma_e$ 0,50mm = F-E
F	0,50	sim	sim	sim	

As amostras nas espessuras de 1,00 mm, 0,70 mm e 0,50 mm correspondem às reduções de 57 %, 70 % e 78 %, respectivamente. Com 1,00 mm, foram comparadas a amostra sem tratamento versus a amostra com o primeiro tratamento de envelhecimento. Com 0,70 mm, foram comparadas a amostra com o primeiro e sem o segundo tratamento com a amostra com dois tratamentos de envelhecimento. Finalmente, com 0,5 mm de espessura foram comparadas a amostra com o primeiro, segundo e sem o terceiro tratamento com a amostra com três tratamentos de envelhecimento entre passes de laminação.

No gráfico da Figura 5.12 é mostrada a variação do parâmetro $\Delta\sigma_e$ em função da temperatura de envelhecimento entre passes de laminação e do grau de redução que as amostras sofreram. O erro relativo máximo das medidas foi de 1,39%.

Nota-se que na espessura de 1,00 mm o efeito de envelhecimento foi bem menor que nas espessuras de 0,7 mm e 0,5 mm, em todas as temperaturas estudadas. A 200 °C ocorreu a maior variação do limite de escoamento para as três reduções, indicando que o envelhecimento é mais efetivo nesta temperatura.

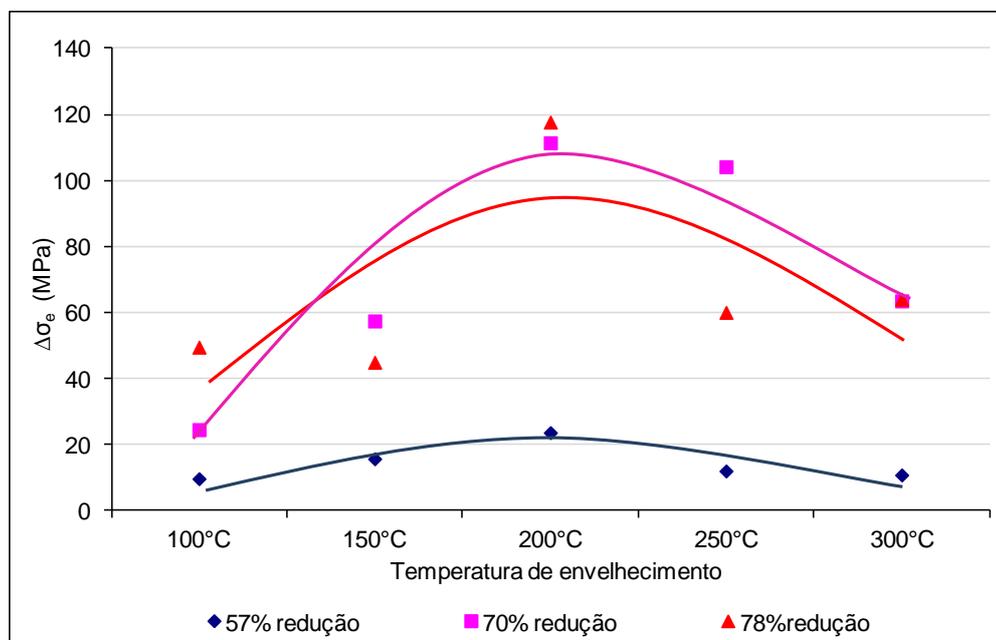


Figura 5.12 – Variação no limite de escoamento induzido pelo envelhecimento após deformação em função da temperatura envelhecimento entre passes.

Foram laminadas algumas amostras para as espessuras de 1,00 mm, 0,70 mm e 0,50 mm sem tratamento de envelhecimento entre passes. A variação no limite de resistência ($\Delta\sigma_R$) entre estas amostras e as amostras que foram envelhecidas uma, duas e três vezes, condição do grupo B, D e F na Tabela 5.1, respectivamente, foi determinada. O resultado pode ser visto na Figura 5.13 em função da redução e da temperatura de envelhecimento entre passes. O erro relativo máximo das medidas foi de 2,51%.

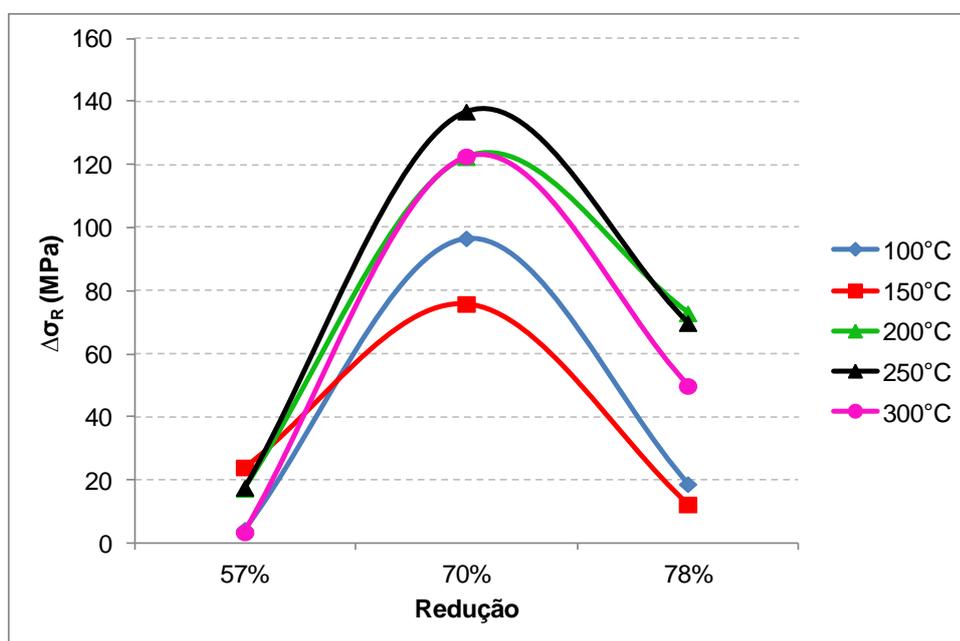


Figura 5.13 – Variação no limite de resistência induzido pelo envelhecimento após deformação em função da redução.

Em todas as temperaturas o comportamento da variação no limite de resistência seguiu a mesma tendência. Muito pequeno na redução de 57 %, com a aplicação de apenas um tratamento de envelhecimento, aumentou consideravelmente na redução de 70 %, com dois tratamentos de envelhecimento e decresceu novamente na redução de 78 %, com três tratamentos de envelhecimento entre passes.

O efeito de envelhecimento após deformação foi mais acentuado na espessura de 0,70 mm, apresentando maior variação do parâmetro $\Delta\sigma_R$ na temperatura de 250 °C.

5.6. Caracterização Após Recozimento Final

Durante o recozimento final para desenvolvimento da orientação preferencial de Goss, as impurezas são removidas e os precipitados inibidores de crescimento de grão são dissolvidos, sendo que parte dos elementos que os formam é absorvida no filme de vidro formado na superfície pela reação da magnésia com os óxidos formados na descarbonetação.

Considerando que a pureza do material e a camada superficial de filme de vidro também podem influenciar na perda magnética, foram realizadas análises via microscopia ótica do filme de vidro e análise química para verificar os teores de carbono, enxofre e nitrogênio nas amostras do produto final. Vale ressaltar que todas as amostras foram submetidas ao mesmo ciclo de recozimento final.

A Figura 5.14 mostra a microestrutura do filme de vidro. Observa-se que este apresenta a mesma morfologia para todas as amostras: contínuo, não uniforme em espessura, apresentando partículas formando uma subcamada.

