

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

Dissertação de Mestrado

“Estudo do envelhecimento magnético em aços silício de grão não orientado 2%Si”

Autor: José Rogério de Oliveira Júnior
Orientador: Prof. Dra. Berenice Mendonça Gonzalez
Coorientador: Dr. Sebastião da Costa Paolinelli

Fevereiro/2014

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

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

José Rogério de Oliveira Júnior

ESTUDO DO ENVELHECIMENTO MAGNÉTICO EM AÇOS SILÍCIO DE GRÃO NÃO
ORIENTADO 2%Si.

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

Coorientador: Dr. Sebastião da Costa Paolinelli

Belo Horizonte

Escola de Engenharia da UFMG

Fevereiro/2014

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha mãe Maria das Graças Duarte por SEMPRE acreditar em meu potencial.

À minha amada esposa Priscila, pelo apoio e compreensão durante toda a trajetória deste trabalho.

AGRADECIMENTOS

À Deus pela saúde, serenidade e discernimento, essenciais nessa caminhada.

Aos meus pais, ao meu irmão e toda minha família pelo alicerce e incentivo desde sempre.

À Aperam South America, Centro de Pesquisa, na pessoa do gerente Ronaldo Claret, pela oportunidade e confiança.

À professora Berenice Gonzalez pela orientação e paciência.

Ao pesquisador, coorientador e colega Sebastião Paolinelli, pelas eloquentes discussões metalúrgicas.

Ao professor Marco Antônio Cunha, pelas contribuições técnicas e discussões filosóficas.

À todos os técnicos do Centro de Pesquisas da Aperam, em especial ao laboratório de métodos físicos pelas análises microestruturais.

Ao Nivaldo Ferreira e todo o laboratório da metalurgia de aços elétricos, pelos ensaios para determinação do teor de carbono total.

Aos colegas pesquisadores, Ângelo Fonseca, Carolina Cesconetto, Dirceni Amorim e Leandro Nakamura, pelas sugestões e discussões durante todo o trabalho.

À colega Edna Leite, pela ajuda em providenciar os artigos e livros indispensáveis neste trabalho.

À professora Augusta Cerceau, da UFMG, pela tradução do artigo em alemão.

À colega Marcela Rodrigues, da UFMG, pela realização dos ensaios de tração e ajuda nos gráficos.

SUMÁRIO

DEDICATÓRIA.....	ii
AGRADECIMENTOS	iii
ÍNDICE DE FIGURAS	vii
ÍNDICE DE TABELAS	xi
RESUMO	xiii
ABSTRACT	xiv
1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS.....	3
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3.1. Aços Silício de Grão Não Orientado.....	4
3.2. Propriedades Magnéticas dos Aços GNO	6
3.2.1. Ferromagnetismo e Processos de Magnetização.....	6
3.2.1.1. Domínios Magnéticos e Paredes de Domínio.....	8
3.2.2. Perda Magnética.....	10
3.2.3. Influência da Composição Química e da Microestrutura nas Propriedades Magnéticas.....	11
3.3. Envelhecimento Magnético	15
3.3.1. Solubilidade e Precipitação do Carbono em um aço GNO	16
3.3.1.1. Cinética de Precipitação do Carbono	21
3.3.2. Influência dos Precipitados Sobre as Propriedades Magnéticas	27
3.3.3. Temperatura Crítica de Envelhecimento	31
4. METODOLOGIA	33
4.1. Material	33
4.2. Tratamento Térmico de Envelhecimento.....	34
4.2.1. Ensaio de Envelhecimento para Avaliação do Efeito da Interrupção do Ciclo Térmico	34
4.2.2. Ensaio de Envelhecimento para Avaliação do Efeito da Temperatura de Tratamento sobre as Propriedades Magnéticas e Características Microestruturais.....	36

4.2.3.	Ensaio de Envelhecimento para Avaliação do Efeito do Tempo de Tratamento sobre as Propriedades Magnéticas, Propriedades Mecânicas e Características Microestruturais	37
4.3.	Ensaio Magnéticos	39
4.4.	Caracterização Microestrutural.....	40
4.5.	Ensaio Mecânicos	42
5.	RESULTADOS.....	44
5.1.	Caracterização das Amostras Não Envelhecidas	44
5.2.	Determinação da Influência da Interrupção do Ciclo	45
5.3.	Tratamento Térmico de Envelhecimento	46
5.3.1.	Efeito da Temperatura de Tratamento Sobre o Índice de Envelhecimento.....	46
5.3.2.	Efeito da Temperatura de Tratamento Sobre as Características Microestruturais.....	50
5.3.3.	Efeito do Tempo de Tratamento na Temperatura Crítica Sobre as Características Microestruturais e Propriedades Mecânicas do Aço com 32ppm de Carbono.....	64
5.4.	Determinação da Natureza dos Precipitados Causadores do Envelhecimento Magnético	73
5.4.1.	MET	73
5.4.2.	EBSD	75
6.	DISCUSSÃO	78
6.1.	Material de Partida	78
6.2.	Solubilidade do Carbono na Matriz Ferrítica em Equilíbrio com o Carboneto Épsilon.....	78
6.3.	Efeito Cumulativo do Envelhecimento Magnético.....	81
6.4.	Efeito das Características Microestruturais sobre a Perda Magnética em Função de Diferentes Temperaturas de Tratamento	82
6.5.	Temperatura Crítica de Envelhecimento Magnético	85
6.6.	Efeito das Características Microestruturais sobre a Perda Magnética e as Propriedades Mecânicas ao Longo do Tempo	87

6.7.	Cinética de Envelhecimento Magnético.....	90
7.	CONCLUSÕES.....	94
8.	CONTRIBUIÇÕES DO TRABALHO.....	96
9.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	97
10.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	98
	ANEXO 1.....	102

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 3.1 – Curvas típicas de magnetização um material: (a) diamagnético; (b) paramagnético e (c) ferromagnético ^[7]	6
Figura 3.2 – Curva de magnetização (linha sólida) e ciclo de histerese (linha tracejada) ^[8]	7
Figura 3.3 – Curva B <i>versus</i> H para um material ferromagnético ^[7]	7
Figura 3.4 – Domínios em um material ferromagnético ^[11] . O símbolo  representa a orientação do momento magnético.	9
Figura 3.5 – Estrutura de uma parede de domínio ^[7]	9
Figura 3.6 – Diagrama binário Fe-Si ^[14]	12
Figura 3.7 – Resistividade em função da adição de vários elementos ao ferro ^[8]	13
Figura 3.8 – Aumento no limite de escoamento em função da adição de elementos de liga em aços baixo carbono ^[20]	13
Figura 3.9 – Relação entre o índice de envelhecimento (IE) em função do teor de carbono, para amostras tratadas a 210°C durante 24h ^[25]	14
Figura 3.10 – Influência do tamanho de grão na perda magnética em aços silícios com vários teores de silício ^[23] . Adaptado de (Shimanaka e colaboradores, 1982).	15
Figura 3.11 – Solubilidade do carbono no ferro alfa ^[31]	17
Figura 3.12 – Microestrutura da matriz metálica após envelhecimento à 210°C/24h ^[25]	19
Figura 3.13 – Curva solvus para a cementita e o carboneto de transição no ferro puro e em uma liga Fe-2,3%Si-0.7%Al ^[33]	20
Figura 3.14 – Relação entre a temperatura e a taxa de nucleação ^[40]	21
Figura 3.15 – Curvas de transformação isotérmica para o processo de envelhecimento por deformação em aços ultra baixo carbono ^[41]	22
Figura 3.16 – O aumento percentual da perda magnética depois de várias condições de envelhecimento em uma liga Fe-2,3%Si-0.7%Al com 90ppm de carbono ^[33]	24
Figura 3.17 -Tempo necessário para um aço GNO semiprocessado (Fe-0,71%Si-0,39%Mn-0,0025%C) atingir 10% de IE em várias temperaturas ^[25]	25
Figura 3.18 -Variação do limite de escoamento, durante um tratamento de envelhecimento a 150°C, para as ligas: 1-Fe-0,023%C ; 2-Fe-0,023%C-0,43%Al; 3-Fe-0,022%C-2%Al 7-Fe-0,018%C-5,6%Al ^[17]	25

Figura 3.19 – Comparação entre a cinética de precipitação do carbono e o aumento da coercividade com o tempo em diferentes temperaturas para uma liga Fe-0,019%C ^[42]	26
Figura 3.20 – Evolução do teor de carbono intersticial e o aumento da perda magnética em função do tempo de envelhecimento a 225°C e 1.5T ^[34]	27
Figura 3.21 – O tamanho e a distribuição dos carbonetos de transição após amostras com 50ppm de carbono terem sido envelhecidas por 240h a 150°C a), 205°C b), 260°C c) e 315°C d) ^[33]	30
Figura 3.22 - Variação do tamanho médio e densidade de partículas para um aço GNO semiprocessado (Fe-0,71%Si-0,39%Mn) tratado a 210°C ^[25] . Adaptado de (Marra, 2002).	31
Figura 4.1 - Esquema de amostragem realizado.	33
Figura 4.2 - Amostra "cobaia" com uma presilha soldada para inserção do termopar. 35	
Figura 4.3 – Fluxograma ilustrando o procedimento de interrupção do ciclo térmico e o critério para finalização do ensaio.	37
Figura 4.4 - Parte superior e inferior do suporte com as amostras para a realização do ensaio a 180°C a) Parte inferior: amostras destinadas ao ensaio mecânico (1 e 2) e amostras destinadas à análise metalográfica (3). b) Parte superior: amostras destinadas ao ensaio magnético.	38
Figura 4.5 – Periodicidade de retirada de amostras para cada tipo de ensaio.	39
Figura 5.1 - Micrografia, via MEV, de uma amostra não envelhecida (aço 2 - C:32ppm). Ataque nital 5%.	44
Figura 5.2 - Variação do IE na condição 1T/50Hz para amostras do aço 02 (C:32ppm) tratadas a 225°C com e sem interrupção de ciclo.	45
Figura 5.3 - Micrografias, via MO, de amostras do aço 2 (C:32ppm) tratadas a 225°C. a) 24h com interrupção de ciclo (amostra 2) b) 24h sem interrupção de ciclo (amostra 3).	46
Figura 5.4 - Curvas de envelhecimento magnético para o aço 01 a 100-225°C.	47
Figura 5.5 - Curvas de envelhecimento magnético para o aço 02 a 100-225°C.	48
Figura 5.6 - Curvas de envelhecimento magnético para o aço 03 a 100- 225°C.	49
Figura 5.7 - Máximo IE atingido em função do teor de carbono e da temperatura.	50
Figura 5.8 - Micrografias, via MEV, de amostras do aço 1, após ensaio de envelhecimento. a) C:23ppm 100°C/3100h; b)C:20ppm 150°C/2100h; c)C:21ppm 200°C/850h; d) C:18ppm 225°C/300h.	52

Figura 5.9 - Variação do tamanho médio de partículas e do número de partículas por área em função da temperatura de tratamento para o aço 1.	53
Figura 5.10 - Distribuição dos precipitados, por faixa de tamanho, para cada temperatura (aço 1).....	54
Figura 5.11 - Micrografias, via MEV, de amostras do aço 2, após ensaio de envelhecimento. a) C:33ppm 100°C/3100h; b)C:33ppm 150°C/1100h; c) C:31ppm 180°C/600h; d)C:33ppm 200°C/500h; e)C:31ppm 225°C/200h.	57
Figura 5.12 - Variação do tamanho médio de partículas e do número de partículas por área em função da temperatura de tratamento para o aço 2.	57
Figura 5.13 - Distribuição dos precipitados, por faixa de tamanho, para cada temperatura (aço 2).....	58
Figura 5.14 - Micrografias, via MEV, de amostras do aço 2, após ensaio de envelhecimento. a) C:30ppm 275°C/460h; b) C:30ppm 300°C/300h.	59
Figura 5.15 - Micrografias, via MEV, de amostras do aço 3, após ensaio de envelhecimento. a)C:48ppm 100°C/3100h; b)C:49ppm 150°C/1900h; c)C:48ppm 200°C/500h; d) C:46ppm 225°C/300h.	61
Figura 5.16 - Distribuição bimodal observada na amostra do aço 3 tratado a 150°C durante 1900h.....	62
Figura 5.17 - Variação do tamanho médio de partículas e do número de partículas por área em função da temperatura de tratamento para o aço 3.	63
Figura 5.18 - Distribuição dos precipitados, por faixa de tamanho, para cada temperatura (aço 3).....	63
Figura 5.19 - Evolução da precipitação em uma amostra do aço 2 envelhecida a 180°C nos tempos: a)0h b)4,5h c)10,5h d)16,5h e)22,5h f)42h g)91h h)379h i)600h.	69
Figura 5.20 - Número de partículas por unidade de área em função do tempo para o aço 2 envelhecido a 180°C.....	69
Figura 5.21 - Tamanho médio das partículas em função do tempo para o aço 2 envelhecido a 180°C.	70
Figura 5.22 - Distribuição dos precipitados ao longo do tempo para o aço 2 envelhecido a 180°C.	71
Figura 5.23 - Fração volumétrica das partículas em função do tempo para o aço 2 envelhecido a 180°C.	72
Figura 5.24 - Variação da dureza, ao longo do tempo, para o aço 2 tratado a 180°C..	72
Figura 5.25 - Variação do limite de escoamento, ao longo do tempo, para o aço 2 tratado a 180°C.	73

Figura 5.26 - Micrografia, via MET, de uma amostra do aço 3(C:48ppm) envelhecida a 100°C/3100h. O difratograma ao centro, sobreposto à imagem, mostra o plano (001) da matriz. As partículas indicadas pelas setas estão orientadas segundo o plano (001).	74
Figura 5.27 - Micrografia, via MET, de uma amostra do aço 3(C:48ppm) envelhecida a 100°C/3100h. O difratograma, na parte superior da imagem, mostra os spots, referente aos precipitados, formando um hexágono regular.	75
Figura 5.28 - Análise, via MO e EBSD, de uma amostra do aço 1 envelhecida a 225°C. a) Micrografia ótica destacando o grão de interesse (setas em preto), os precipitados (seta em vermelho) e o ângulo entre os precipitados em relação à DT. b) Imagem da mesma região a), gerada no software OIM, juntamente com os valores de Φ_1 ; Φ e Φ_2	76
Figura 5.29 - Análise, via MO e EBSD, de uma amostra do aço 3 envelhecida a 225°C. a) Micrografia ótica destacando os precipitados (seta em vermelho) e o ângulo entre os precipitados em relação à DT. b) Imagem da mesma região a), gerada no software OIM, juntamente com os valores de Φ_1 ; Φ e Φ_2	77
Figura 6.1 - Curvas solvus para o carboneto épsilon, considerando a liga em estudo (Fe2%Si) e o ferro puro.	80
Figura 6.2 - Efeito do tamanho médio de precipitados sobre o índice de envelhecimento magnético para os três aços.	84
Figura 6.3 - Efeito da densidade de partículas sobre o índice de envelhecimento magnético para os três aços.	85
Figura 6.4 - Índice máximo de envelhecimento magnético (1T/50Hz) obtido para amostras dos aços 1, 2 e 3 tratados a 100, 150, 200 e 225°C e 180°C para o aço 02.	86
Figura 6.5 - Evolução da curva de histerese, ao longo do tempo, para o tratamento de envelhecimento de uma amostra do aço 2 a 180°C.	88
Figura 6.6 - Efeito do tamanho médio dos precipitados sobre o limite de escoamento, durante o envelhecimento de amostras da liga 2 a 180°C.	89
Figura 6.7 - Variação da perda magnética e do limite de escoamento, ao longo do tempo, durante o envelhecimento do aço 2 a 180°C.	90
Figura 6.8 - Tempo necessário para amostras do aço 2 atingirem um IE de 5% em várias temperaturas.	91
Figura 6.9 - Tempo necessário para amostras do aço 1 e 3 atingirem um IE de 10% em várias temperaturas.	92

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 3.1 – Classificação dos aços silício GNO APERAM ^[5]	4
Tabela 3.2 – Solubilidade do carbono e nitrogênio no ferro-alfa e ferro-gama ^[30]	17
Tabela 3.3 – Resultados do ensaio de atrito interno (teores em ppm) ^[25]	18
Tabela 4.1 – Composição química dos aços GNO 2%Si (% em peso).	33
Tabela 4.2 - Procedimento e periodicidade do ensaio para determinação da influência de interrupção do ciclo.	35
Tabela 4.3 – Número e dimensões das amostras para cada ensaio.	38
Tabela 4.4 - Análises realizadas de acordo com o tipo e temperatura de tratamento. .	40
Tabela 5.1 - Propriedades mecânicas iniciais do aço 2 (amostras não envelhecidas C:32ppm).	44
Tabela 5.2 - Temperatura crítica de envelhecimento por faixa de carbono.	49

ÍNDICE DE NOTAÇÕES

- GNO – Grão não orientado;
- IE – Índice de envelhecimento magnético [%];
- M – Magnetização por unidade de volume [A/m];
- H – Intensidade de campo magnético [A/m];
- H_c – Força coerciva [A/m];
- B – Indução magnética [T];
- B_r – Indução magnética remanente [T];
- μ – Permeabilidade magnética [$H\ m^{-1}$];
- MEV – Microscópio eletrônico de varredura;
- SE - *Secondary Electron*: elétrons secundários;
- LTC - *Low Temperature Carbide*: Carboneto de baixa temperatura;
- MET – Microscópio eletrônico de transmissão;
- EBSD - *Electron Backscatter Diffraction* : Difração de elétrons retro espalhados;
- DT - Direção Transversal;
- DL - Direção de Laminação;

RESUMO

Neste trabalho, foi estudado o efeito do tempo e temperatura no tratamento de envelhecimento sobre as características microestruturais, as propriedades magnéticas e mecânicas de um aço silício de grão não orientado contendo 2%Si. Amostras provenientes de uma bobina laminada a frio (BF), após recozimento final, com dimensões de 305x30x0,54mm e três diferentes teores de carbono (20, 32 e 46ppm), foram submetidas a tratamentos de envelhecimento a partir de 100 até 275°C. Durante o tratamento térmico de envelhecimento de cada amostra, o ciclo foi interrompido, em intervalos de tempo variados, para determinação da perda magnética. Ao final do teste, todas as amostras envelhecidas foram avaliadas no microscópio eletrônico de varredura (MEV) para caracterização dos precipitados. A partir dos resultados da variação do índice de envelhecimento magnético (IE) ao longo do tempo para cada temperatura e das análises metalográficas, determinou-se a temperatura crítica de envelhecimento para cada faixa de carbono estudada. Em seguida, amostras com teor de carbono médio de 32ppm foram envelhecidas na temperatura crítica determinada, sendo avaliadas ao longo do tempo as propriedades magnéticas, características microestruturais e propriedades mecânicas. Os resultados determinaram que o aumento da perda magnética ao longo do tempo, para uma dada temperatura, é cumulativo e está associado à precipitação de carbonetos. Associado à temperatura crítica de envelhecimento (180°C) para C:32ppm, um conjunto de características microestruturais que implicam na restrição máxima do movimento dos domínios magnéticos foi determinado. Entre as quais pode se citar, um tamanho médio de precipitados de 1 μ m e uma densidade de partículas de 0,025partículas/ μ m². A precipitação intragranular do carboneto ϵ , entre 100 e 225°C, para as três faixas de carbono estudadas, foi a principal responsável pelo aumento elevado na perda magnética. O teste de envelhecimento realizado na temperatura crítica (180°C) confirmou que o máximo valor alcançado pelo limite de escoamento é atingido bem antes do máximo valor de perda magnética.

ABSTRACT

In this work, the effect of ageing time and temperature on microstructure parameters, magnetic and mechanical properties of the 2%Si non-oriented electrical steel was studied. Cold rolled and annealed samples with 305x30x0,54mm and three different carbon contents 20, 32 and 46ppm were subjected to ageing treatments from 100 until 275°C. During the ageing treatment, in each sample, the cycle was interrupted at varied time intervals in order to determine the core loss. After that, the characterization of the precipitates, in the all the aged samples, was performed in the scanning electron microscope (SEM). Based on the results of the ageing index changing along the time and in the metallographic analyses, the critical ageing temperature for each carbon content was determined. Then, samples with carbon content of about 32ppm were aged in the critical ageing temperature, in order to evaluate the microstructure parameters, magnetic and mechanical properties along the ageing time. The results have revealed that the core loss rise along the time, at given temperature, is cumulative and it is associated with carbide precipitation. Associated with the critical ageing temperature (180°C) for carbon content 32ppm, a set of microstructural features, which implies in the maximal restraint of domain wall motion was determined: average particle size of 1µm and a number of particles per unit area of 0,025/µm². The intragranular precipitation of ε carbide, at temperatures between 100°C and 225°C was the main cause of the increase on core loss. The 180°C ageing test results have confirmed that yield strength peaks are reached quite earlier than the core loss peaks.

1. INTRODUÇÃO

Aços silício são materiais magneticamente macios empregados em núcleos de máquinas elétricas tais como transformadores e motores. As principais características almejadas para esses materiais são: alta permeabilidade magnética e baixa perda magnética. Os aços silício de grão não orientado (GNO) apresentam baixa anisotropia em relação às propriedades magnéticas e são usualmente empregados em aparelhos onde o fluxo magnético muda de direção e sentido com o tempo, como em máquinas rotativas.

A cada inversão de orientação do fluxo magnético, durante o funcionamento de uma máquina elétrica, há uma geração de calor associada à perda magnética do aço presente em seu núcleo. O aumento de temperatura pode provocar a precipitação de uma fração do carbono em supersaturação após recozimento final na matriz ferrítica do aço. Se as partículas que precipitarem possuírem características capazes de reduzir a mobilidade das paredes de domínio magnético, haverá aumento da força coerciva e conseqüentemente do componente histerético da perda magnética, deteriorando as propriedades magnéticas do material. Este fenômeno é conhecido como envelhecimento magnético.

Com o objetivo de simular as condições de serviço de um aço silício GNO e avaliar o impacto sobre suas propriedades magnéticas, é realizado o teste de envelhecimento magnético. Na Aperam são realizados dois tipos de testes, um denominado acelerado (225°C/24h) e outro convencional (150°C/100h), de acordo com as normas NBR 5161 e a ASTM A340, respectivamente. A perda magnética do material é avaliada antes e após o ensaio numa determinada condição de teste. O incremento percentual de perda magnética é denominado índice de envelhecimento magnético (IE).

A extensão com que a precipitação ocorre e a conseqüente deterioração das propriedades magnéticas depende do grau de supersaturação do aço, logo, baixos teores de carbono após recozimento final são objetivados, de forma a reduzir a fração disponível para precipitação. Em linhas gerais, na Aciaria, para se atingir baixos teores de carbono no aço se fazem necessário, por exemplo, tempos de sopro relativamente elevados para que a descarburagem seja mais efetiva. Já na linha de recozimento final,

a bobina deve ser processada numa atmosfera contendo vapor d'água e mais lentamente para garantir que o teor de carbono final objetivado seja atingido.

Atualmente na Aperam, boa parte do aço silício GNO 2%Si produzido na Aciaria já se encontra abaixo de teores que garantem os índices requeridos pelas normas. No entanto, devido a algumas limitações no processo, uma fração da produção requer um tratamento de descarbonetação na linha de recozimento final. Nota-se, portanto, possibilidades de ganhos de produtividade através, por exemplo, do aumento da velocidade da linha no recozimento final. Para tanto, o IE do aço GNO 2%Si, por convenção, não deve exceder 5% quando submetido a qualquer um dos ensaios propostos pelas normas.

Neste trabalho, avaliou-se a variação percentual da perda magnética, em amostras de aço silício GNO 2%Si, com teores de carbono 20, 32 e 46ppm submetidas a diferentes temperaturas de envelhecimento. Ao final de cada tratamento, foram determinadas as características dos precipitados formados, bem como a influência destas características sobre a variação da perda magnética, estabelecendo a temperatura crítica de envelhecimento. Avaliou-se a evolução dos precipitados com o tempo na temperatura crítica, quanto ao tamanho, ao número de partículas por unidade de área e à fração volumétrica, para as amostras com teor de carbono de 32ppm. Estes parâmetros foram correlacionados com as variações da perda magnética e das propriedades mecânicas.

2. OBJETIVOS

Este trabalho tem como objetivo geral a caracterização do mecanismo responsável pelo envelhecimento magnético, em aços silício GNO 2%Si produzidos pela APERAM, avaliando-se a influência de diferentes temperaturas de envelhecimentos e teores de carbono total sobre a microestrutura, propriedades magnéticas e mecânicas.

Os objetivos específicos são:

- Determinar a variação percentual da perda magnética, considerando os três teores de carbono selecionados 20, 32 e 46ppm, em diferentes temperaturas de envelhecimento, apontando o mecanismo responsável pelo envelhecimento magnético.
- Determinar as características dos precipitados formados, ao final de cada tratamento, quanto a tamanho e número de partículas por unidade de área (densidade), estabelecendo a temperatura crítica de envelhecimento para cada teor de carbono estudado.
- Correlacionar a evolução dos precipitados quanto a tamanho, densidade e fração volumétrica, na temperatura crítica de envelhecimento, com as propriedades magnéticas e mecânicas.
- Determinar a relação entre a temperatura e o tempo para se obter um determinado índice de envelhecimento, para os três teores de carbono considerados.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Aços Silício de Grão Não Orientado

Os aços silício de grão não orientado (GNO) são ligas de Fe-Si ou Fe-Si-Al empregadas no núcleo de máquinas elétricas rotativas tais como motores e geradores. Nesses dispositivos o fluxo magnético muda de direção e sentido durante seu funcionamento, exigindo baixa anisotropia planar em termo de propriedades magnéticas ^[1,2]. A orientação (100)[0vw], na qual os planos (100) são paralelos à superfície da chapa e as direções [100] estão distribuídas aleatoriamente no plano da chapa, é considerada a textura “ideal” para o GNO ^[1,2].

Os aços silício GNO podem ser divididos basicamente em dois grupos ^[2,3,4]:

- a) Totalmente processados: São fornecidos com a estrutura final já desenvolvida e com baixo teor de carbono, estando aptos a serem estampados e utilizados sem tratamento térmico posterior.
- b) Semiprocessados: Necessitam de um tratamento térmico posterior, a fim de se reduzir o teor de carbono e ou atingir o tamanho de grão compatível com sua aplicação.

Os aços silício GNO apresentam teores de Si variados dependendo de sua aplicação. Para os aços totalmente processados, produzidos pela Aperam South America, os teores de Si variam de 2% a 3,3%. As perdas magnéticas típicas, medidas nas induções 1,0 e 1,5T e nas frequências 50Hz e 60Hz, para diferentes espessuras e teores de Si são mostradas na tabela 3.1:

Tabela 3.1 – Classificação dos aços silício GNO APERAM ^[5].

Classificação		Espessura (mm)	Perda Magnética (W/kg)			
Referência	Aperam		1,0 T		1,5 T	
			50 Hz	60 Hz	50 Hz	60 Hz
P800-100A(1)	E233	1,00	2,90	3,90	6,25	8,45
P450-65A (1)	E233	0,65	1,73	2,26	3,74	4,92

M600-65	E230		1,83	2,35	3,97	5,16
M470-65	E185		1,76	2,27	3,84	5,01
M450-65	E170		1,69	2,20	3,70	4,85
M400-65	E157		1,61	2,09	3,57	4,70
M530-54	E230	0,54	1,50	1,92	3,23	4,18
P400-50A (1)	E233		1,41	1,81	3,08	3,97
M530-50	E230		1,50	1,92	3,23	4,18
M470-50	E185		1,46	1,88	3,19	4,10
M400-50	E170		1,42	1,83	3,10	4,00
M370-50	E157		1,38	1,77	3,02	3,90
M350-50	E145	0,5	1,33	1,72	2,94	3,82
M330-50	E137		1,24	1,60	2,77	3,58
M310-50	E125		1,11	1,42	2,54	3,28
M290-50	E115		1,08	1,38	2,48	3,21
M270-50	E110		1,04	1,34	2,42	3,13
M250-50	E105		1,00	1,28	2,35	3,05
M230-50	E100		0,93	1,20	2,25	2,91
M330-35	E170		1,23	1,53	2,72	3,41
M300-35	E157		1,16	1,46	2,59	3,26
M290-35	E145		1,10	1,39	2,49	3,15
M270-35	E137	0,35	1,04	1,31	2,37	2,99
M250-35	E125		0,98	1,23	2,25	2,83
M235-35	E115		0,93	1,17	2,14	2,69
M210-35	E110		0,84	1,08	2,05	2,60
M195-35	E100		0,82	1,04	1,93	2,46
(1) Aços de alta permeabilidade						

Historicamente o desenvolvimento dos aços silício GNO foi determinado pela transição de produtos planos laminados a quente para produção em massa de aço GNO laminado a frio. Além disso, a melhoria nos processos de refino secundário, através da redução significativa dos teores de elementos intersticiais, como o carbono, contribuiu para o controle do nível de envelhecimento magnético não exigindo, em alguns casos, uma descarbonetação adicional durante o recozimento final. O uso de ligas com teores de Si de até 3,5% bem como a otimização do tamanho de grão final e da textura, permitiram se atingir menores valores de perda e alta indução magnética [6].

3.2. Propriedades Magnéticas dos Aços GNO

3.2.1. Ferromagnetismo e Processos de Magnetização

Materiais diamagnéticos e paramagnéticos apresentam uma relação linear entre o momento magnético por unidade de volume, M , e intensidade do campo H , considerando circunstâncias normais, e não retêm magnetismo quando o campo é removido. O comportamento destes materiais é mostrado na Figura 3.1, curvas (a) e (b). Já os materiais ferromagnéticos apresentam uma relação não linear entre M e H , conforme ilustra a Figura 3.1, curva (c). Materiais ferromagnéticos podem ainda ser subdivididos em dois grupos magneticamente macios e magneticamente duros. Materiais magneticamente macios possuem elevada permeabilidade e baixa coercividade. Por outro lado, materiais magneticamente duros são caracterizados por baixa permeabilidade e elevada coercividade [7].

Quando a intensidade do campo aumenta de zero até um valor suficiente para deixar a magnetização constante, ou seja, atingir a saturação - M_s , e então decresce novamente, como indicado na Figura 3.1, curva (c) pelas setas, a curva original não é retraçada. A magnetização ficará atrasada em relação ao campo e o valor de M não será reduzido para zero, caracterizando um comportamento irreversível nomeado por Ewing como Histerese magnética do ferro [7]. O traçado total é chamado de curva de histerese, Figura 3.2.

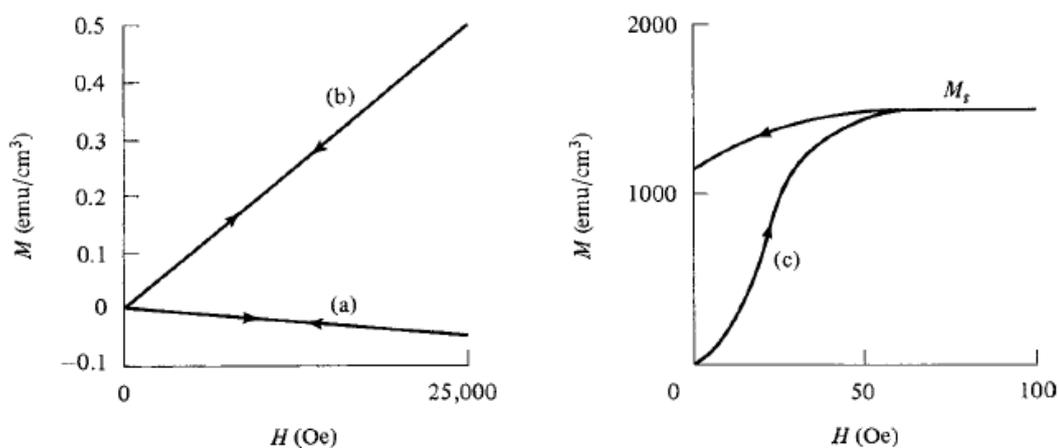


Figura 3.1 – Curvas típicas de magnetização um material: (a) diamagnético; (b) paramagnético e (c) ferromagnético [7].