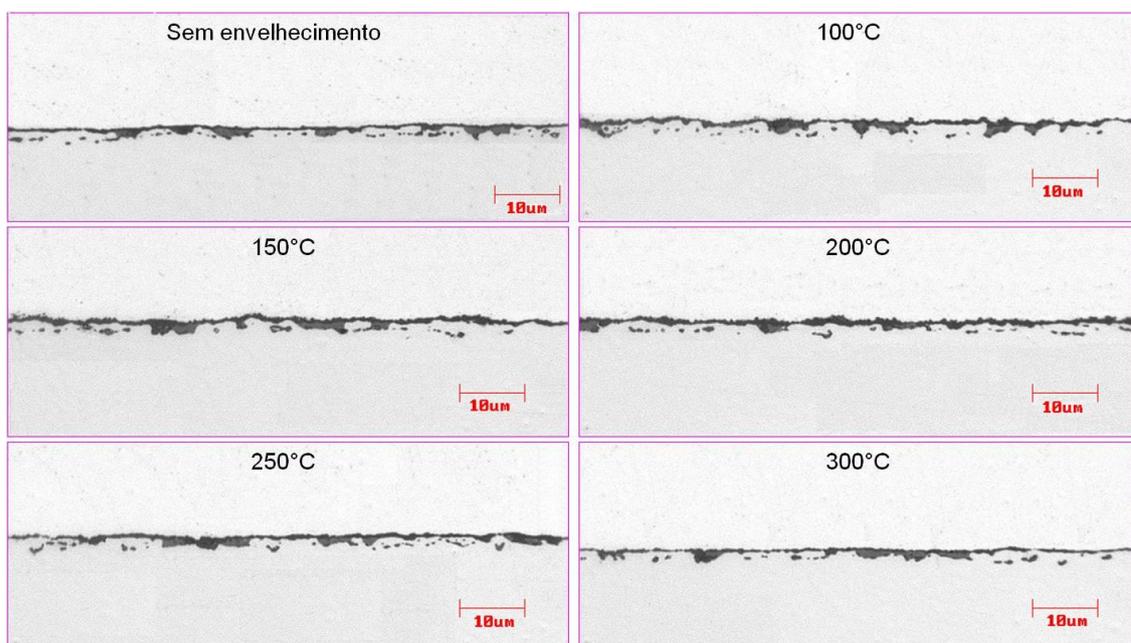


Figura 5.14 – Microestrutura do filme de vidro. Fotografado com 1000 X.

A Tabela 5.2 apresenta os teores de carbono, nitrogênio e enxofre para cada condição de processo. As análises químicas foram realizadas nas amostras após remoção do filme de vidro.

Carbono, enxofre e nitrogênio são elementos que devem ser minimizados no produto final. Altas concentrações de carbono no aço silício de grão orientado causam envelhecimento magnético, com isso, há a necessidade de se reduzir os teores de carbono para valores menores que 20 ppm. A redução do carbono ocorre na etapa de decarbonetação através da reação química entre o carbono e o oxigênio presente na atmosfera do forno.

Deseja-se que os teores de enxofre e nitrogênio sejam abaixo de 10 ppm. Teores de enxofre mais elevados afetam diretamente as propriedades magnéticas, pois o enxofre está presente sob a forma de partículas de MnS, finas e dispersas, que dificultam o movimento das paredes dos domínios^[37]. Também é sabido que o nitrogênio em teores acima de 10 ppm, afeta a ductilidade do aço.

Tabela 5.2 – Resultados de análise química.

Amostra	Análise química (ppm)		
	S	C	N
Sem env.	14	17	5
100°C	13	15	5
150°C	14	15	5
200°C	15	14	5
250°C	16	17	3
300°C	14	17	4

Os resultados apresentados na Tabela 5.2 mostram que os teores de carbono e nitrogênio de todas as amostras estão dentro dos limites objetivados. Os teores de enxofre estão acima do desejado, entretanto, todas as amostras apresentam basicamente os mesmos valores.

Os resultados observados na Tabela 5.2 e Figura 5.14 evidenciam que as variáveis pureza do material e camada superficial de filme de vidro podem ser considerados os

mesmos para todas as amostras, portanto, não afetam a avaliação dos resultados de propriedades magnéticas que serão apresentados a seguir.

5.6.1. Propriedades Magnéticas

As propriedades magnéticas foram avaliadas em termos da perda magnética medida na condição 1,7 T/50 Hz e da indução magnética a 800 A/m nas amostras do produto final. Os resultados de perda magnética, em função das temperaturas de tratamento de envelhecimento entre passes de laminação estão apresentados na Figura 5.15. O erro padrão da média das medidas foi de $\pm 0,02$ W/kg.

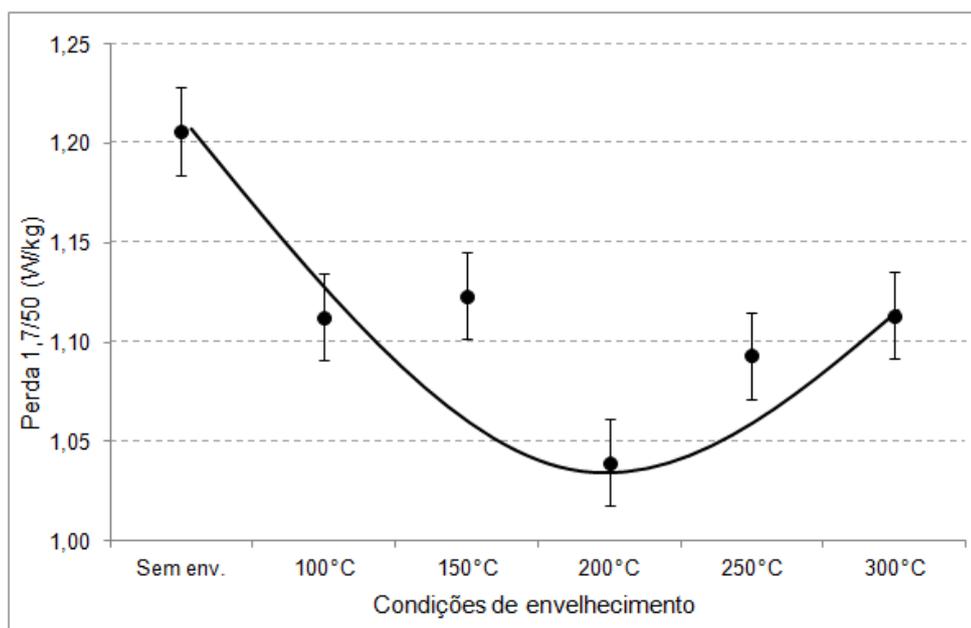


Figura 5.15 – Variação da perda magnética em função da temperatura de envelhecimento entre passes de laminação a frio.

Os resultados mostram um efeito benéfico da elevação da temperatura de envelhecimento entre passes de laminação a frio, sobre a perda magnética. Observa-se que a perda diminui com a temperatura de envelhecimento alcançando o melhor resultado em 200 °C, temperatura na qual a redução na perda é de aproximadamente 14 %. Nas temperaturas de 250 °C e 300 °C a perda volta a subir, porém continua

apresentando resultados melhores que no material processado sem tratamento de envelhecimento.

A Figura 5.16 apresenta os resultados de indução magnética em função da temperatura de tratamento de envelhecimento entre passes. O erro padrão da média das medidas foi de ± 8 mT. Nota-se que os valores de indução magnética praticamente não sofreram alterações demonstrando que o envelhecimento entre passes não afeta esta propriedade.

A indução magnética é relacionada com o desvio da orientação ideal de Goss, então, grãos com menor desvio da orientação de Goss resultam em maior indução. Considerando os valores de indução magnética obtidos, da ordem de 1900 mT, pode-se dizer que o material está bem orientado de uma maneira geral.

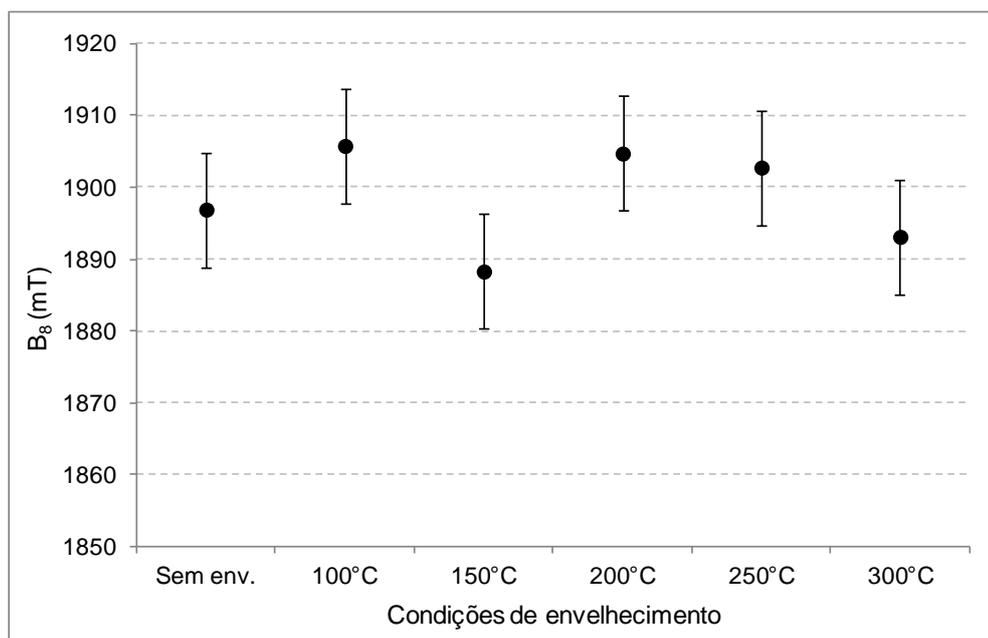


Figura 5.16 – Variação da indução magnética em função da temperatura de envelhecimento entre passes de laminação a frio.