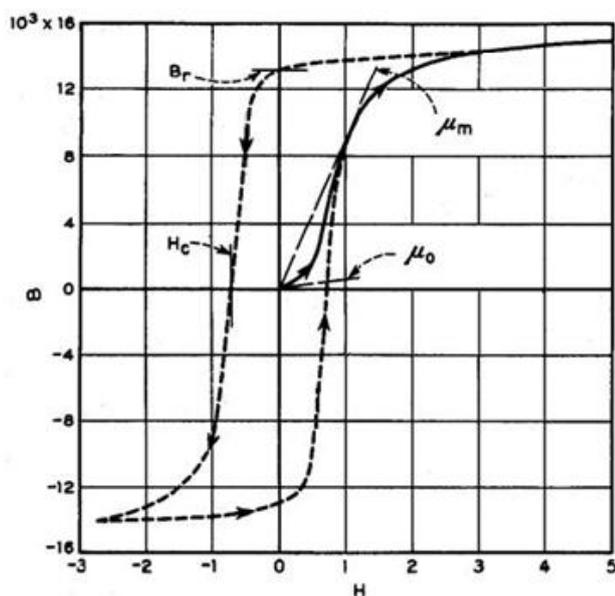


Figura 3.2 – Curva de magnetização (linha sólida) e ciclo de histerese (linha tracejada)

[8].

Embora as curvas M versus H (Figura 3.1) forneçam informações importantes acerca dos materiais ferromagnéticos, engenheiros e pesquisadores buscam compreender a densidade de fluxo ou indução magnética B produzida por um dado campo H , ou seja, as curvas B versus H (Figura 3.3) ou curvas de magnetização, são mais utilizadas do que as curvas M versus H [7]. Sabe-se que praticamente a totalidade do campo magnético existente no entreferro de uma máquina elétrica foi originada no interior do aço e a intensidade desse campo é a indução magnética, medida em T [4].

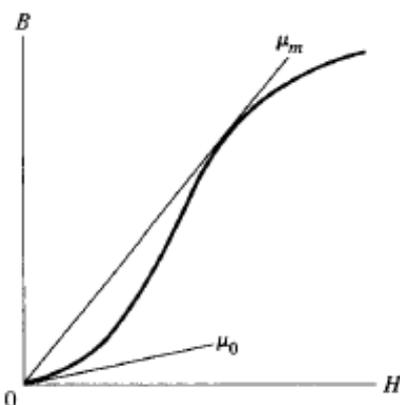


Figura 3.3 – Curva B versus H para um material ferromagnético [7].

A razão B/H é chamada de permeabilidade magnética μ . Sendo μ_0 a permeabilidade inicial e μ_m a permeabilidade máxima. A permeabilidade magnética, μ , medida em $H.m^{-1}$, é definida como o grau de magnetização que um material obtém em resposta a aplicação de um campo magnético, ou seja, é a capacidade de amplificação do campo magnético aplicado ^[4,7]. O valor de H com o qual B residual é levado a zero é chamado de força coerciva ou campo coercivo H_C , medido em A/m . A força coerciva avalia a ordem de grandeza dos campos que devem ser aplicados a um material a fim de reverter sua magnetização. Materiais magneticamente macios como o aço silício GNO são fáceis de magnetizar sendo destinados a aplicações onde baixos campos coercivos são exigidos ^[4,7,8]. Já o valor da indução para $H=0$ é conhecido como indução remanente B_r ^[7,8].

Geralmente, materiais ferromagnéticos são amplificadores do campo magnético, porque o campo interno pode ser algumas ordens de grandeza maior que o externo. Assim, um fluxo magnético relativamente elevado pode ser obtido com campos muito menores, comparado com materiais não ferromagnéticos. Um dos mecanismos envolvidos na amplificação do fluxo é o movimento das paredes de domínio e a mobilidade dessas paredes define a eficiência de um material ferromagnético como amplificador. Em materiais ideais, os domínios estão alinhados paralelos aos campos e as paredes de domínio movem-se lentamente. Entretanto materiais ferromagnéticos reais como em aços silício GNO, os domínios são orientados aleatoriamente e as paredes de domínio estão frequentemente ancoradas por diferentes tipos de defeitos na estrutura cristalina como precipitados, inclusões e deslocamentos ^[9].

3.2.1.1. Domínios Magnéticos e Paredes de Domínio

O conceito de domínio magnético foi primeiramente introduzido por Weiss ^[10] no intuito de explicar alguns fatos experimentais a respeito de materiais ferromagnéticos, como a permeabilidade extremamente alta. De acordo com Weiss, materiais ferromagnéticos são divididos em pequenas regiões, espontaneamente magnetizadas até a saturação, ou domínios. Dentro de um domínio, todos os átomos estão alinhados paralelamente entre si, mesmo sem a aplicação de um campo externo, Figura 3.4. Uma vez que os momentos magnéticos dos domínios apontam aleatoriamente em todas as direções o material, como um todo, terá magnetização nula ^[7,9,10].

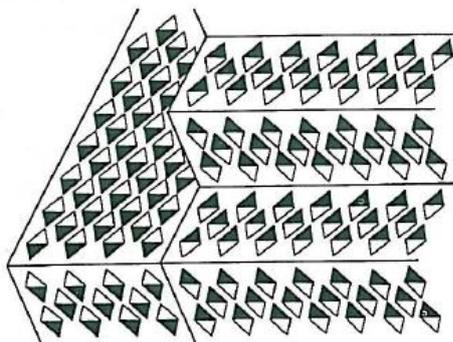


Figura 3.4 – Domínios em um material ferromagnético ^[11]. O símbolo  representa a orientação do momento magnético.

Normalmente, domínios magnéticos são separados por contornos onde a magnetização gira da direção de um domínio para a direção de outro domínio, e esses contornos são conhecidos como paredes de domínios, Figura 3.5. A mudança de orientação de um momento magnético para outro é análoga ao contorno de grão, onde as orientações dos cristais mudam de um grão para o outro. Entretanto em um contorno de domínio a orientação do momento magnético muda gradualmente de um domínio para outro ^[9,11].

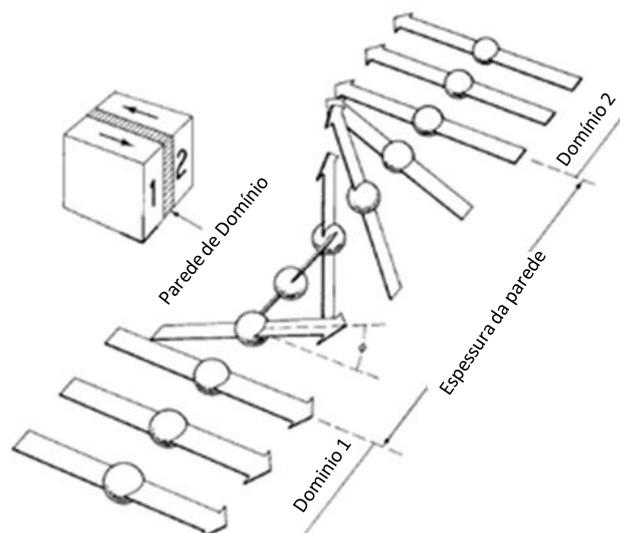


Figura 3.5 – Estrutura de uma parede de domínio ^[7].

A estrutura de domínios que se estabelece nos materiais ferromagnéticos pode ser interpretada como o resultado da competição de diferentes componentes da energia total do sistema. A energia de interação obriga os momentos magnéticos se alinharem

com o campo magnético aplicado externamente. A energia de troca obriga os momentos magnéticos permanecerem alinhados lado a lado. A energia de anisotropia, por sua vez, favorece o alinhamento dos momentos magnéticos ao longo do eixo de mais fácil magnetização. Finalmente, a energia magnetoestática permite a configuração onde nenhuma carga magnética livre esteja presente. A estrutura de domínios magnéticos resultante é, portanto o compromisso que minimiza a soma dos diferentes tipos de energia ^[9].

3.2.2. Perda Magnética

A perda magnética, também chamada de perda total no núcleo representa a energia transformada em calor num circuito magnético durante a inversão da magnetização aplicada ^[4]. A perda total P_t , medida em W/kg, pode ser dividida em perdas por correntes parasitas P_P , perdas por histerese P_h e perdas anômalas P_a , de acordo com a expressão 3.1 ^[12].

$$P_t = P_h + P_P + P_a \quad (3.1)$$

a) Perdas por correntes parasitas: Também conhecida como perdas por correntes de Foucault, ocorre como consequência da circulação de correntes elétricas induzidas em um material magnético, sendo influenciada fortemente pela espessura e resistividade do material. Com base na equação 3.2, é possível calcular as perdas magnéticas por correntes parasitas (P_P) em W/kg ^[7,8].

$$P_P = \frac{(\pi B f e)^2}{6 d \rho} \quad (3.2)$$

Onde:

- B, indução máxima, (T);
- e, espessura da tira, (m);
- f, frequência do ensaio, (Hz);
- ρ , resistividade elétrica, (Ωm);
- d, densidade, (kg/m^3).

É importante notar que o termo “d” na equação 3.2 não consta nas referências citadas, sendo normalmente incluído para se obter a perda magnética na unidade mais usual W/kg.

b) Perdas por histerese: O campo magnético muda de direção e sentido durante o funcionamento de uma máquina elétrica rotativa. O mesmo comportamento é esperado para os domínios magnéticos do material. A cada inversão de orientação, os domínios necessitam vencer o atrito e a inércia para se alinharem de acordo com a nova orientação imposta, dissipando assim uma determinada quantidade de energia na forma de calor ^[3,4]. A presença de partículas de segunda fase no aço dificulta o movimento dos domínios magnéticos influenciando fortemente o valor da componente histerética.

c) Perdas anômalas: Em virtude do cálculo clássico da perda por corrente parasita ignorar a presença de domínios e do movimento das paredes de domínios, é observado uma considerável diferença entre o valor calculado e o medido. Tal diferença é conhecida como perda anômala ou perda excedente ^[7]. Apesar de a perda anômala ser considerada proporcional às perdas por corrente parasita, Bertotti ^[12] sugeriu que as perdas anômalas estariam relacionadas à componente histerética da perda.

A medição das perdas magnéticas totais, permeabilidade e força coerciva, entre outros parâmetros, é realizada por meio de um dispositivo dotado de dois enrolamentos, um primário responsável pela criação do campo magnético e um secundário responsável pela medida da densidade de fluxo magnético. As propriedades do material são medidas por meio da inserção do aço no interior desses enrolamentos. O dispositivo mais comumente utilizado é o quadro Epstein, descrito na NBR 5161 ^[13] como referência para aferição das propriedades magnéticas de aços laminados ^[4].

3.2.3. Influência da Composição Química e da Microestrutura nas Propriedades Magnéticas

As propriedades magnéticas dos aços GNO são influenciadas principalmente pela composição química do aço, nível de pureza, tamanho de grão e textura cristalográfica.

160ppm) ^[18]. Semelhantemente, o fósforo retarda a transição do carboneto ϵ para cementita ^[19].

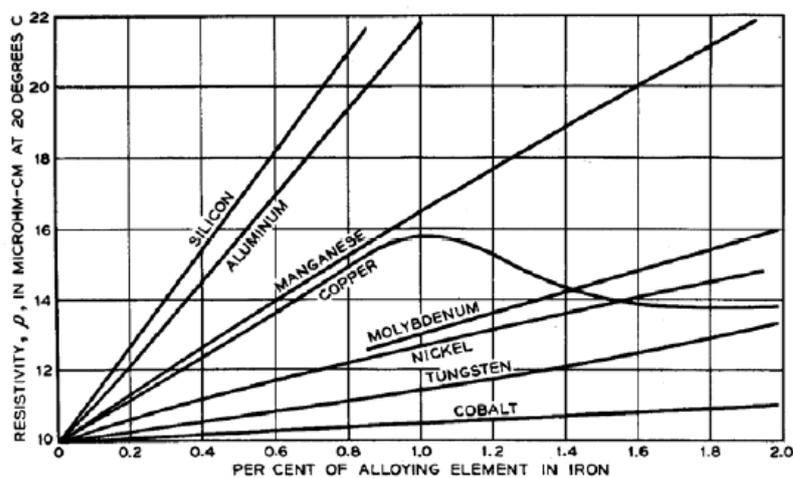


Figura 3.7 – Resistividade em função da adição de vários elementos ao ferro ^[8].

O manganês é normalmente adicionado ao aço para promover uma melhoria nas propriedades mecânicas, aumentando o limite de resistência através de endurecimento por solução sólida (Figura 3.8) ^[20]. Segundo Cardoso ^[21], em aços GNO a adição de Mn contribuiu ainda para o desenvolvimento de uma textura mais apropriada para as propriedades magnéticas.

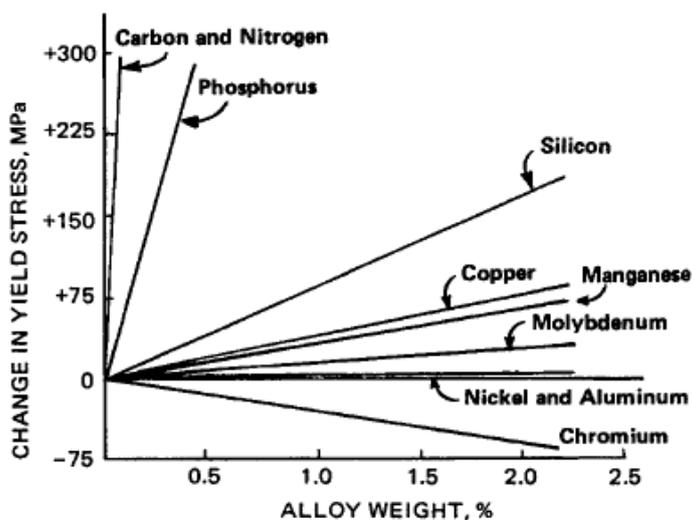


Figura 3.8 – Aumento no limite de escoamento em função da adição de elementos de liga em aços baixo carbono ^[20].

Carbono e nitrogênio também possuem elevada capacidade de endurecimento por solução sólida, entretanto durante um tratamento térmico simples podem deixar a solução sólida para segregar em deslocamentos ou precipitar como carbonetos ou nitretos ^[20]. De maneira geral, teores de elementos como enxofre, nitrogênio, titânio e oxigênio devem ser reduzidos, evitando a formação de inclusões e/ou precipitados os quais podem interferir negativamente nas propriedades magnéticas dos aços bem como na restrição ao crescimento de grão ^[2,22,23]. O teor de carbono também deve ser controlado, uma vez que, para um excesso de carbono em solução sólida, pequenos aumentos de temperatura posteriores podem provocar a precipitação de carbonetos, os quais podem reduzir a mobilidade das paredes de domínio magnético, aumentando a perda magnética e provocando o envelhecimento magnético ^[24].

Marra ^[25] determinou o efeito do teor de carbono sobre a variação no IE em um aço silício semiprocessado, tratado a 210°C durante 24h, Figura 3.9. O autor observou que abaixo de 20ppm de carbono o IE se manteve inferior a 10%, contudo, com 25ppm, o aumento na perda magnética foi máximo, e para teores de carbono superiores a 25ppm houve uma tendência de diminuição no IE.

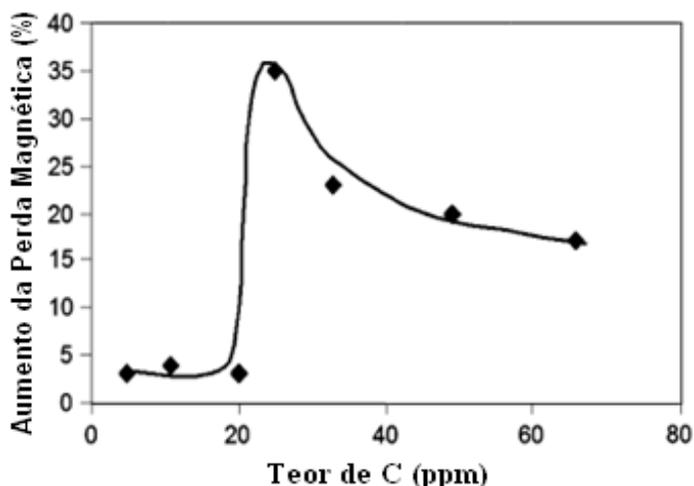


Figura 3.9 – Relação entre o índice de envelhecimento (IE) em função do teor de carbono, para amostras tratadas a 210°C durante 24h ^[25].