5.6.2. Macrografia

Realizou-se a medição do tamanho de grão final após recristalização secundária. A Figura 5.17 exhibe a macrografia das amostras para todas as temperaturas de

tratamento de envelhecimento entre passes. A recristalização secundária foi completa em todas as condições. O efeito de redução do tamanho de grão é bastante acentuado comparando a amostra processada sem envelhecimento entre passes de laminação com as demais. Contudo observa-se que o diâmetro do grão diminui com a temperatura de envelhecimento, atingindo o menor tamanho na temperatura de 200 °C e depois cresce ligeiramente nas temperaturas de 250 °C e 300 °C. Esta observação também é confirmada na Figura 5.18, que apresenta o diâmetro médio do grão final em função das condições de envelhecimento entre passes de laminação a frio.

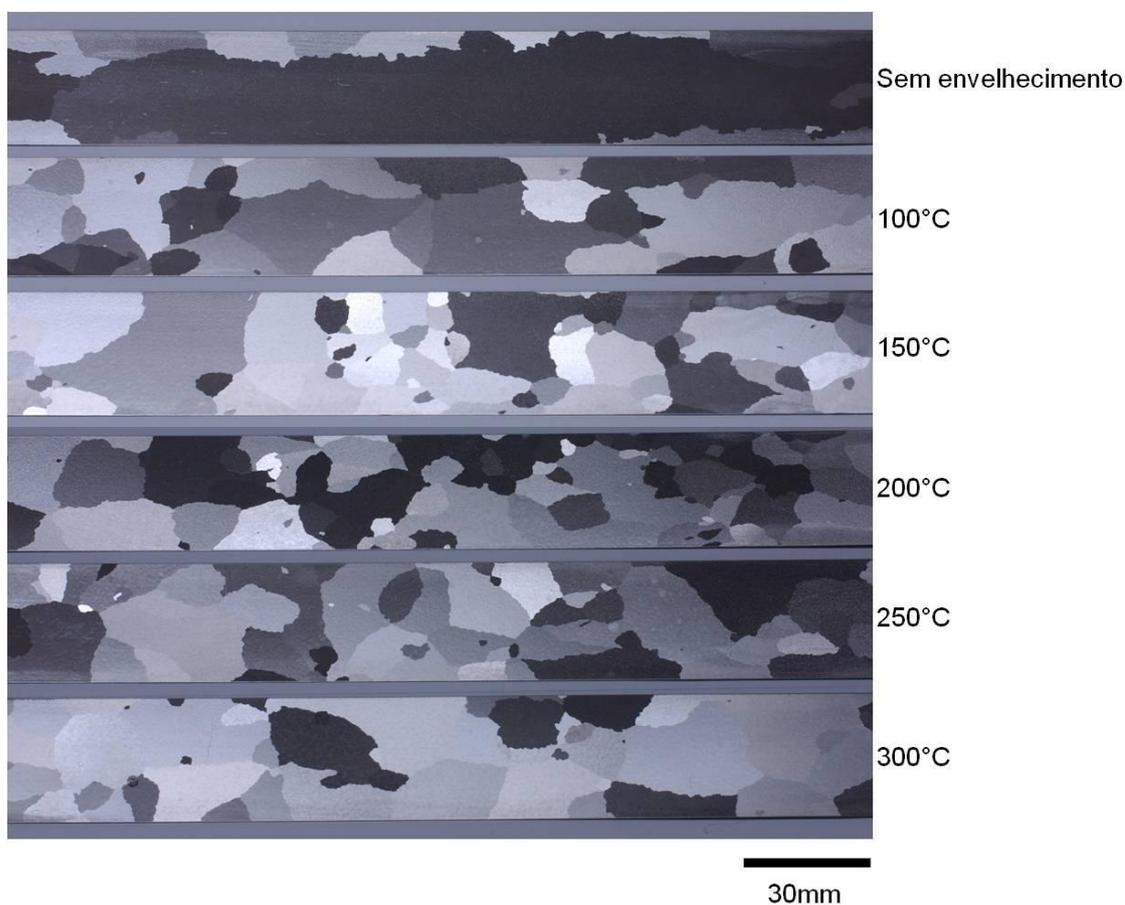


Figura 5.17 – Macroestrutura das amostras após recristalização secundária.
Decapagem com HCl 20 %, 60 °C.

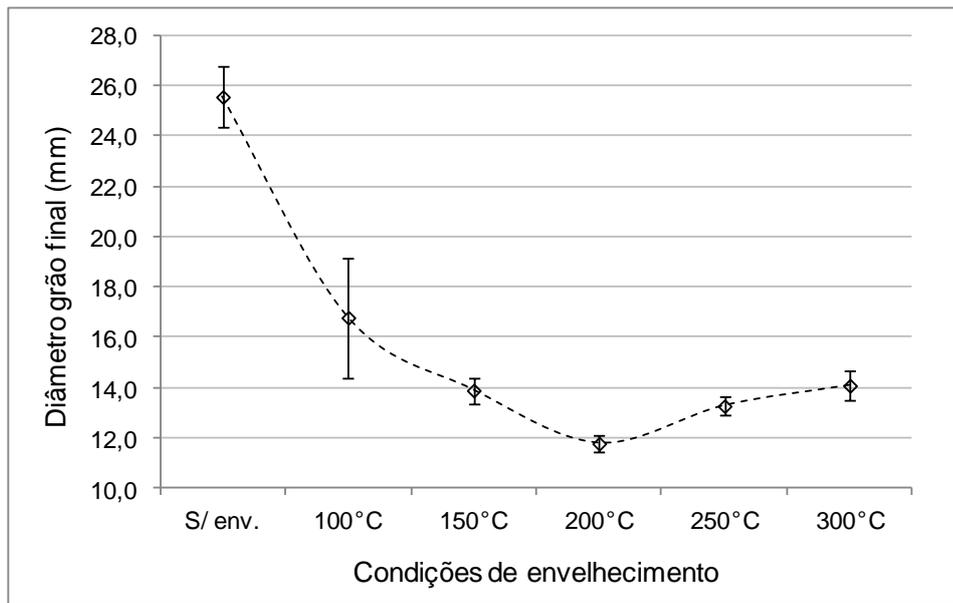


Figura 5.18 – Tamanho de grão após recristalização secundária em função da temperatura de envelhecimento entre passes.

6. DISCUSSÃO

6.1. Material de Partida

A microestrutura da amostra após laminação a quente, Figura 5.1, está condizente com o que é esperado para um aço silício de grão orientado de alta permeabilidade, mostrando que os resultados que serão discutidos neste capítulo não sofreram influência devida alguma anormalidade (como por exemplo, grãos grosseiros no centro amostra) observada no material de partida.

O ciclo de recozimento da BQ, observado na Figura 5.3, é importante para a inibição e controle de textura do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade. Em baixa temperatura o nitrogênio está combinado com silício formando nitreto de silício (Si_3N_4). À medida que o material é aquecido ocorre a dissolução do Si_3N_4 liberando o nitrogênio para combinar com o alumínio formando nitreto de alumínio (AlN)^[24].

Cálculos realizados utilizando o software de termodinâmica computacional, *Thermo-calc*, com a base de dados TCFE6 mostraram que a fração de austenita na temperatura de 1105 °C para a composição química da amostra utilizada no estudo é da ordem de 44 %, Figura 6.1. A fração de martensita/perlita observada na microestrutura da amostra após recozimento inicial foi de 4 %, Figura 5.5(a). Este fato leva a concluir que o tempo de encharque de 100 s é curto para austenita atingir o equilíbrio, favorecendo a precipitação de AlN na ferrita ao longo de todo o ciclo de recozimento.

O resfriamento ao ar até 900 °C é para favorecer a inibição de crescimento de grão na recristalização primária devido à precipitação de AlN ^[24].

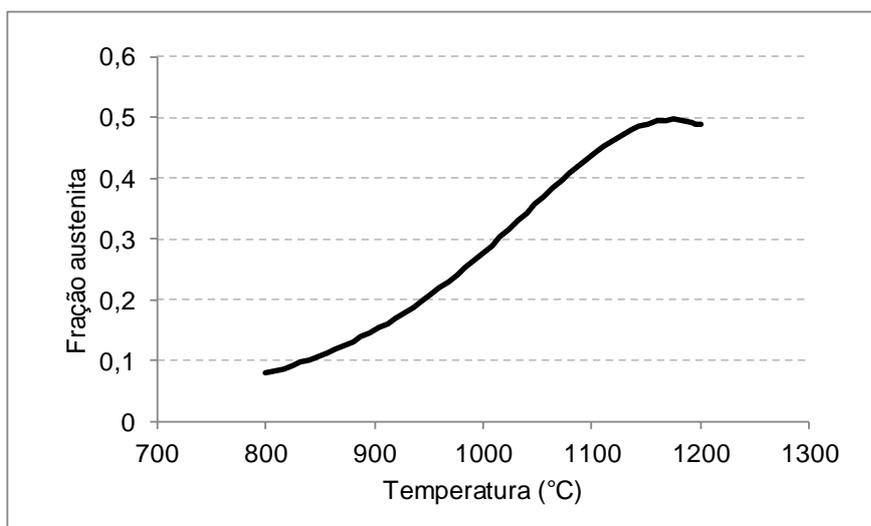


Figura 6.1 - Fração de austenita calculada pelo Thermo-calc.

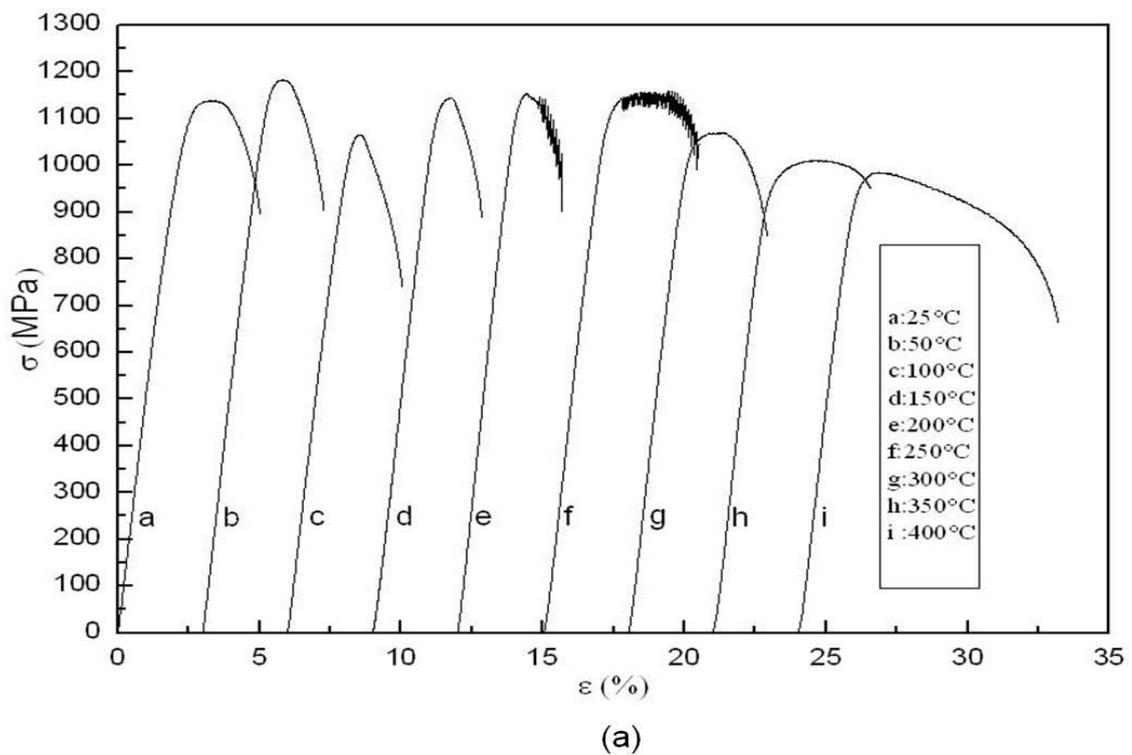
A presença dos carbonetos dispersos na matriz após recozimento inicial, Figura 5.6, está de acordo com a afirmação de Matsuo^[6] e Yoshitomi^[23], de que a têmpera em água quente favorece a formação de finos carbonetos dispersos na matriz, para tornar o envelhecimento entre passes mais efetivo através da liberação de carbono para ancorar o movimento das deslocações durante a laminação a frio.

Carbonetos com tamanho da ordem de 20 nm, conforme os observados na amostra após recozimento inicial podem ser parcialmente dissolvidos (decomposição induzida por deformação) aumentando o teor de carbono em solução durante a laminação a frio. Segundo Abe^[25] e Toge^[28], o carbono dissolvido migra para as deslocações, sob efeito do campo de tensão, formando atmosferas em torno das deslocações, produzindo um efeito de envelhecimento após deformação no material. Esse fato pode ser confirmado pela variação observada no limite de escoamento quando as amostras foram avaliadas separadamente em cada etapa do processo de envelhecimento entre passes, Figura 5.12.

6.2. Susceptibilidade ao Envelhecimento Após Deformação

Para confirmar que as variações observadas nas propriedades mecânicas, apresentadas nas Figura 5.12 e Figura 5.13, podem ser associadas ao

envelhecimento por deformação, amostras do material, após pré-deformação por laminação, com espessura de 1,00 mm foram submetidas a ensaio de tração a quente com taxa de deformação de 10^{-3} s^{-1} de forma a identificar se havia envelhecimento dinâmico, uma vez que todo aço susceptível ao envelhecimento dinâmico também é susceptível ao envelhecimento após deformação^[38]. A Figura 6.2 mostra as curvas tensão *versus* deformação, obtidas para temperaturas variando de 25 °C a 400 °C. Observa-se a ocorrência do fenômeno de serrilhamento denominado efeito *Portevin-LeChatelier* (PLC), associado ao envelhecimento dinâmico, que nos aços de baixo teor de carbono ocorre nas temperaturas de 200 °C e 250 °C para a taxa de deformação utilizada^[39].



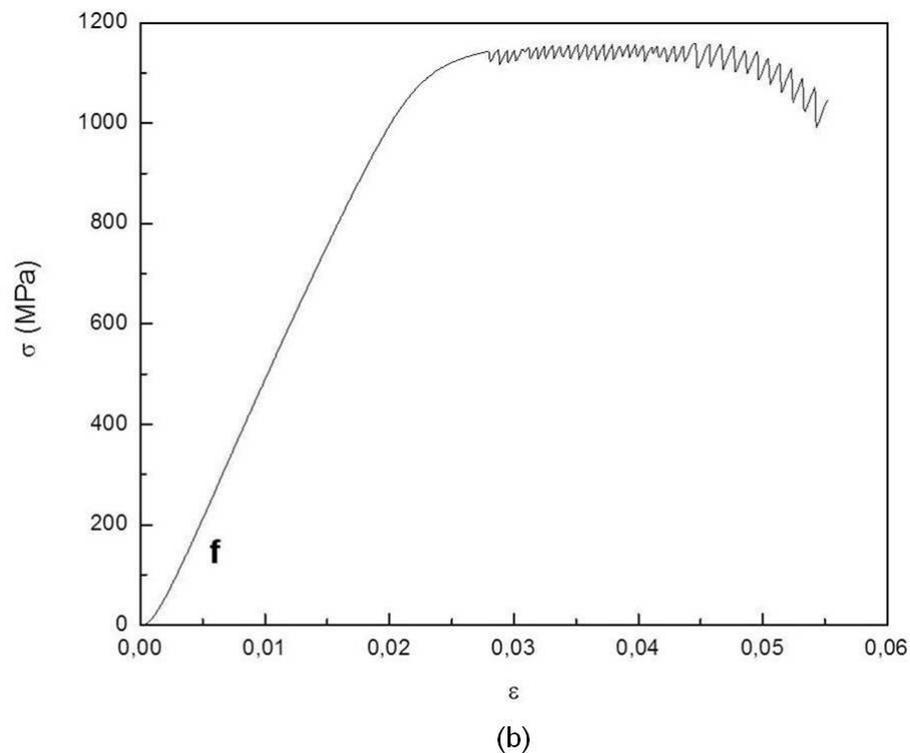


Figura 6.2 - (a) Curvas tensão deformação obtidas usando taxa de deformação 10^{-3}s^{-1} e temperaturas variando de $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $400\text{ }^{\circ}\text{C}$. Todas as medidas começaram na deformação zero. (b) Detalhe do efeito PLC a $250\text{ }^{\circ}\text{C}$.