O tamanho de grão obtido após recozimento final é um dos parâmetros microestruturais de maior influência na perda magnética ^[1]. Seu aumento resulta num correspondente aumento no tamanho dos domínios magnéticos ^[26], o que provoca uma redução da parcela histerética da perda magnética ^[3,15]. Por outro lado, este

aumento promove um aumento na velocidade das paredes de domínios com conseqüente aumento da parcela anômala. Portanto, há um tamanho de grão ótimo associado a um compromisso entre o tamanho dos domínios magnéticos e a velocidade das paredes de domínios, o qual minimiza a perda magnética total, Figura 3.10 ^[23]. O aumento do teor de silício também diminui as perdas magnéticas totais, reduzindo a componente relativa às correntes parasitas ^[23]. Dessa forma, para cada classe de aço GNO existe um tamanho de grão ótimo que minimiza a contribuição das parcelas da perda magnética.

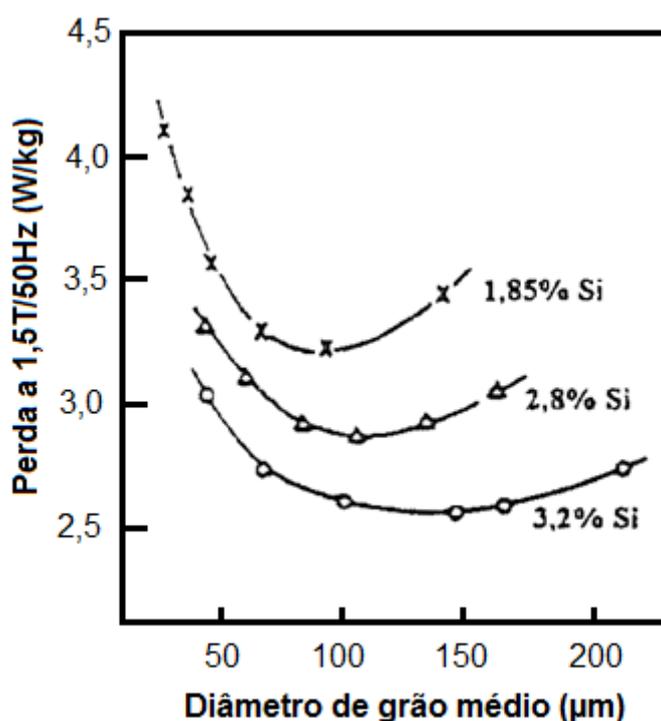


Figura 3.10 – Influência do tamanho de grão na perda magnética em aços silícios com vários teores de silício ^[23]. Adaptado de (Shimanaka e colaboradores, 1982).

3.3. Envelhecimento Magnético

O envelhecimento magnético em aços silício GNO está associado ao aumento da perda magnética durante a vida útil de uma máquina elétrica ^[27,28]. O envelhecimento magnético consiste na deterioração das propriedades magnéticas devido à precipitação de partículas de segunda fase, formadas por elementos intersticiais tais como carbono e nitrogênio. Esta precipitação é provocada pelo acréscimo de temperatura decorrente do calor gerado pela dissipação de potência associada à

perda magnética do aço presente no núcleo de um equipamento elétrico [25]. Mediante a característica dos precipitados formados quanto à sua natureza, tamanho e distribuição [16], conforme citado anteriormente, pode haver redução da mobilidade das paredes de domínio levando ao aumento da força coerciva e, por conseguinte da perda magnética [3,25,27].

A temperatura de serviço na qual um aço GNO está submetido, normalmente não ultrapassa 200°C [25], sendo da ordem de 80°C para compressores herméticos [3]. Assim, existem alguns testes de envelhecimento normatizados, a fim de se avaliar se o aço irá envelhecer em serviço. A norma NBR 5161 [13] propõe que o teste seja realizado a 225°C durante 24h, já a norma ASTM A340 [29] propõe dois testes: 150°C durante 100h ou ainda 100°C/600h. O máximo aumento percentual permitido para perda magnética, após o tratamento térmico a 225°C/24h, é 5%.

3.3.1. Solubilidade e Precipitação do Carbono em um aço GNO

A solubilidade máxima do carbono bem como a do nitrogênio no ferro alfa é extremamente baixa, sendo da ordem de 0,02 e 0,1% em peso, respectivamente, conforme ilustra a Tabela 3.2. A solubilidade do carbono no campo alfa varia aproximadamente três ordens de grandeza entre 723°C e 20°C [30]. A Figura 3.11 mostra a concentração de equilíbrio do carbono entre a temperatura ambiente e 723°C. A concentração de equilíbrio na temperatura ambiente é de aproximadamente $8,5 \times 10^{-12}\%$ em peso [31]. Se um aço possuir uma quantidade de carbono ou nitrogênio em solução sólida na temperatura ambiente, além do limite de solubilidade, pequenos aumentos de temperatura provocarão a precipitação de partículas de segunda fase (por exemplo, carbonetos) [24,32]. Como a precipitação de carbonetos pode ser deletéria às propriedades magnéticas dos aços GNO, esforços têm sido realizados no intuito de reduzir o teor de carbono total do aço por meio de um controle mais rígido na aciaria ou ainda pela descarbonetação da tira durante o recozimento final [27,33].

A velocidade da linha de recozimento final é determinada pelo teor de carbono total presente no aço. Usualmente, aços com teores de carbono totais considerados elevados são processados mais lentamente, sob atmosfera úmida, para que o teor de carbono desejado seja alcançado [27]. Num processo com uma taxa de resfriamento baixa haverá um maior tempo disponível para precipitação ocorrer, sendo esperado

um menor teor de carbono em solução sólida em relação a uma taxa de resfriamento alta ^[32,33]. A extensão com que a precipitação ocorrerá, em serviço ou em um tratamento de envelhecimento posterior, será ditada pelo grau de supersaturação do aço, pela temperatura e tempo ^[24,33].

Tabela 3.2 – Solubilidade do carbono e nitrogênio no ferro-alfa e ferro-gama ^[30].

	Temperature (°C)	Solubility	
		wt%	at%
C in γ -iron	1150	2.04	8.8
	723	0.80	3.6
C in α -iron	723	0.02	0.095
	20	<0.00005	<0.00012
N in γ -iron	650	2.8	10.3
	590	2.35	8.75
N in α -iron	590	0.10	0.40
	20	<0.0001	<0.0004

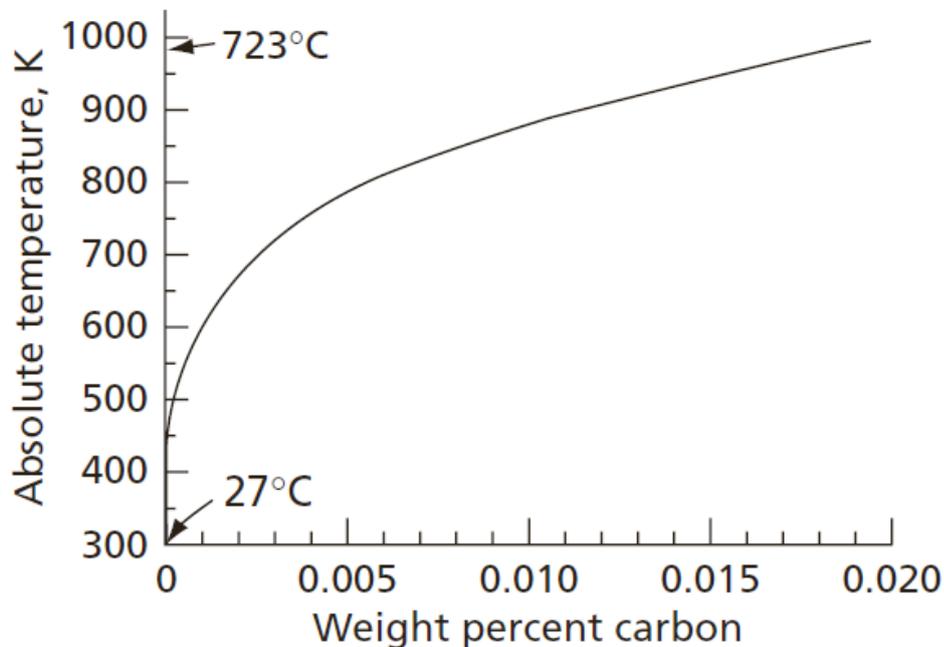


Figura 3.11 – Solubilidade do carbono no ferro alfa ^[31].

O uso de técnicas de espectroscopia de relaxação mecânica (atrito interno) tem permitido a determinação da concentração de solutos intersticiais no ferro alfa. Snoek

mostrou que medidas de atrito interno em um fio de ferro oscilando na frequência de ~1,0Hz em um pêndulo de torção, em um intervalo de temperatura entre a temperatura ambiente e 100°C, revelaram picos de perda de energia (pico de Snoek) associados ao carbono e ao nitrogênio em solução sólida. A altura do pico de Snoek é proporcional à concentração de átomos intersticiais, permitindo que a técnica seja usada não somente para determinar solubilidades de elementos intersticiais muito baixas, mas também examinar a precipitação do excesso de carbono durante um tratamento de envelhecimento ^[30,34,35]. Marra ^[25] determinou, via atrito interno, os teores de carbono e nitrogênio em solução sólida antes e após um tratamento de envelhecimento a 210°C/24h, para um aço silício semiprocessado com 30ppm de carbono total, Tabela 3.3.

Tabela 3.3 – Resultados do ensaio de atrito interno (teores em ppm) ^[25].

Amostra	C total	C intersticial	N total	N intersticial
Amostra não envelhecida	30	13,6	34	1,7
Amostra envelhecida	30	3,9	34	1,6

O decréscimo observado no teor de carbono intersticial bem como o aumento na quantidade de partículas de segunda fase no interior dos grãos, Figura 3.12, demonstraram que houve precipitação de carbonetos. A conservação do teor de nitrogênio em solução sólida foi atribuída ao fato de que o nitrogênio intersticial estava abaixo do limite de solubilidade na temperatura do teste. Cementita e carboneto ϵ são os dois tipos de carbonetos de ferro que precipitam em aços silício e provocam envelhecimento magnético ^[27]. Segundo Takami ^[27], para uma liga Fe-2,3%Si-0,2%Al com teores de carbono entre 25 e 90ppm, temperaturas de envelhecimento superiores a 250°C ou longos tempos de encharque abaixo dessa temperatura, podem levar a precipitação de partículas de cementita com a composição básica Fe_3C e estrutura cristalina ortorrômbica, possuindo o plano (110) como plano de hábito.

Partículas de cementita aparecem normalmente como plaquetas dispostas formando dendritas, orientadas ao longo da direção $\langle 111 \rangle$ na ferrita. Já o carboneto de transição ϵ , semicoerente, é formado em temperaturas entre 100 e 250°C, com composição aproximada $Fe_{2,4}C$, estrutura cristalina hexagonal e plano de hábito (100) ^[28]. Segundo Leslie e colaboradores ^[36], para precipitados formados ao longo dos planos (100) não são observadas mais do que três direções distintas.

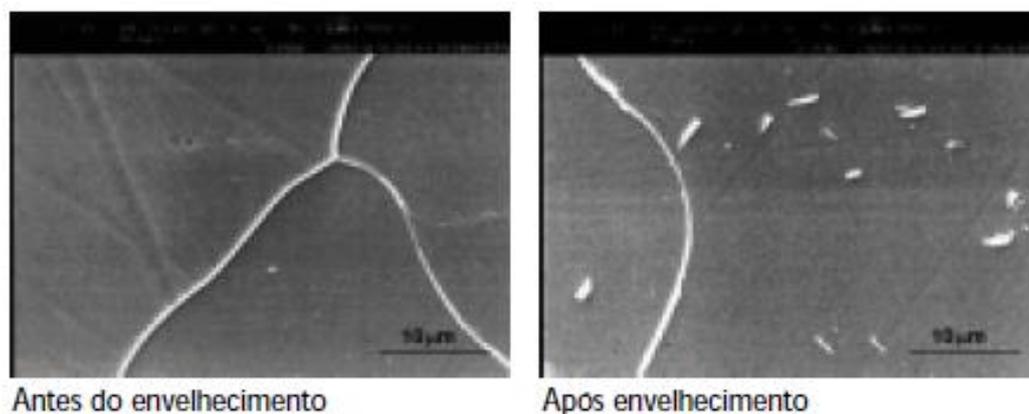


Figura 3.12 – Microestrutura da matriz metálica após envelhecimento à 210°C/24h ^[25].

O carboneto ϵ precipita normalmente no interior dos grãos da matriz ferrítica, e segundo alguns autores sob a forma de disco ^[25,28,36], plaquetas ou agulhas ^[16,30,37]. Além disso, é sabido que a temperatura de transição entre o carboneto ϵ e a cementita aumenta com o aumento do teor de silício, já que o silício retarda a precipitação da cementita bem como diminui a taxa de crescimento do carboneto ϵ ^[16,33]. Em temperaturas inferiores a 100°C, alguns autores ^[25,37] observaram, via MET, a precipitação de partículas muito finas e densamente distribuídas, chamadas de carbonetos de baixa temperatura (*Low Temperature Carbide* - LTC).

A Figura 3.13, ilustra o efeito da temperatura e do teor de carbono, nas curvas solvus, para precipitação do carboneto de transição ϵ e da cementita (Fe_3C) considerando o ferro puro e uma liga Fe-2,3%Si-0,7%Al. As linhas tracejadas (ferro puro) foram propostas por Butler ^[38] e Chipman ^[39], através de equações de solubilidade do carbono na ferrita em equilíbrio com o carboneto ϵ e em equilíbrio com a cementita, respectivamente (eq. 3.3 e 3.4).

$$\log[\text{C}]_{\text{ppm}}^{\epsilon} = 4,06 - \frac{1335}{T} \quad (3.3)$$

$$\log[\text{C}]_{\text{ppm}}^{\text{Fe}_3\text{C}} = 6,38 - \frac{4040}{T} \quad (3.4)$$

As linhas sólidas foram propostas por Michal e Slane ^[33], por meio da adequação do termo independente da temperatura das equações (3.3 e 3.4) de Butler e Chipman para uma liga Fe-2,3%Si-0,7%Al, equações 3.5 e 3.6.

$$\log[C]_{\text{ppm}}^{\varepsilon} = 3,93 - \frac{1335}{T} \quad (3.5)$$

$$\log[C]_{\text{ppm}}^{\text{Fe}_3\text{C}} = 6,34 - \frac{4040}{T} \quad (3.6)$$

Segundo Leslie e Rauch ^[17], a adição de silício diminui a solubilidade do carbono na ferrita em equilíbrio com o carboneto ε assim como com a cementita, logo é esperado que para ligas, como a utilizada por Michal e Slane, a curva solvus situe-se acima da curva solvus para o ferro puro.

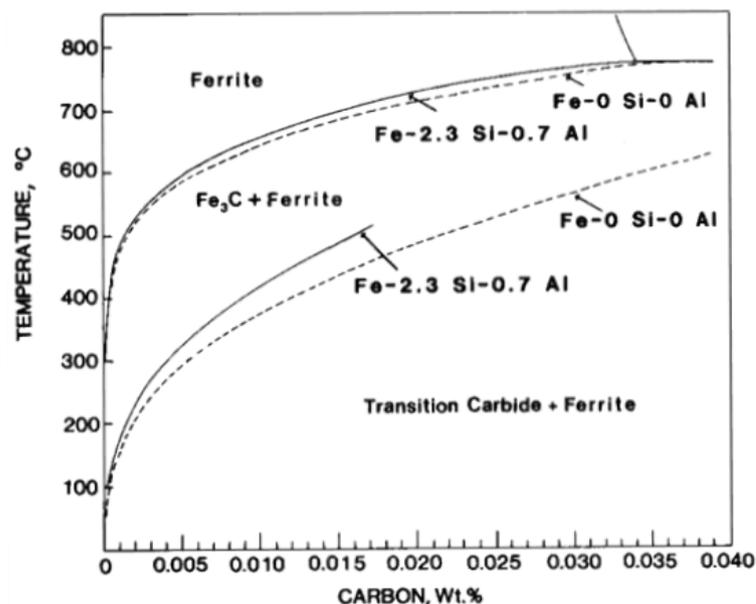


Figura 3.13 – Curva solvus para a cementita e o carboneto de transição no ferro puro e em uma liga Fe-2,3%Si-0,7%Al ^[33].

A Figura 3.14 mostra a variação da taxa de nucleação com a temperatura para uma transformação de uma fase estável em alta temperatura para uma fase estável em baixa temperatura, como é o caso da precipitação. Para temperaturas muito baixas, longos tempos serão necessários para se completar a precipitação, uma vez que a taxa de nucleação é baixa, pois, embora a força motriz para a transformação seja elevada, a velocidade de difusão é baixa ^[31,40]. Analogamente, em temperaturas mais elevadas, próximas à linha solvus, a taxa de nucleação será igualmente baixa, pois, embora a velocidade de difusão seja elevada, a força motriz para a precipitação é baixa. A velocidade de crescimento dos precipitados tem uma variação semelhante

com a temperatura e pelas mesmas razões o que implica que a velocidade de precipitação passa por um máximo em função da temperatura ^[31].

Dessa forma, é esperado que em temperaturas próximas a solvus, haja formação de poucos precipitados e de maior tamanho, uma vez que a dimensão crítica dos núcleos dos precipitados é inversamente proporcional à força motriz que é baixa e a difusividade é alta. Para temperaturas muito baixas os precipitados devem ser menores, uma vez que os núcleos têm menor dimensão crítica, e a difusividade é alta ^[40].

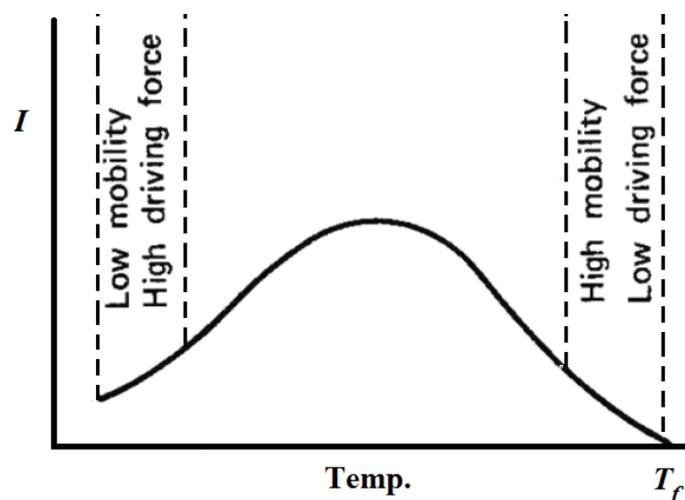


Figura 3.14 – Relação entre a temperatura e a taxa de nucleação ^[40].

3.3.1.1. Cinética de Precipitação do Carbono

A cinética de precipitação de partículas de carboneto, formadas durante um tratamento térmico de envelhecimento em aços baixo carbono, pode ser descrita segundo a equação de Johnson-Mehl ^[30,31,41]:

$$f=1-\exp(-(kt)^n) \quad (3.7)$$

Onde f é a fração de carbono precipitada, para uma dada temperatura, k é a constante de velocidade da reação (dependente da temperatura), n é o expoente do tempo e t é o tempo. A constante k e o expoente do tempo n podem ser determinados através de uma regressão linear entre $\ln[-\ln(1-f)] \times \ln(t)$, em que a inclinação e a interseção da reta representam os valores de n e $\ln(k)^n$, respectivamente. Com posse dos valores de

k em ao menos duas diferentes temperaturas, pode-se determinar a energia de ativação da reação através da equação para a constante de velocidade ^[41]:

$$k=k_0.\exp(-Q/RT) \quad (3.8)$$

Onde k é a constante de velocidade, Q é a energia de ativação dada em kJ/mol, R é a constante universal dos gases (8,314J/mol.K) e T a temperatura em K.

A avaliação da fração de carbono precipitada com o tempo é comumente relacionada com propriedades mecânicas, elétricas e/ou características microestruturais. Vandeputte e Cooman ^[41], relacionaram a fração precipitada de carbono com $\Delta\sigma/\Delta\sigma_{\max}$, onde $\Delta\sigma$ é o aumento no limite de escoamento, para uma dada temperatura T, durante um tempo t, e $\Delta\sigma_{\max}$ representa o máximo incremento no limite de escoamento para um aço ultra baixo carbono (Fe-0,0024%C-0,9%Mn-0,45%). Os resultados obtidos pelos autores indicaram uma mudança na cinética de precipitação em 77°C (Figura 3.15), para amostras pré-deformadas 5% e submetidas a um tratamento térmico de envelhecimento de 45 a 140°C. Para temperaturas inferiores a 77°C, foi observada a precipitação do carboneto de baixa temperatura (LTC) com n [0,58-0,70] e Q=85,6 kJ/mol. Já para temperaturas superiores a 77°C foi observada a precipitação do carboneto épsilon com n [0,42-0,48] e Q=74 kJ/mol.

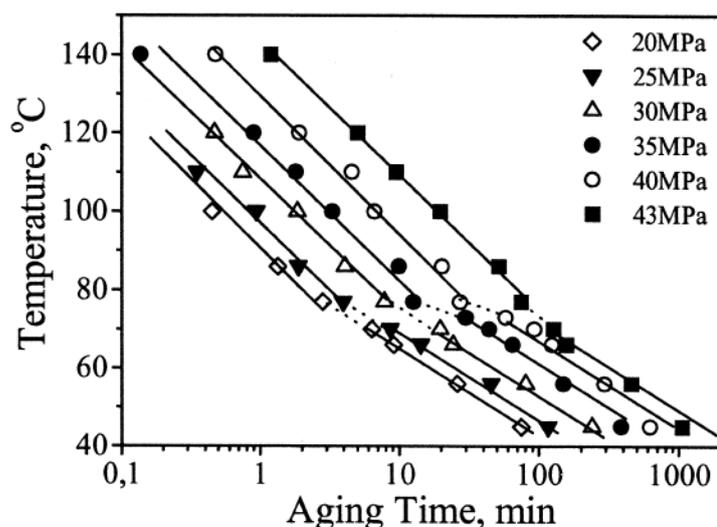


Figura 3.15 – Curvas de transformação isotérmica para o processo de envelhecimento por deformação em aços ultra baixo carbono ^[41].

Leslie e colaboradores ^[36] avaliaram a cinética de precipitação no ferro de pureza comercial (C:0,014% e Si:0,033%) envelhecido de 150°C a 315°C, em um intervalo de tempo para a formação do primeiro precipitado resolvível no MET. A energia de ativação determinada para a precipitação da cementita foi cerca de 84kJ/mol, consistente com a energia de ativação para a difusão do carbono na ferrita. Hideo Abe ^[37], estudou a cinética de precipitação de uma liga Fe-0,046%C-0,35%Mn, através de medições de resistividade elétrica, durante um tratamento de envelhecimento de 35 a 250°C. Baseando-se em uma equação similar a equação 3.7, o autor determinou o expoente do tempo, n , variando de 1,3-1,75 para a precipitação de carbonetos de baixa temperatura (LTC) e igual a 1,1 para a precipitação do carboneto épsilon. Ray e colaboradores ^[19] basearam-se em uma equação do tipo Zener-Wert-Avrami para determinar a relação da remoção do carbono, de uma matriz ferrítica, utilizando também medidas de resistividade elétrica. Amostras de uma liga Fe-0,33%Si-0,3%Mn-0.17%P com 130ppm de carbono foram envelhecidas a 125, 170, 210 e 250°C, sendo obtidos valores de n entre 1,21 e 1,40 e $Q=71$ kJ/mol para a precipitação do carboneto épsilon.

Outros autores se valeram de variações das propriedades magnéticas para estudar a cinética de precipitação, contudo, sem a aplicação de equações similares à equação 3.7. Michal e Slane ^[33], propuseram uma curva em C (Figura 3.16) para a precipitação do carboneto de transição e da cementita em uma liga Fe-2,3%Si-0.7%Al com 90ppm de carbono, baseando-se no primeiro aumento significativo da perda magnética em relação à temperatura e o tempo de envelhecimento ($IE>1\%$). O maior aumento na perda magnética para ambas as fases não coincidiu com o “nariz” da curva em C, ou seja, para um dado teor de carbono, a temperatura que apresentou uma maior taxa de aumento na perda magnética não é a mesma que garantiu o maior índice de envelhecimento magnético, vide Figura 3.16.

Marra ^[25] avaliou, em diferentes temperaturas, o tempo gasto para uma liga Fe-0,71%Si-0,39%Mn-0,0025%C apresentar um aumento percentual na perda magnética de 10% ($IE=10\%$), obtendo a curva em C mostrada na Figura 3.17. Nota-se que o fenômeno aconteceu mais rapidamente por volta de 250°C e que a 100°C, longos tempos foram necessários devido à baixa mobilidade do carbono. Para temperaturas superiores a 330°C, entretanto, o carbono apresentou intensa mobilidade e precipitou nos contornos de grão, sob a forma de cementita, afetando menos a perda magnética.

Embora muitos autores estudem a variação da força coerciva e/ou da perda magnética em aços silício, durante um tratamento de envelhecimento em diferentes temperaturas e correlacionem estes parâmetros com tipos e características dos precipitados formados [17,18,25,33], não foram encontrados trabalhos na literatura que se baseiam nas variações das propriedades magnéticas para determinação do expoente do tempo (n) bem como da energia de ativação. Presumivelmente, devido ao fato de que esta propriedade não represente a cinética de precipitação, assim como a resistividade elétrica e o máximo no espectro de relaxação mecânica (atrito interno).

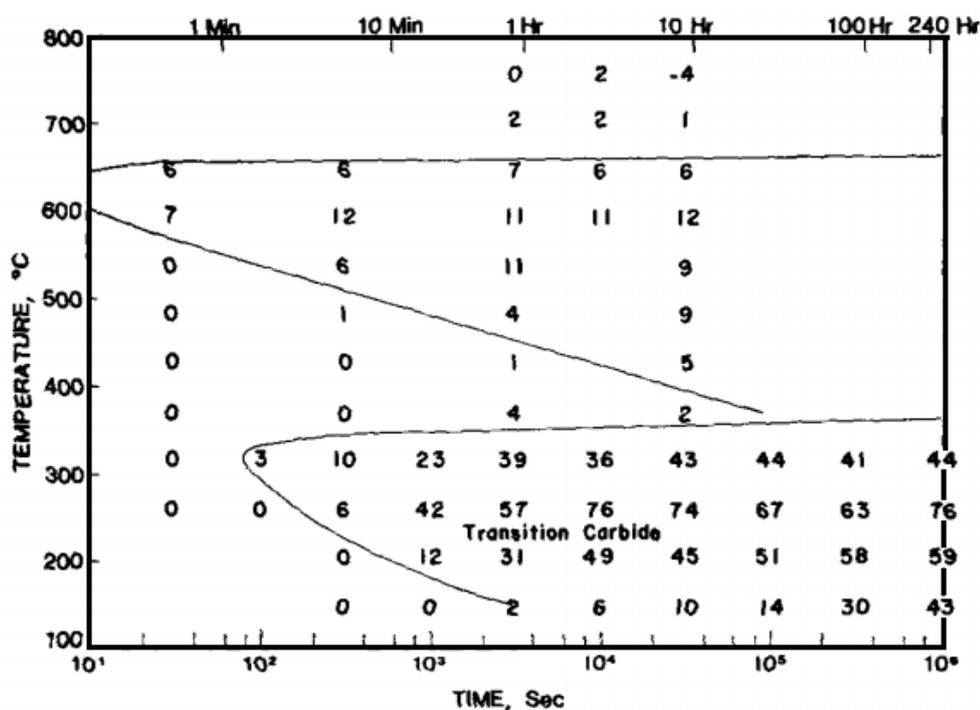


Figura 3.16 – O aumento percentual da perda magnética depois de várias condições de envelhecimento em uma liga Fe-2,3%Si-0,7%Al com 90ppm de carbono [33].

Leslie e Rauch [17], avaliaram a variação do limite de escoamento em ligas de Fe-C com adições de até 5,6% de Al, durante um tratamento de envelhecimento a 150°C (Figura 3.18). Durante todo o tratamento, para todas as ligas mostradas na Figura 3.18, o precipitado estável foi o carboneto épsilon. Os valores máximos de limite de escoamento foram atingidos em intervalos de tempos relativamente curtos, principalmente para as ligas 1, 2 e 3. Contudo, assumindo a variação da coercividade como critério, os autores determinaram que nenhuma liga atingiu o máximo em um tempo inferior a 10000min. Para a liga 7 não se observou variações significativas na força coerciva, devido ao elevado teor de alumínio (5,6%).

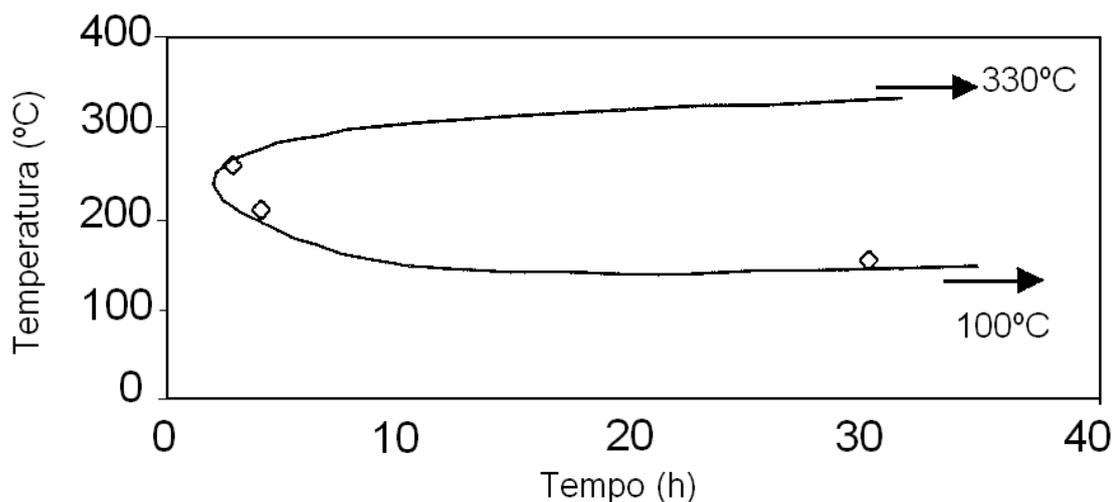


Figura 3.17 -Tempo necessário para um aço GNO semiprocessado (Fe-0,71%Si-0,39%Mn-0,0025%C) atingir 10% de IE em várias temperaturas ^[25].

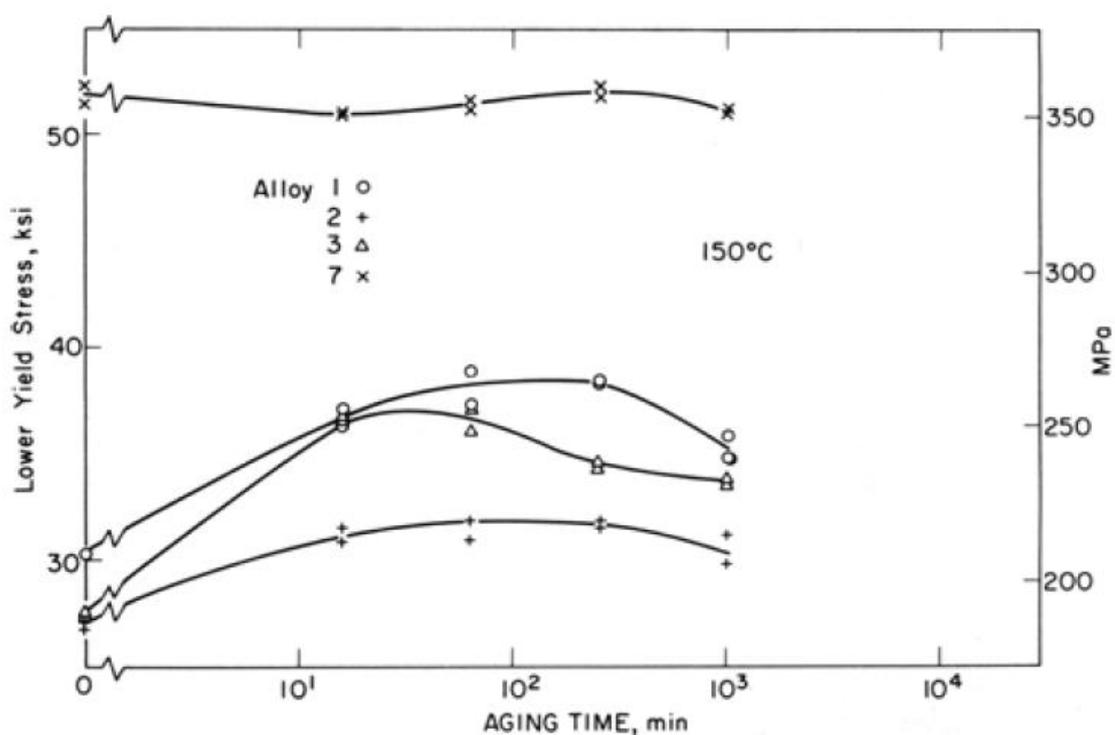


Figura 3.18 -Variação do limite de escoamento, durante um tratamento de envelhecimento a 150°C, para as ligas: 1-Fe-0,023%C ; 2-Fe-0,023%C-0,43%Al; 3-Fe-0,022%C-2%Al 7-Fe-0,018%C-5,6%Al ^[17].