É importante ressaltar que numa linha de laminação a frio industrial o fenômeno de envelhecimento dinâmico não ocorrerá para este material, porque necessitaria de uma temperatura muito elevada devido à taxa de deformação ser bastante superior (da ordem de 10^3 s^{-1}) à que foi empregada no ensaio de tração a quente. Isto se deve ao fato de que o envelhecimento dinâmico ocorre num amplo intervalo de temperatura que depende da velocidade de deformação. Aumentando a velocidade de deformação, elevam-se os limites superior e inferior de temperatura^[33].

6.3. Comportamento da Estrutura de Deformação

O efeito do envelhecimento entre passes nas propriedades mecânicas, levando em conta a variação no limite de escoamento, é maior na temperatura de $200\text{ }^{\circ}\text{C}$. Figura 5.12. Considerando a morfologia e densidade das deslocações, esse efeito também é maior a $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ como pode ser visto na Figura 5.8. Uma subestrutura mostrando maior

densidade de deslocações apresentando distribuição celular após envelhecimento entre passes de laminação a frio também foi reportada por Hong e Han^[27].

O fato da fração de grãos com orientação de Goss diminuir nas temperaturas de 250 °C e 300 °C, Figura 5.7, e a distribuição das deslocações tender novamente a uma morfologia tipo tiras com menor densidade de deslocações na temperatura de 300 °C, Figura 5.8, é um indicativo de que o efeito de envelhecimento após deformação sofre uma redução, provavelmente devido à tendência à diluição das atmosferas, desancorando as deslocações em decorrência das intensas vibrações térmicas existentes em temperaturas elevadas^[38,39].

Haratani^[17], em seu trabalho com monocristais de Fe 3%Si relata que grãos com orientações próximas do exato Goss nucleiam em bandas de cisalhamento. Em adição, Dorner^[19] e colaboradores, estudando a microestrutura do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade durante o processo de produção industrial relataram que pequenas áreas com orientação de Goss estão presentes na microestrutura de laminação a frio.

De acordo com Hong e Han^[27], o envelhecimento entre passes dificulta a laminação devido ao aumento do limite de escoamento do material. Como a deformação é imposta pela laminação o material tende a formar bandas de cisalhamento. Se o material ficou mais resistente quando foi tratado entre passes de laminação na temperatura de 200 °C, Figura 5.12, é coerente o fato da maior fração volumétrica das orientações em torno do exato Goss, Figura 5.7, também ser maior para a temperatura de envelhecimento de 200 °C no material após laminação a frio.

Adicionalmente, a redução na fração volumétrica das orientações em torno do exato Goss nas temperaturas de 250 °C e 300 °C para o material após laminação a frio também está de acordo com a redução na variação do limite de escoamento observado nas propriedades mecânicas para essas mesmas temperaturas após tratamento de envelhecimento após deformação.

6.4. Comportamento Após Recristalização Primária

A variação no tamanho de grão após recristalização primária foi pequena quando se comparou a amostra laminada sem tratamento de envelhecimento entre passes com as demais, Figura 5.9. A determinação de tendência com os dados das seis condições de envelhecimento foi realizada e os resultados foram avaliados através do valor da estatística “F” retornado pela projeção linear. O valor observado de “F” é usado para determinar se a relação observada entre as variáveis dependentes e independentes ocorre por acaso. O alto valor da estatística “F” mostrou que embora a variação no tamanho de grão seja pequena, e considerando o erro, a tendência de redução do tamanho de grão com o tratamento de envelhecimento é confiável.

A redução no tamanho de grão após recristalização primária causada pelo encruamento da microestrutura devido ao envelhecimento entre passes não se mostrou tão evidente como a apresentada no trabalho de Hong e Ham^[27], entretanto está de acordo com os resultados de Flowers e Wright^[22].

O diâmetro de grão após recristalização primária pode ser visto como uma medida da inibição ao crescimento de grão. A pequena variação no diâmetro de grão primário do material provavelmente se deve ao fato de que a inibição foi muito forte, atrapalhando a observação deste efeito.

Segundo Tanino^[21], o principal efeito do envelhecimento entre passes na recristalização primária é a formação de grãos com orientações dispersas distribuídas de (210)[001] para (120)[001] em torno do exato Goss, que podem crescer anormalmente (recristalização secundária). Eles são formados por coalescência dos grãos de recristalização primária, os quais nuclearam nas bandas de cisalhamento e deformação com orientações semelhantes dispersas nos grãos originalmente com orientação de Goss. Essa observação é confirmada pelo fato de que a fração volumétrica da orientação Goss e orientações próximas do exato Goss continuam sendo maior nas amostras que sofreram envelhecimento entre passes de laminação, após recristalização primária como pode ser visto na Figura 5.11.

Outro ponto que está em concordância com a afirmação de Tanino^[21], é que a fração volumétrica das componentes de textura (110)[001] e {012}⟨001⟩ cresce no material

após recristalização primária, quando comparada com o material deformado, após laminação a frio, como mostra a Figura 6.3.

A redução das componentes $\{111\}\{11\bar{2}\}$ e $\{554\}\{22\bar{5}\}$ na textura de recristalização primária em função do tratamento de envelhecimento entre passes de laminação, Figura 5.11, sugerindo um crescimento preferencial de $(110)[001]$ consumindo os grãos deformados com estas orientações está de acordo com o relatado por Flowers e Wright^[22].

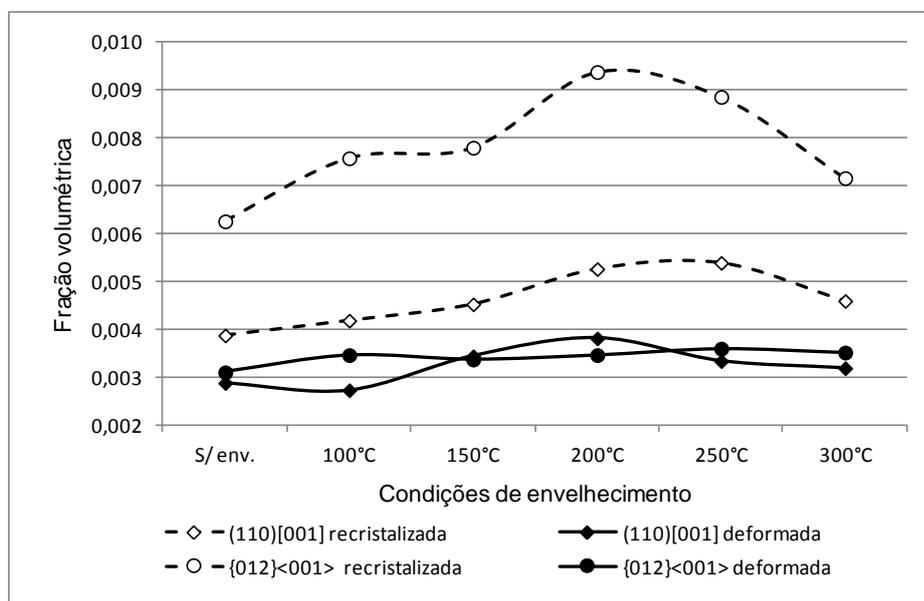


Figura 6.3 - Fração volumétrica das orientações $(110)[001]$ e $\{012\}\langle 001 \rangle$ nas amostras após laminação a frio e após recristalização primária em função da temperatura de envelhecimento entre passe de laminação.

Existe boa correlação da variação no limite de resistência entre a amostra processada sem tratamento de envelhecimento entre passes e as amostras que foram envelhecidas três vezes consecutivas nas diversas temperaturas estudadas, Figura 5.13, com a fração volumétrica da orientação de Goss calculada com 11° de desvio, após recristalização primária, como mostra a Figura 6.4.