Os autores determinaram que os picos de envelhecimento observados através das medidas do limite de escoamento, são atingidos significativamente antes daqueles observados pelas medidas de coercividade, pois, o tamanho de precipitado que leva à

máxima restrição do movimento das deslocações é muito menor do que aquele que maximiza a restrição do movimento dos domínios magnéticos.

Nacken e Heller ^[42], mostraram que a precipitação do carbono, a partir de uma solução sólida supersaturada, avaliada por metalografia quantitativa, para uma liga Fe-0,019%C, não reflete o endurecimento magnético, ou seja, o aumento da força coerciva com o tempo durante um tratamento isotérmico, (Figura 3.19). Os autores observaram que o pico de coercividade e o final da precipitação ocorreram no mesmo tempo somente para 250°C. Entretanto em temperaturas muito baixas, o pico da coercividade ocorreu muito depois do final da precipitação. Leslie e Stevens ^[18], obtiveram resultados semelhantes para o envelhecimento de uma liga Fe-0,45%Mn-0,003%C a 200°C. Os autores observaram que após o 30min (final da precipitação), quando não houve mais alterações nos parâmetros microestruturais, com exceção do tamanho dos precipitados, a força coerciva aumentou continuamente até 400min.

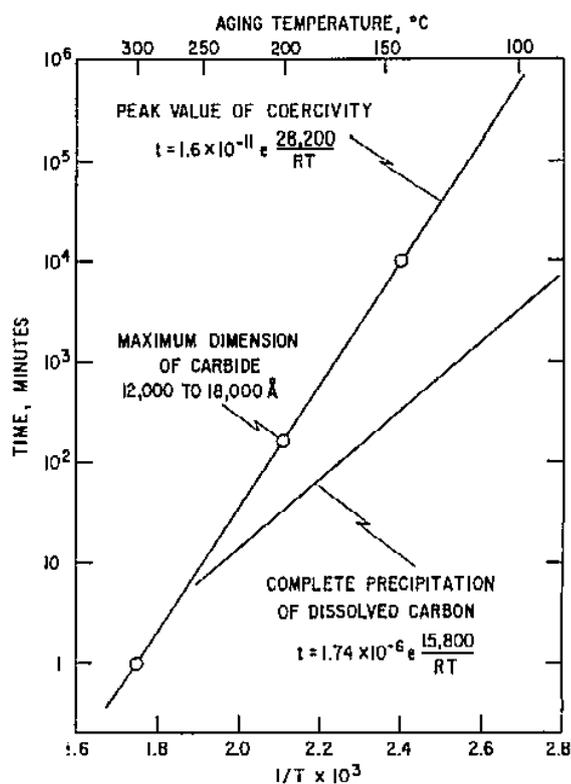


Figura 3.19 – Comparação entre a cinética de precipitação do carbono e o aumento da coercividade com o tempo em diferentes temperaturas para uma liga Fe-0,019%C ^[42].

3.3.2. Influência dos Precipitados Sobre as Propriedades Magnéticas

Uma vez formados, os precipitados interagem com as paredes de domínio reduzindo sua mobilidade, aumentando a força coerciva e conseqüentemente aumentando a parcela histerética das perdas magnéticas ^[3,24,25], exigindo campos mais elevados para movê-las. As outras parcelas da perda magnética (perda por corrente parasita e anômala) estão virtualmente livres da influência dos precipitados ^[27]. A redução da mobilidade das paredes de domínio depende principalmente do tipo, tamanho, da característica magnética, da fração volumétrica e do estado de dispersão dos precipitados ^[16,19,28]. Eloit e colaboradores ^[34] estudaram a redução do teor de carbono intersticial, a 225°C, em relação ao aumento da perda magnética a 1.5T/50Hz para uma liga Fe-0,36%Si-0,41%Al-0,20%Mn-0,10%P com 50ppm de carbono após tratamento térmico, vide Figura 3.20. A quantidade de carbono intersticial, após 1000min, era de aproximadamente 5ppm enquanto que a perda magnética aumentou até cerca de 540min, quando atingiu um patamar em 3.2 W/kg.

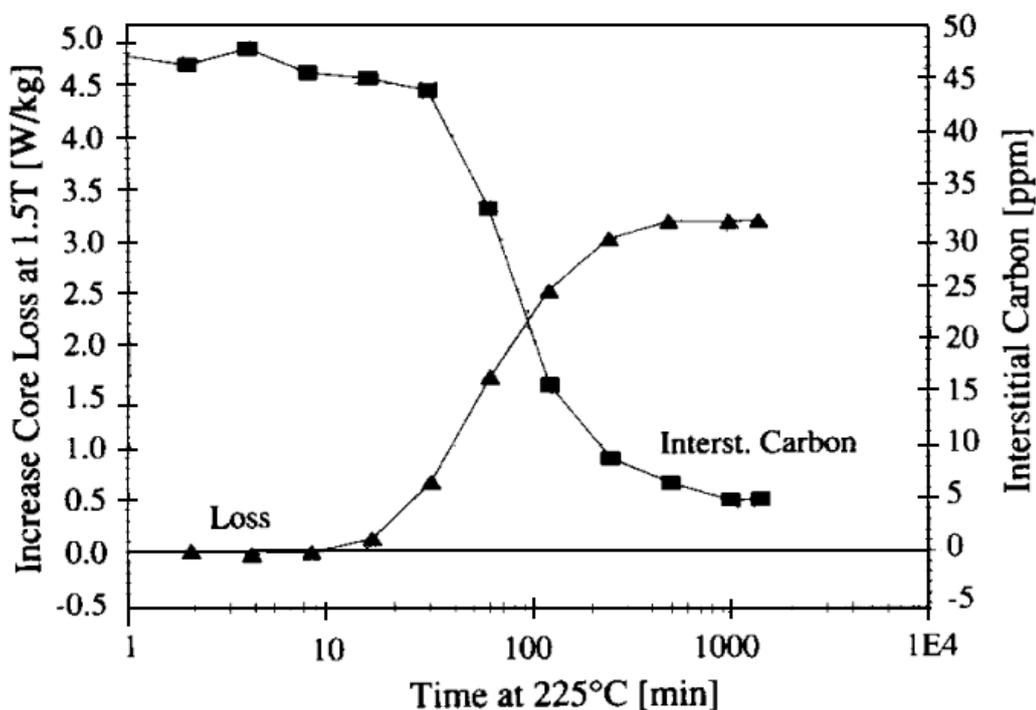


Figura 3.20 – Evolução do teor de carbono intersticial e o aumento da perda magnética em função do tempo de envelhecimento a 225°C e 1.5T ^[34].

Leslie e Stevens ^[18], observaram que para uma liga Fe-3,3%Si-0,016%C, envelhecida a 300°C durante 150min, houve a precipitação intragranular de um carboneto com formato de disco, presumidamente carboneto ϵ , promovendo um leve aumento na força coerciva. Já Michal e Slane ^[33] observaram que temperaturas de envelhecimento entre 350 e 700°C, para uma liga Fe-2,3%Si-0,7%Al, promoveram a precipitação de cementita ao longo dos contornos de grão da ferrita. Para temperaturas entre 150°C e 315°C, foi observada a precipitação de carbonetos ϵ no interior dos grãos ferríticos e o aumento na perda magnética foi significativamente maior. Ray ^[28], observou que para uma liga Fe-1,52%Si-0,015%C, o carboneto de transição foi o responsável pelo aumento da força coerciva, quando as amostras foram envelhecidas até 170°C, e para temperaturas superiores 210°C a precipitação da cementita provocou o aumento da força coerciva. Marra ^[25] encontrou precipitados muito finos e de pouca influência sobre as propriedades magnéticas, em uma liga Fe-0,71%Si-0,39%Mn-0,0025%C não envelhecida, classificado como LTC. Embora o carboneto de baixa temperatura possua pouca ou nenhuma influência sobre as propriedades magnéticas, o LTC é considerado um potencial agente endurecedor ^[37,43]. Durante um tratamento de envelhecimento, um subsequente amaciamento, após o endurecimento da matriz causado pelo LTC, pode ocorrer devido à precipitação de partículas de carboneto épsilon mais espaçadas ^[42].

O carboneto de transição ϵ e a cementita interferem diferentemente nas propriedades magnéticas. A precipitação da cementita nos contornos de grão da ferrita possui um efeito consideravelmente menor no aumento da perda magnética quando comparado com a precipitação do carboneto de transição no interior dos grãos ^[33]. Como os contornos de grão já se apresentam como uma barreira preexistente à movimentação dos domínios magnéticos, a precipitação de partículas de cementita nos contornos pouco altera o campo coercivo. Por outro lado, a interação entre os precipitados intragranulares e os domínios é relevante e a intensidade dessa interação depende principalmente do tamanho e da distribuição das partículas. Assim como apresentado no trabalho de Ray e Mohanty ^[28], as características magnéticas do carboneto ϵ e da cementita são também diferentes. A ausência da formação de um domínio ao redor dos carbonetos de transição para todas as faixas de tamanho, indica que a magnetização de saturação desses carbonetos é bem similar à da ferrita no que diz respeito a magnitude e direção. Entretanto, características magnéticas da cementita são bem diferentes da ferrita ^[28].

Conforme ilustrado na Figura 3.16 o maior aumento percentual na perda magnética causado pelo carboneto de transição foi da ordem de 76% para 205°C contra 12% para precipitação da cementita a aproximadamente 600°C [33]. Possivelmente o elevado teor de Si (2,3%) retardou a precipitação da cementita, elevando a temperatura de transição (épsilon-cementita) e favorecendo apenas a precipitação do carboneto épsilon. Contudo, sabe-se que em ligas sem adição ou com baixos teores de Si, envelhecidas a temperaturas inferiores a 350°C, pode haver precipitação intragranular da cementita. E esta é mais danosa às propriedades magnéticas do material do que a precipitação intragranular do carboneto de transição [18].

Amostras de uma liga Fe-2,3%Si-0,7%Al com 50ppm de carbono foram submetidas a um tratamento de envelhecimento a 150, 205, 260 e 315°C durante 240h avaliando o tamanho e a distribuição dos precipitados e suas respectivas influências na perda magnética [33]. Os resultados de microscopia ótica, Figura 3.21, revelaram um aumento significativo no tamanho dos precipitados, com o aumento da temperatura de envelhecimento, acompanhado por um decréscimo no número de precipitados por unidade de área. A temperatura de 205°C favoreceu a formação de precipitados com características mais prejudiciais à perda magnética, já que o IE foi de 43%. Análises no microscópio eletrônico de transmissão revelaram que houve precipitação de carbonetos de transição até 315°C e o comprimento médio de precipitado, associado ao maior aumento de perda magnética (205°C), foi aproximadamente 0,31µm. Já a 315°C (Figura 3.21 d)) foi observado um número menor de precipitados e um comprimento médio relativamente elevado (3µm). Nota-se, portanto, que existe uma combinação de tamanho e distribuição de precipitados que são mais deletérios à perda magnética.

Segundo Cullity [7], o efeito do tamanho do precipitado sobre o ancoramento das paredes dos domínios magnéticos é mais efetivo quando a dimensão do precipitado é próxima à espessura da parede do domínio [7]. Entretanto, Leslie [18] determinou que associado ao máximo aumento na força coerciva, durante um tratamento de envelhecimento isotérmico em aços baixo carbono, tem-se partículas de cementita com tamanho cerca de 10 vezes maior que a espessura da parede de um domínio. O tamanho crítico encontrado por Ray [28] para partículas de cementita, associado ao pico da força coerciva, foi significativamente maior (4-9X) que a espessura da parede de domínio.

Marra ^[25], estudou a variação do tamanho e da densidade de partículas, ao longo do tempo para ligas Fe-0,71%Si-0,39%Mn com dois teores de carbono: 11ppm e 33ppm, durante um tratamento de envelhecimento a 210°C, conforme ilustra a Figura 3.22. O tamanho médio de precipitado assim como a densidade de partículas, aumentaram mais significativamente para o aço com 33ppm de carbono. Associado a esse crescimento, o IE, após 24h, para este aço foi de 22,8% contra 3,9% para o aço com 11ppm de carbono. Medidas de atrito interno, feitas pelo autor, indicaram que, ao contrário do aço com 33ppm, o aço com 11ppm de carbono apresentou uma pequena variação na quantidade de carbono intersticial após tratamento de envelhecimento, o que é compatível com a pequena variação no índice de envelhecimento.

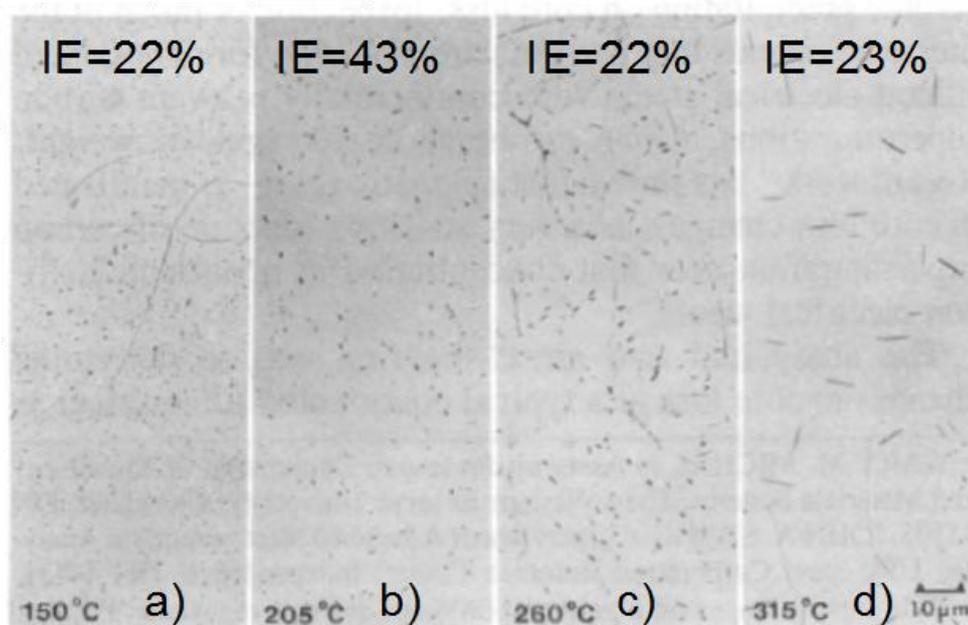


Figura 3.21 – O tamanho e a distribuição dos carbonetos de transição após amostras com 50ppm de carbono terem sido envelhecidas por 240h a 150°C a), 205°C b), 260°C c) e 315°C d) ^[33].

Alguns autores observaram que precipitados com dimensões maiores que 0,1µm são mais deletérios às propriedades magnéticas ^[4,25,27]. Leslie e Stevens ^[18], observaram que associado ao pico da força coerciva (191A/m), em ligas Fe-0,45%Mn-0,017%C envelhecidas a 200°C durante 400min, ocorreu a precipitação de partículas de cementita com tamanho médio de 1,2µm. Já associado ao pico da coercividade (95A/m), de uma liga uma liga de Fe-2,8%Si-0,015%C, envelhecida a 300°C após 16h, foram encontrados precipitados de até 7µm. Michal e Slane ^[33], observaram

precipitados com tamanho médio de $1,5\mu\text{m}$ provocaram o maior aumento de perda magnética em uma liga Fe-2,3%Si-0,7%Al com 90ppm de carbono. Outros autores observaram que precipitados com tamanho médio entre $1,2$ e $1,8\mu\text{m}$ são os mais deletérios a coercividade em diversas ligas [36,42].