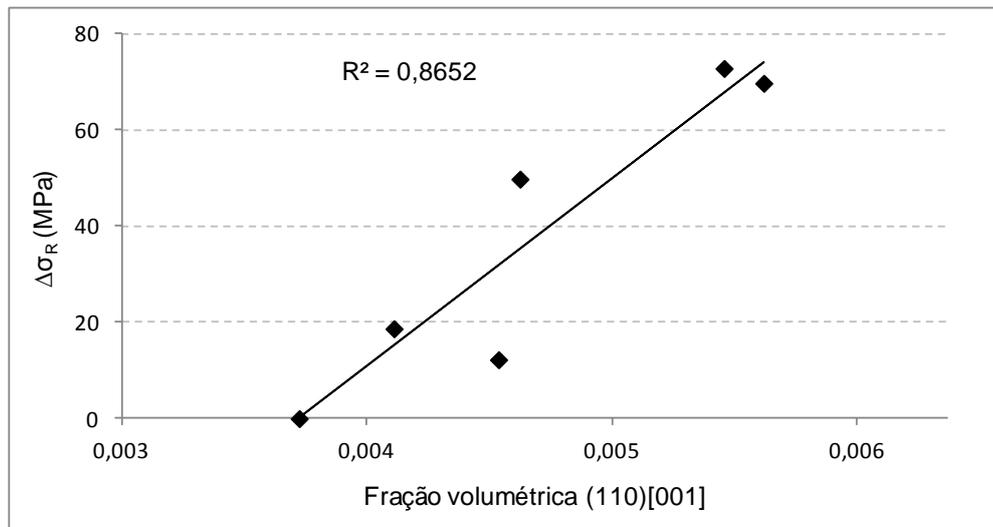


Figura 6.4 – Correlação entre variação no limite de resistência e fração volumétrica de Goss após recristalização primária.

O efeito do envelhecimento entre passes na recristalização primária com respeito à formação de grãos que irão crescer anormalmente para recristalização secundária pode ser avaliado através da Figura 5.11. A maior intensidade das orientações (110)[001] e {012}{001} continua sendo na temperatura de 200 °C, após recristalização primária, em concordância com o que foi discutido para as propriedades mecânicas.

Alguns trabalhos reforçam a teoria de que os contornos especiais do tipo CSL, de menor energia ou maior mobilidade, são responsáveis pelo crescimento anormal dos grãos com orientação de Goss. Nos aços silício de grão orientado de alta permeabilidade, o crescimento dos grãos de Goss tem sido atribuído aos contornos CSL $\Sigma 9$ ^[40].

A probabilidade de se formar um grão que vai crescer anormalmente, recristalização secundária, na matriz de grãos primários é dada pelo produto da probabilidade de um grão de Goss formar contornos especiais $\Sigma 9$ com seu vizinho pela fração de grãos com orientação de Goss presentes após a recristalização primária.

A probabilidade de um grão com orientação de Goss formar contornos CSL $\Sigma 9$ com seu vizinho foi calculada a partir dos dados de orientação cristalográfica obtidos por

difração de raios-x. Estes cálculos foram realizados para a orientação ideal de Goss e para desvios até 5° da mesma em torno das direções normal, transversal e de laminação, em função da temperatura de envelhecimento entre passes conforme pode ser visto na Figura 6.5.

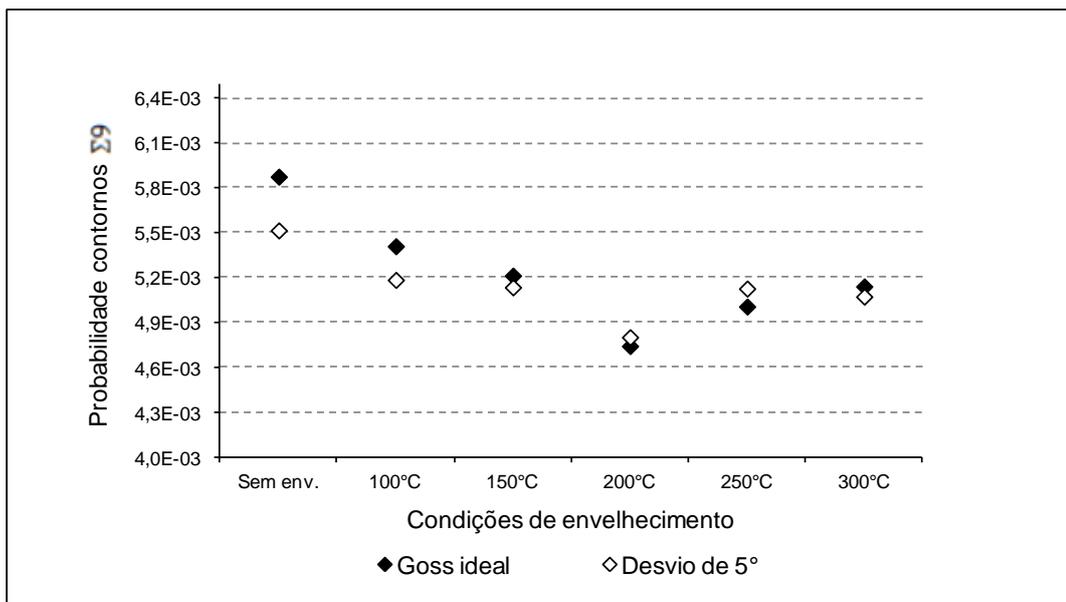


Figura 6.5 – Probabilidade de formação de contornos especiais $\Sigma 9$ com a orientação de Goss.

A probabilidade de formação de contornos $\Sigma 9$ diminui com a temperatura de envelhecimento entre passes de laminação apresentando um mínimo na temperatura de 200°C, indicando que a textura da matriz primária está sendo alterada pela condição de envelhecimento entre passes, entretanto esta alteração não é significativa, pois quando a probabilidade de formação de um grão com potencial para crescer anormalmente é calculada a partir do tamanho de grão final da amostra processada sem tratamento de envelhecimento entre passes e da amostra envelhecida na temperatura de 200°C a variação apresentada é de 467%, enquanto que a probabilidade de formar contornos $\Sigma 9$ varia muito menos para as mesmas condições, aproximadamente 20%. Este fato indica que o que está prevalecendo para a formação de grãos que vão crescer anormalmente na recristalização secundária é a fração de grãos com orientação de Goss após recristalização primária. Então, a maior intensidade da orientação de Goss observada na temperatura de 200°C nesta etapa

do processo, Figura 5.11, está coerente com o menor tamanho de grão após recristalização secundária observado na amostra que foi processada com tratamento de envelhecimento entre passes de laminação a 200°C. Figura 5.18.

6.5. Propriedades Magnéticas

A perda magnética é influenciada principalmente pelo tamanho de grão e pela indução magnética. Em função destes parâmetros, através da análise de projeção linear, a perda magnética pode ser expressa por:

$$p = 0,00950 \times TG - 0,00267 \times B_8 + 6,0235 \quad \text{Equação [6.1]}$$

Onde, p é a perda magnética calculada, TG o tamanho de grão final das amostras e B_8 a indução magnética. Vale ressaltar que esta equação só é válida dentro do limite dos dados usados. A correlação dos dados experimentais com os calculados é mostrada na Figura 6.6.

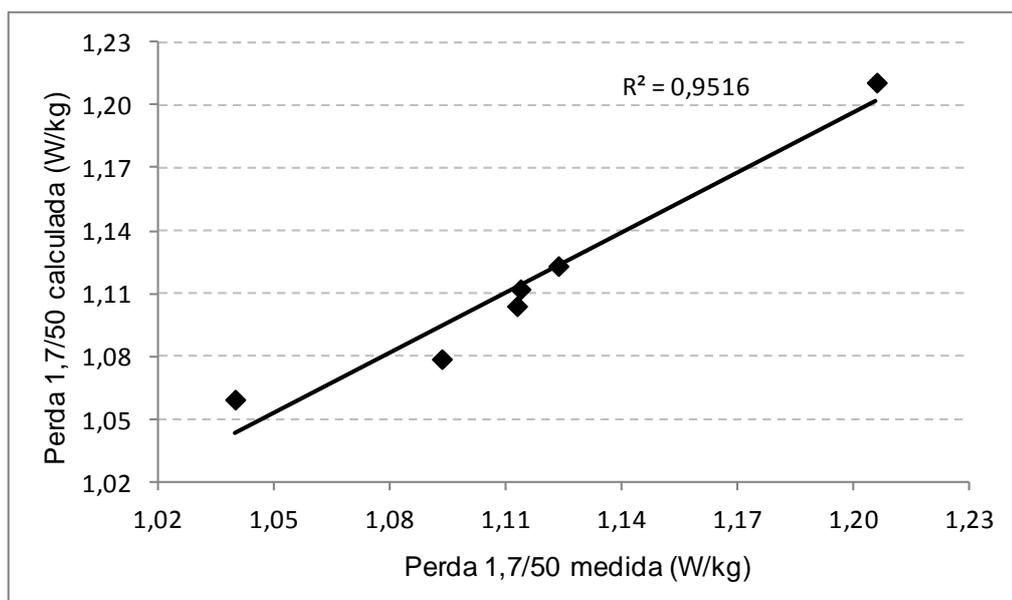


Figura 6.6 – Valores experimentais de perda magnética em função dos valores calculados pela equação 6.1.