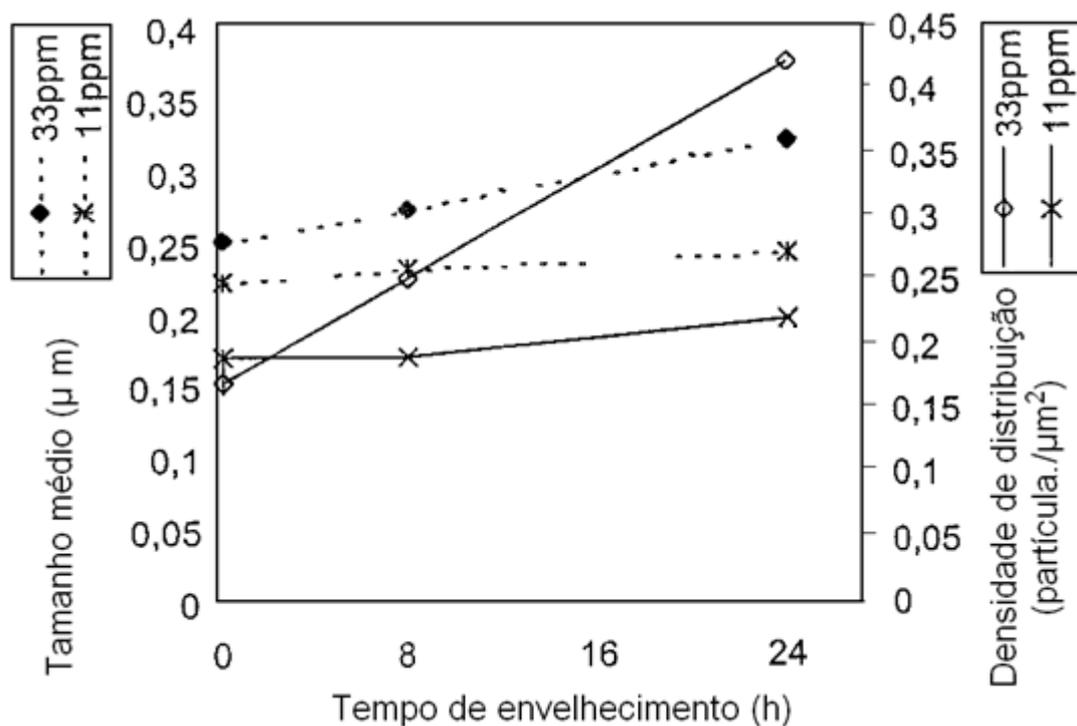


Figura 3.22 - Variação do tamanho médio e densidade de partículas para um aço GNO semiprocessado (Fe-0,71%Si-0,39%Mn) tratado a 210°C [25]. Adaptado de (Marra, 2002).

3.3.3. Temperatura Crítica de Envelhecimento

De acordo com a composição química de um aço silício GNO, haverá uma temperatura na qual as taxas de nucleação e velocidade de crescimento favorecerão a formação de precipitados com características que serão mais deletérias às propriedades magnéticas. Esta temperatura é chamada de temperatura crítica de envelhecimento [24,44]. Para temperaturas abaixo da crítica, as baixas taxas de nucleação e velocidade de crescimento não permitirão que os precipitados se formem em quantidade suficiente. Por outro lado, temperaturas acima da crítica, a baixa força motriz para precipitação resultará em precipitados acima do tamanho crítico [24,31]. Na temperatura crítica de envelhecimento, taxas de nucleação e velocidade de

crescimento máximas permitirão que os precipitados atinjam o tamanho crítico que maximiza a deterioração da perda magnética ^[24,44].

Merz ^[44], realizou estudos em ligas de Fe-2,3%Si-0,018%C a 100, 150, 200, 250 e 300°C. A 100°C observou que os precipitados formados não cresceram o suficiente para se atingir o tamanho crítico. Já a 150 e 200°C, o tamanho crítico de precipitado foi atingido, sendo 200°C a temperatura que mais afetou as propriedades magnéticas desta liga, sendo assim considerada a temperatura crítica. Para os ensaios realizados a 250 e 300°C, os precipitados cresceram tão rapidamente que a densidade (número de precipitados por unidade de área) ficou extremamente reduzida, não provocando um envelhecimento significativo.

4. METODOLOGIA

4.1. Material

Foram utilizadas chapas de aço silício GNO 2%Si com 0,54mm de espessura, totalmente processado, coletadas após recozimento final na linha de produção da Aperam. As composições químicas destas chapas encontram-se na Tabela 4.1. Destas chapas, foram descartados 50mm de cada borda e retiradas cerca de 30 amostras de dimensões 305x30mm, na direção transversal à direção de laminação, para realização dos testes, conforme ilustra a Figura 4.1. Apenas amostras na direção transversal foram utilizadas e a densidade assumida nos testes magnéticos, calculada pela norma NBR5161^[13], foi de 7,75g/cm³ para todas as amostras.

Tabela 4.1 – Composição química dos aços GNO 2%Si (% em peso).

Aço	C	Si	Mn	Al	P	S	N
01	0,0020	2,0211	0,4169	0,0021	0,0190	0,0007	0,0031
02	0,0032	2,0448	0,4121	0,0022	0,0185	0,0007	0,0034
03	0,0046	2,0448	0,4121	0,0022	0,0185	0,0007	0,0034

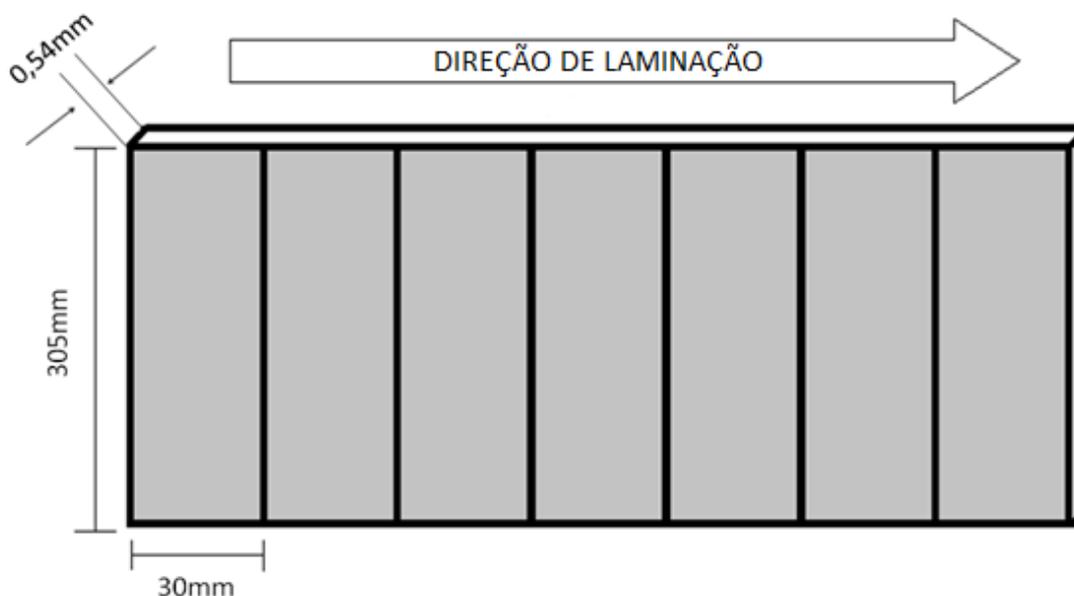


Figura 4.1 - Esquema de amostragem realizado.

Os teores de carbono totais foram escolhidos buscando compreender uma faixa onde normalmente o índice de envelhecimento magnético observado é inferior a 5% (C:20ppm), considerando os ensaios propostos pelas normas ^[13,29]. Foram escolhidas uma composição intermediária (32ppm) e uma elevada (46ppm), as quais geralmente estão associadas a índices de envelhecimento superiores a 5%. Os outros elementos químicos importantes apresentam teores bastante próximos, o que eliminaria o efeito secundário entre uma corrida e outra.

4.2. Tratamento Térmico de Envelhecimento

4.2.1. Ensaio de Envelhecimento para Avaliação do Efeito da Interrupção do Ciclo Térmico

Devido ao número reduzido de amostras e da necessidade de avaliar a variação do índice de envelhecimento, durante o tratamento térmico de envelhecimento em diversas temperaturas, foi proposto o estudo da interrupção do ciclo para medição das propriedades magnéticas. O teste de interrupção avaliou a influência do uso de uma única amostra, para acompanhar a variação percentual da perda magnética (IE), durante todo o intervalo de tempo, ao invés de utilizar uma amostra para cada condição, reduzindo significativamente o número de amostras e a possível variação de propriedades magnéticas que poderia ocorrer entre elas.

Antes da realização do tratamento térmico proposto, uma presilha foi soldada em uma amostra "cobaia", para colocação de um termopar (tipo K) e a realização da medição da temperatura da amostra em tempo real, conforme ilustrado na Figura 4.2. O conjunto amostra "cobaia" e termopar foram colocados em um suporte, e em seguida inseridos em um forno tipo mufla, dotado de resistência elétrica e ar como atmosfera. Após a aferição da temperatura, o conjunto foi removido do forno e então o ensaio para avaliação da interrupção do ciclo foi iniciado.

O ensaio consistiu em submeter cinco amostras do aço 2 a um tratamento térmico de envelhecimento a 225°C, com e sem interrupção de ciclo. Os ensaios foram divididos em três partes e realizados separadamente, primeiramente a amostra 1 foi ensaiada individualmente, em seguida, a amostra 2 e por fim as amostra 3, 4 e 5.



Figura 4.2 - Amostra "cobaia" com uma presilha soldada para inserção do termopar.

A amostra 1, a qual foi submetida a um tratamento térmico de envelhecimento durante 80h, teve seu ciclo de tratamento interrompido em intervalos de tempos variados, para medição da perda magnética e cálculo do índice de envelhecimento, correspondente ao tempo de tratamento de cada interrupção. A cada interrupção, a amostra era retirada do forno, resfriada a temperatura ambiente, avaliadas as propriedades magnéticas e então retornava para o forno novamente. A amostra 2 foi submetida a um tratamento térmico com interrupção de ciclo, similar ao da amostra 1, porém com intervalos de tempos fixos e com duração total de 24h. As amostras 3, 4 e 5 permaneceram no forno, sem interrupção do ciclo a 225°C durante 24h, 48h e 65h, respectivamente, em seguida, foram removidas do forno permanentemente, resfriadas a temperatura ambiente e então ensaiadas no medidor de propriedades magnéticas. O tipo de ensaio realizado, o tempo total de tratamento e os intervalos de interrupção para as amostras avaliadas, estão dispostos na Tabela 4.2. Ao final do teste, as amostras 2 e 3 foram submetidas à análise metalográfica no microscópio ótico a fim de se comparar qualitativamente a distribuição de precipitados entre as amostras tratadas com interrupção e sem interrupção de ciclo.

Tabela 4.2 - Procedimento e periodicidade do ensaio para determinação da influência de interrupção do ciclo.

Amostra	Tipo de Ensaio	Tempo Total de Tratamento [h]	Intervalos de Tempo [h]
1	Com Interrupção	300	Variado
2	Com Interrupção	24	1, 18, 20 e 24
3	Sem Interrupção	24	-
4	Sem Interrupção	48	-
5	Sem Interrupção	65	-

4.2.2. Ensaio de Envelhecimento para Avaliação do Efeito da Temperatura de Tratamento sobre as Propriedades Magnéticas e Características Microestruturais

De maneira semelhante ao experimento anterior, antes do início destes ensaios, também foram utilizados termopares, em amostras "cobaias", para aferição da temperatura obtida no forno tipo mufla. Após a comprovação de que a interrupção do tratamento com medição das propriedades magnéticas, em cada tempo, não apresentava diferença na evolução do índice de envelhecimento com o tempo, para uma dada temperatura, foi utilizada apenas uma amostra a qual foi testada após permanência no forno em cada tempo de tratamento. Assim, nesta etapa, quatro amostras de cada aço (305 x 30 x 0,54mm) Tabela 4.1, foram submetidas a um tratamento térmico de envelhecimento. Os tratamentos foram realizados a $100\pm 5^{\circ}\text{C}$, $150\pm 5^{\circ}\text{C}$, $200\pm 5^{\circ}\text{C}$ e $225^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$, com interrupção do ciclo para medição das propriedades magnéticas, mantendo-se as amostras no forno até o tempo no qual a perda magnética não apresentasse mais variações significativas. Após a n-ésima medição das propriedades magnéticas, quando a perda avaliada no tempo t era aproximadamente a mesma que no relativo à n-1 medição, ao invés de retornar as amostras para o forno, as mesmas foram encaminhadas para a análise metalográfica no MEV. Paralelamente, o teor total de carbono de cada amostra foi medido utilizando o determinador de carbono e enxofre (LECO, modelo CF4444).

O fluxograma apresentado na Figura 4.3 ilustra a sequência das etapas realizadas. Os valores de temperatura foram escolhidos de modo a compreender as faixas de temperatura utilizadas para avaliação do envelhecimento magnético propostas pelas normas ^[13,29].

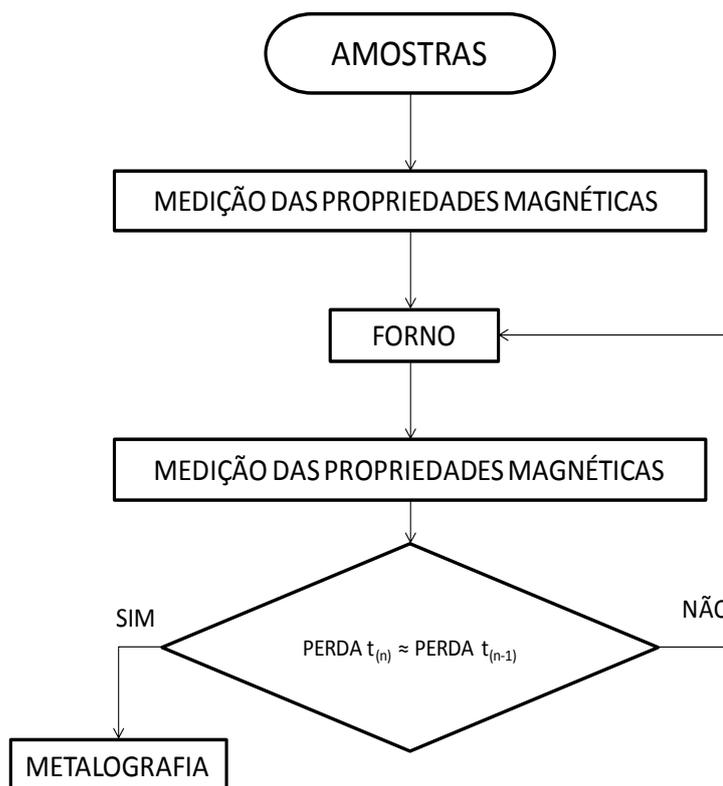


Figura 4.3 – Fluxograma ilustrando o procedimento de interrupção do ciclo térmico e o critério para finalização do ensaio.

4.2.3. Ensaio de Envelhecimento para Avaliação do Efeito do Tempo de Tratamento sobre as Propriedades Magnéticas, Propriedades Mecânicas e Características Microestruturais

Para realização deste ensaio, foi escolhido o aço 02, pois, atualmente uma fração da produção do aço em estudo, antes da descarbonetação, apresenta teores de carbono da ordem de 30ppm. De acordo com alguns autores ^[4,25,27], materiais com teores de carbono acima de 30ppm estão suscetíveis ao envelhecimento magnético. Este ensaio também foi realizado no formato daquele onde se utilizou a interrupção de ciclo para medição das propriedades magnéticas. A cada interrupção, as amostras resfriadas ao ar, eram ensaiadas no medidor de propriedades magnéticas, retornavam ao forno e o tratamento prosseguia com a evolução do tempo. Uma amostra "cobaia", com um termopar, foi mantida durante as 10 primeiras horas do teste, acompanhando o aquecimento e resfriamento da amostra, durante as interrupções.

Assim, nesta etapa, foram utilizadas 21 amostras do aço 02 nas dimensões de 305 x 30 x 0,54mm, as quais foram divididas em três grupos: magnético, mecânico e

microestrutural. A partir das amostras selecionadas, foram confeccionados 48 corpos de prova no tamanho *subsize* (150x10x0,54mm) para o ensaio de tração. Para a etapa de caracterização microestrutural foram confeccionados 30 corpos de prova nas dimensões de 20x10x0,54mm. Os ensaios magnéticos foram realizados na dimensão da amostra inicial (Tabela 4.3). Todas as amostras foram dispostas em um suporte, mostrado na Figura 4.4, a fim de facilitar o manuseio das amostras durante as interrupções de ciclo. O conjunto de amostras foi então submetido ao ensaio de envelhecimento na temperatura crítica de envelhecimento (180°C) para esta liga, em um forno tipo mufla, dotado de resistência elétrica e ar como atmosfera.