Eliminando a influência da indução magnética, ou seja, fazendo o ajuste através da equação 6.1 para um valor de B_8 constante, igual a 1900 mT, podemos observar na Figura 6.7 que a perda magnética diminui com a redução do tamanho de grão após recristalização secundária. Essa mesma tendência também foi observada por Flowers e Wright^[22].

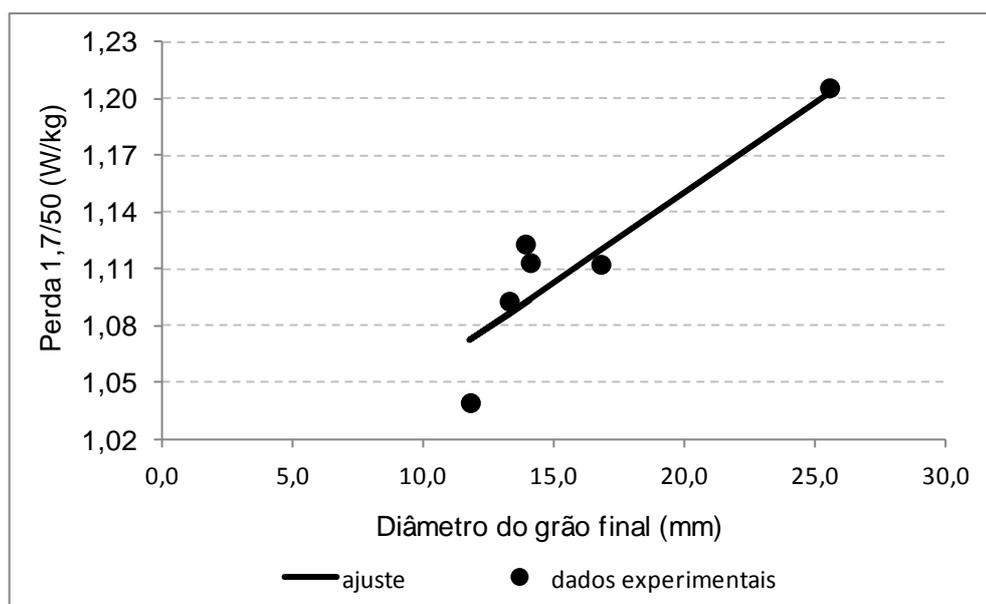


Figura 6.7 – Perda magnética em função do tamanho de grão após recristalização secundária.

Como pode ser verificado na Figura 6.8, fazendo o ajuste pela equação 6.1 para um tamanho de grão constante igual a 16 mm não se observa boa correlação da perda magnética com o valor de B_8 , ao contrário do que se é esperado normalmente. Isso significa que o efeito da indução magnética sobre a perda é pequeno. O efeito do tamanho de grão final, que é afetado pelo tratamento de envelhecimento entre passes, é muito maior. Em concordância os dois pontos que apresentam maior dispersão na Figura 6.8 são justamente os extremos, ou seja, referentes à amostra que foi processada sem tratamento de envelhecimento entre passes e a amostra que foi processada à temperatura de 200 °C e apresentou o menor tamanho de grão após recristalização secundária.

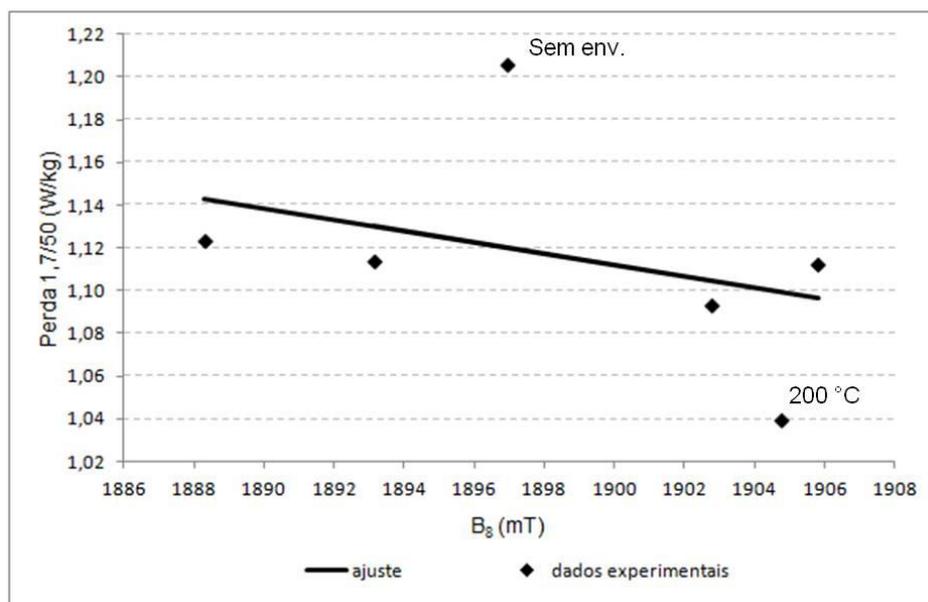


Figura 6.8 – Perda em função da indução magnética.

A pequena variação na indução magnética observada na Figura 5.16 deve ser devida a outros fatores (como, por exemplo, diferenças provocadas pela própria amostragem) que não serão discutidos neste trabalho. Os dados mostram que essa variação não está relacionada com o tratamento de envelhecimento entre passes de laminação, entretanto alguns autores^[22,23,27] afirmam que envelhecimento entre passe de laminação melhora a indução magnética.

7. CONCLUSÕES

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

1. A perda magnética do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade diminui com a redução do tamanho de grão após recristalização secundária, devido ao envelhecimento entre passes, alcançando o melhor resultado na temperatura de 200 °C.
2. O tratamento de envelhecimento entre passes de laminação reduz o tamanho de grão após recristalização secundária provocando o menor tamanho de grão na temperatura de 200 °C.
3. A soma das frações volumétrica das componentes de textura (110)[001] e {012}<001> na microestrutura deformada atinge o máximo na temperatura de envelhecimento de 200°C, em concordância com o maior efeito do envelhecimento após deformação nesta temperatura.
4. O tratamento de envelhecimento entre passes provoca a redução das componentes {554}<225̄> e {111}<112̄> e aumenta as frações das componentes (110)[001] e {012}<001> na textura de recristalização primária.
5. O tratamento de envelhecimento entre passes de laminação não afeta os valores de indução magnética do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade.
6. O tratamento de envelhecimento entre passes não influencia a morfologia da camada superficial de filme de vidro nem a purificação do material após recozimento final.
7. Existe boa correlação da variação no limite de resistência das amostras devido ao envelhecimento após deformação com a fração volumétrica da orientação de Goss após recristalização primária, sugerindo que os grãos com orientação de Goss nucleiam em bandas de cisalhamento que ocorrem no material em função da resistência à deformação resultante dos efeitos de envelhecimento.

8. Confirmou-se que as mudanças observadas nas propriedades mecânicas do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade após o tratamento de envelhecimento entre passes de laminação são devidas ao fenômeno de envelhecimento após deformação.
9. A maior variação no limite de escoamento das amostras envelhecidas ocorreu na temperatura de 200 °C nas três espessuras avaliadas, mostrando que o envelhecimento após deformação é mais efetivo nesta temperatura.
10. O efeito de envelhecimento após deformação é mais acentuado na espessura de 0,70mm, 70% de redução.

8. CONTRIBUIÇÕES DO TRABALHO

- Contribuição para viabilização da produção industrial do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade com propriedades magnéticas otimizadas, através da determinação da melhor temperatura para realização do tratamento de envelhecimento entre passes de laminação a frio.

- Determinação da relação entre envelhecimento após deformação e % de redução, mostrando que a melhor espessura para efetuar o envelhecimento entre passes de laminação no material estudado é 0,70 mm.

9. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar o efeito do tempo de estocagem entre o recozimento da bobina laminada a quente e a laminação a frio, através de um estudo de como o envelhecimento da amostra laminada a quente e recozida antes da laminação a frio, afeta o envelhecimento entre passes e as propriedades magnéticas do produto final.
- Estudar o efeito do envelhecimento entre passes na formação de bandas de cisalhamento e regiões com orientação de Goss nestas bandas.
- Estudar o efeito da microestrutura original, sobre o envelhecimento entre passes de laminação a frio, através da modificação das condições de recozimento inicial.

10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] AINSLIE, N. G.; SEYBOLT, A. U. **Diffusion and solubility of sulfur in Iron and silicon-iron alloys**. ISIJ International, v.194, p. 341-350, 1960.
- [2] LANDGRAF. F. e outros. **Processamento e microestrutura de aços silício de grão orientado**. Curso organizado pelo Laboratório de Metalurgia do Pó e Materiais Magnéticos. IPT, São Paulo, 2001.
- [3] NOZAWA T. et al (1996) apud USHIGAMI Y. et al. **Recent development of low-loss grain-oriented silicon steel**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v. 254-255, p. 307-314, 2003.
- [4] TAGUCHI S.; SAKAKURA A. **process of producing single-oriented silicon steel**. US patent nº 3,159,511. December 1, 1964.
- [5] 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.
- [6] MATSUO, M. **Texture control in the production of grain oriented silicon steels**. ISIJ International, v. 29 (10), p. 809-827, 1989.
- [7] KUMANO T., OHATA Y., FUJII N., USHIGAMI Y., TAKESHITA T. **Effect of nitriding on grain oriented silicon steel bearing aluminum**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, p. 602-607, 2006.
- [8] XIA Z.; KANG Y. and WANG Q. **Developments in the production of grain-oriented electrical steel**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v. 320, p. 3229-3233, 2008.
- [9] SAKAI T. et al. **Secondary recrystallization process of high permeability grain oriented silicon steel**. 6th International Conference on Texture of Materials. ISIJ International, Tokio, p. 938-947, 1981.

- [10] BARRET, C. S. **Structure of metals**. First edition. New York. McGraw-Hill, 567p., 1952.
- [11] HUMPHREYS, F. J. and HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. Second edition. Kidlington: Elsevier, 574p., 2004.
- [12] WALTER, J. L. and KOCH, E. F. **Electron microscope study of the structures of cold rolled and annealed (100)[001] crystals of high purity silicon iron**. Acta Metallurgica, v. 10, p. 1059-1075, 1962.
- [13] MURAKAMI, K.; OHATA, Y.; CHANG, C.; SENUMA, T. **Influence of shear bands on the recrystallization texture in Fe-3%Si alloy**. In GOTTSTEIN, G.; MOLODOV, D. A. Recrystallization and grain growth: Proceedings of the First Joint International Conference. Springer-Verlag, p. 1197-1202, 2001.
- [14] DORNER, D.; ZAEFFERER, S.; RAABE, D.; **Retention of the goss orientation between microbands during cold rolling of an Fe3%Si single crystal**. Acta Materialia, vol. 55, p. 2519-2530, 2007.
- [15] DILLAMORE, I. L. **Lattice curvatures produced by the heavy deformation of polycrystals**. Texture of Crystalline Solids, v. 70, p41-56, 1980.
- [16] KAWASAKI, K. and MATSUO, M. **Deformation structures as nucleation sites for recrystallization**. Testsu-to-Hagané, v. 70, p. 1808-1815, 1984.
- [17] HARATANI, T.; HUTCHINSON, W. B.; DILLAMORE, I. L.; BATE, P. **Contribution of shear banding to origin of goss texture in silicon iron**. Metal Science, v. 18, p. 64, 1984.
- [18] BOTTCHEER, A.; LUCKE, K. **Influence of subsurface layers on texture and microstructure development in RGO electrical steel**. Acta Metall. Mater, v 41, p. 2503-2514, 1993.
- [19] DORNER D.; ZAEFFERER S.; LAHN L.; RAABE D. **Overview of microstructure and microtexture development in grain-oriented silicon steel**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v. 304, p. 183-186, 2006.

[20] MATSUO, M.; HAYAMI, S.; NAGASHIMA, S. **Formation mechanisms of annealing textures in low carbon steel sheets.** Proceedings Int. Conf. on Science e Technology of Iron & Steel. ISIJ, v. 11, p. 867-871, 1971.

[21] TANINO, M. et al. **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.

[22] FLOWERS, J. W. and WRIGHT, W. S. **Primary textures of a highpermeability silicon steel cold rolled with interpass aging.** Journal of Applied Physics. American Institute of Physics, v. 57, p. 4217-4219, 1985.

[23] YOSHITOMI Y.; ARAI S. **Process for producing a grain-oriented electrical steel sheet having superior magnetic characteristic.** European Patent Application n° 0393508. April, 12, 1990.

[24] YOSHITOMI, Y. et al. **Influence of annealing before first cold rolling on secondary recrystallization of Fe-3%Si alloy.** Materials Transactions, JIM, v. 35, n° 10, p. 679-688, 1994.

[25] ABE, H.; SUZUKI, T.; TAKAGI, K. **Effects of the size and morphology of cementite particles on the annealing texture in low-carbon aluminium-killed steel.** Transactions ISIJ, v. 21, p.100-108,1981.

[26] LIDA Y.; IWAMOTO K.; GOTO T. and MATOBA I. **The influence of very finely dispersed carbides on primary recrystallization texture in 3,3% Si steel.** Testuo-to-Hagane, v. 70, ISIJ, p.2041-2048, 1984.

[27] HONG B. D.; HAN K. S. **Effect of inter-pass aging on recrystallization texture in 3% Si grain-oriented electrical steels.** Materials Science Forum, v. 408-412, p. 1245-1250, 2002.

[28] TOGE T., MURAKI M.; KOMATSUBARA M. and OBARA T. **Origin of recrystallization texture evolution and active slip systems in cold rolled 3% Si-Fe (100)[011] single crystal.** ISIJ international, v. 38, n° 6, p. 524-530, 1998.

- [29] LESLIE, W. C. **The physical metallurgy of steels**. International Student Edition. New York. McGraw-Hill, 396p, 1982.
- [30] STAIGER, M. P. et al. **Multistage strain aging of low-carbon steels**. Materials Science and Engineering, v. 364, p. 34-47, 2004.
- [31] DEHGHAMI, K. and JONAS, J. J. **Dynamic bake hardening of interstitial-free steels**. Metallurgical and Materials Transactions, v. 31A, p. 1375-1384, 2000.
- [32] DIETER, G. E. **Mechanical metallurgy**. 3 ed. London. McGraw-Hill, 751p, 1986.
- [33] REED-HILL, R. E. and ABBASCHIAN, R. **Physical Metallurgy Principles**. 3 ed. Boston. PWS-KENT Publishing Company, 926p, 1992.
- [34] BERTOTTI, G. **General Properties of Power Losses in Soft Ferromagnetic Materials**. IEEE Transaction on Magnetics, v. 24, n° 1, p. 621-630. 1998.
- [35] METALS HANDBOOK. **Metallography and Microstructures**. 9 ed. Materials park: ASM International, v.9, 775p, 1985.
- [36] CUNHA, M. A. **Projeto Aço Silício de Grão Orientado de Alta Permeabilidade**. Relatório Final de Estudo P&D Aperam. RT10-728. 33 p., 2011.
- [37] CUNHA, M. A. **Análise do Recozimento em Caixa do Aço Silício de Grão Orientado**. Relatório de Estudo P&D Aperam. IP-49/042. 14 p., 1993.
- [38] WEIDIG, C and GONZALEZ, B. M. **Dynamic strain aging in low carbon steel rods**. Wire Journal International, v. 28, p. 82-85, 1995.
- [39] CALADO, W. R. and GONZALEZ, B. M. **Effects of Dynamic Strain Aging High Temperature Mechanical Properties for a Structural Steel Containing Mo and Nb**. ISIJ International, v. 48, N11, p. 1592-1595. 2008.
- [40] USHIGAMI, Y. et al. **Dynamic Observation of the Growth of Secondary Recrystallized Grains of Fe-3%Si Alloy Utilizing Synchrotron X-Ray Topography**. Materials Science Forum, v. 157-162, p. 1081-1086, 1994.