Tabela 4.3 – Número e dimensões das amostras para cada ensaio.

Ensaio	Nº de Amostras	Dimensão [mm]
Magnético	3	305x30x0,54
Mecânico	48	150x10x0,54
Microestrutural	30	20x10x0,54

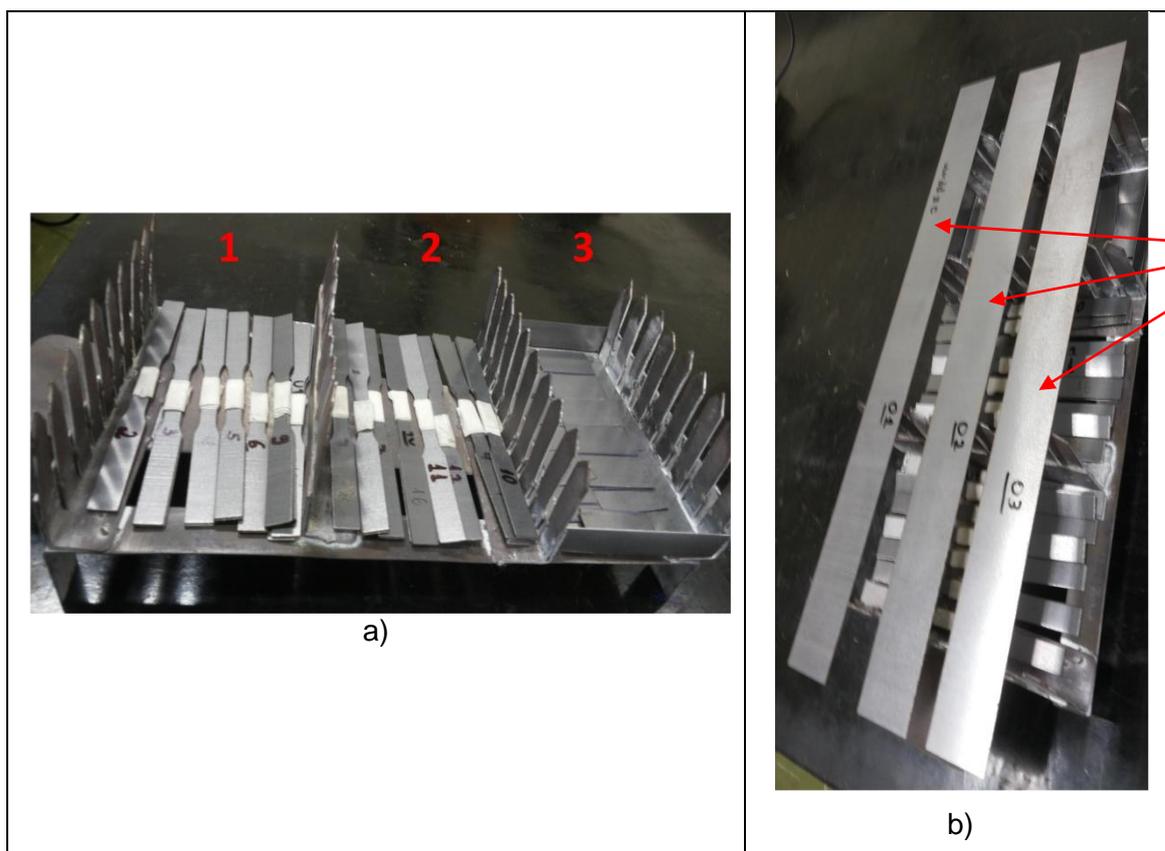


Figura 4.4 - Parte superior e inferior do suporte com as amostras para a realização do ensaio a 180°C a) Parte inferior: amostras destinadas ao ensaio mecânico (1 e 2) e amostras destinadas à análise metalográfica (3). b) Parte superior: amostras destinadas ao ensaio magnético.

Uma curva de envelhecimento magnético típica, Figura 4.5, ilustra esquematicamente a periodicidade de interrupção do ciclo. Os quadrados em vermelho indicam o momento da retirada das amostras destinadas ao ensaio magnético, o losango em preto representa os intervalos onde as amostras *subsize* foram removidas do forno e encaminhadas para o ensaio mecânico. E analogamente o mesmo procedimento foi adotado para as amostras destinadas à análise da microestrutura (traço em verde). Com exceção das amostras destinadas ao ensaio magnético, as demais foram permanentemente removidas do forno, em cada interrupção de ciclo, e armazenadas em um freezer a -5°C . O armazenamento foi feito com intuito de evitar a precipitação de carbonetos de baixa temperatura (LTC), uma vez que este precipitado pode aumentar a dureza do material ^[37,43].

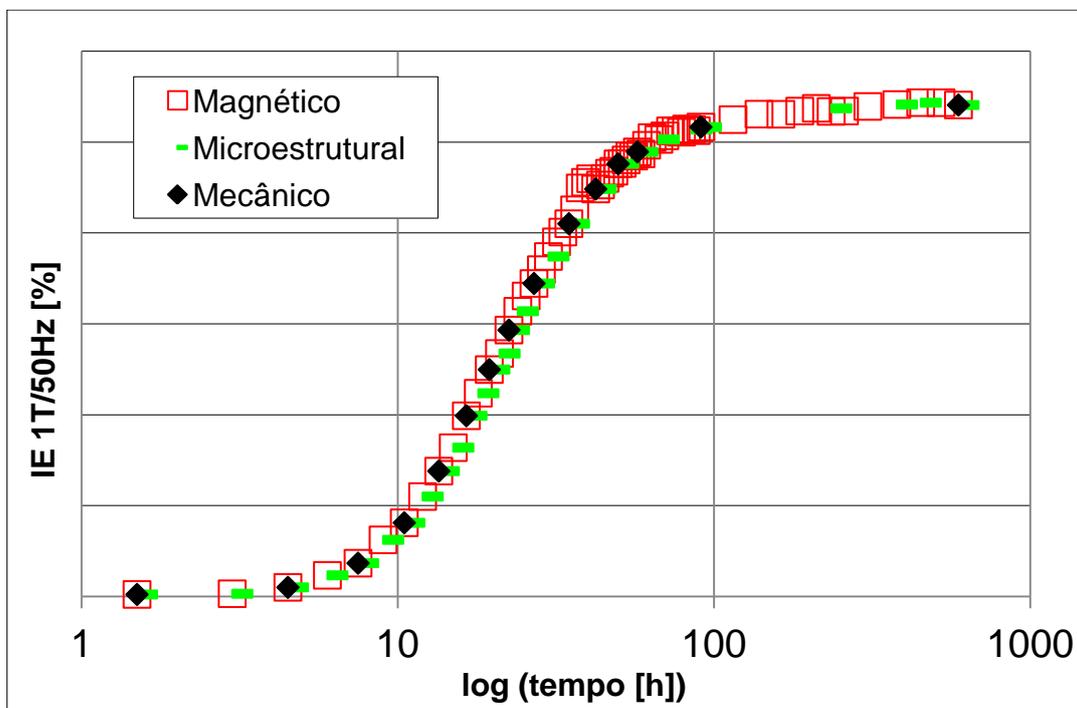


Figura 4.5 – Periodicidade de retirada de amostras para cada tipo de ensaio.

4.3. Ensaios Magnéticos

As medições das propriedades magnéticas foram realizadas nas dimensões originais das amostras (305x30x0,54mm), utilizando o acessório chapa única do medidor de propriedades magnéticas Brockhaus MPG100D, na frequência de 50Hz e indução de

1,0T. A variação percentual da perda magnética (IE), após cada tratamento de envelhecimento, foi determinada utilizando a seguinte relação ^[3,25]:

$$IE = \left(\frac{P_T^E - P_T}{P_T} \right) \times 100 \quad (\text{eq. 4.1})$$

Onde P_T^E é a perda magnética total do aço envelhecido e P_T a perda magnética total do aço antes do envelhecimento.

4.4. Caracterização Microestrutural

A fim de avaliar a microestrutura de partida, para cada aço estudado, assim como caracterizar os precipitados nas amostras envelhecidas foram utilizadas diversas técnicas, de acordo com o tratamento realizado, conforme mostra a Tabela 4.4.

Tabela 4.4 - Análises realizadas de acordo com o tipo e temperatura de tratamento.

Análise	Amostra	Temperatura de tratamento [°C]	Análise realizada
1	Sem envelhecimento	-	MO e MEV
2	Envelhecida/Efeito da Interrupção	225	MO
3	Envelhecida/Efeito da Temperatura	100-225	MEV, MET e EBSD
4	Envelhecida/Efeito do Tempo	180	MEV

As amostras não envelhecidas (análise 1), de cada aço, foram levadas ao microscópio ótico e no microscópio eletrônico de varredura, com objetivo de analisar a presença de precipitados e/ou inclusões. As amostras envelhecidas no teste de interrupção de ciclo (análise 2) foram encaminhadas ao microscópio ótico, e realizadas comparações qualitativas quanto à distribuição de precipitados.

As amostras envelhecidas, análises 3 e 4, foram examinadas no microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizando o detetor de elétrons secundários SE (*Secondary Electron*), para determinação do número de partículas por micrômetro quadrado (densidade de partículas), dimensões das partículas e a área de cada partícula. Para determinação da fração volumétrica de partículas foi utilizada a equação 4.1:

$$V_V = A_A = \left(\frac{\sum_{i=1}^N \text{Área}_i^{\text{partícula}}}{n^{\text{campos}} \cdot \text{Área}_{\text{campo}}} \right) \cdot 100 \quad (4.1)$$

Onde, $\text{Área}^{\text{partícula}}$ é área de cada partícula, n^{campos} representa o número de campos avaliados e $\text{Área}^{\text{campo}}$ é área do campo. De maneira geral pode se considerar que a fração volumétrica é equivalente a fração em área ($A_A = V_V$) [45]. Todas as análises quantitativas foram realizadas baseando-se em 16 campos por amostra.

Algumas amostras da análise 3 foram ainda selecionadas com o objetivo de se identificar os precipitados existentes, utilizando duas técnicas:

- Determinação dos padrões de difração via microscopia eletrônica de transmissão (MET).
- Determinação do plano de hábito dos precipitados via EBSD (*Electron Backscatter Diffraction*).

A preparação metalográfica para análise da microestrutura das amostras via MO e MEV, foi realizada na seção longitudinal, nas amostras embutidas a quente em baquelite. Posteriormente, as amostras foram lixadas na sequência de grana 120, 320, 500 e 600 mesh, e polidas com pasta de diamante de grana 9, 3 e 1 μm . O polimento final foi realizado com sílica coloidal e então foi realizado o ataque com nital 5% durante 3s. Para as análises realizadas no MEV foi necessário repetir os últimos três passes: polimento com pasta de diamante de grana 1 μm , polimento final com sílica coloidal e ataque com nital 5% durante 3s, para visualização dos precipitados.

Já para a análise via MET, foram preparadas amostras de filme fino, lixando as amostras até atingirem a espessura de 100 μm , e em seguida, as amostras foram estampadas em discos de 3mm de diâmetro. Os discos foram lixados na sequência de grana 220, 320, 600 e 1000 mesh, e polidos com pasta de diamante de grana 9,3 e 1 μm , até a espessura de 60 μm . O polimento final foi realizado por feixe de íons em um "Ion Milling" (GATAN, modelo PIPS 691) com nitrogênio líquido durante todo o processo de polimento, utilizando as seguintes condições:

- Energia do feixe em 5 keV

-Ângulo dos canhões em 6 graus por 5 horas nas duas faces do disco e 2 graus nas duas faces até a amostra apresenta furo.

Uma técnica foi proposta para determinação do plano de hábito dos precipitados via EBSD. Primeiramente as amostras selecionadas foram preparadas, de maneira convencional, para serem visualizadas no microscópio ótico. Em seguida as amostras foram encaminhadas para o microdurômetro, onde foi realizada uma indentação na região da microestrutura onde se desejava determinar o plano de hábito dos precipitados. Em seguida, foram geradas imagens da região de interesse, com as marcas de indentação, utilizando o microscópio ótico. Posteriormente a mesma amostra foi analisada no EBSD, acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV). A coleta de dados foi realizada na seção longitudinal com aceleração do feixe de 20KV e passo de 2 μ m. O tratamento dos dados obtidos via EBSD foi realizado no software OIM Analysis. As orientações Φ_1 , Φ e Φ_2 determinadas foram inseridas em uma rotina computacional, desenvolvida em MATLAB (anexo I), para determinação dos ângulos dos precipitados.

Os equipamentos utilizados para a caracterização microestrutural foram:

1. Microscópio ótico, LEICA modelo DMRM;
2. Microscópio eletrônico de varredura, PHILIPS modelo XL-30 acoplado com EBSD da TSL (TecSEM Laboratories);
3. Microscópio eletrônico de transmissão, modelo TECNAI G2 F20, 200kV e PHILIPS CM-120, 120kV;

4.5. Ensaios Mecânicos

As amostras, preparadas no tamanho *subsize*, conforme norma ASTM A370/11, provenientes do ensaio de envelhecimento (item 4.2.3), foram submetidas ao ensaio de dureza, utilizando um durômetro (INSTRON WOLPERT GMBH) e a dureza determinada em HV utilizando uma carga de 1kg. Todos os corpos de provas foram devidamente lixados antes do ensaio de dureza, para remoção do revestimento. A medida de dureza foi realizada em cinco diferentes pontos na superfície da amostra e a propriedade estudada, determinada pela média. As mesmas amostras que tiveram a dureza avaliada foram encaminhadas para o ensaio de tração em uma máquina INSTRON, modelo 5582 equipada com extensômetro de 10mm de base de medida,

para determinação do limite de escoamento e limite de resistência. Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente a uma taxa de deformação de 10^{-3}s^{-1} . Foram realizadas três medições para cada condição e a propriedade de interesse determinada pela média.

5. RESULTADOS

5.1. Caracterização das Amostras Não Envelhecidas

As amostras do aço GNO 2%Si utilizadas nos experimentos foram retiradas de uma bobina laminada a frio, com recozimento final padrão e cortadas nas dimensões (305x30x0,54mm), padrão para um ensaio magnético. Nesta condição, estas apresentaram uma estrutura ferrítica, baixo nível de inclusões e um tamanho médio de grão da ordem de 80 μ m, conforme ilustra a Figura 5.1.

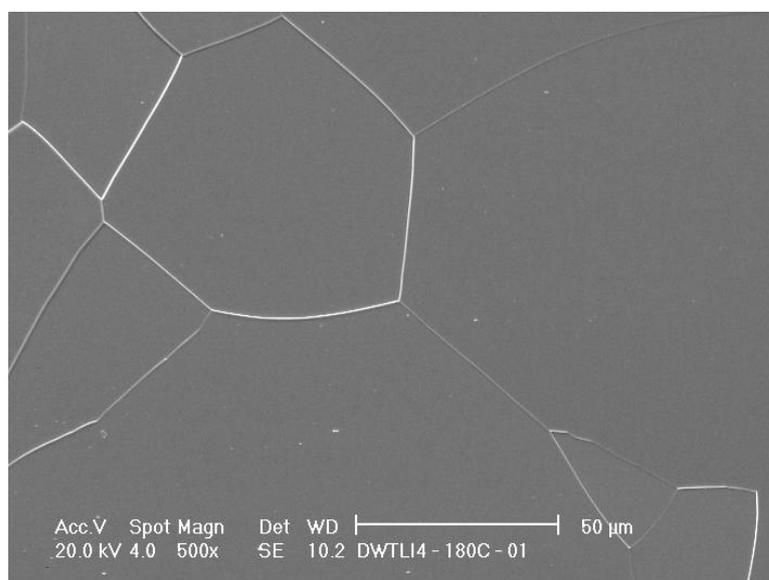


Figura 5.1 - Micrografia, via MEV, de uma amostra não envelhecida (aço 2 - C:32ppm).
Ataque nital 5%.

A Tabela 5.1 apresenta os valores de dureza, limite de escoamento, limite de resistência e alongamento para amostras não envelhecidas do aço 2.

Tabela 5.1 - Propriedades mecânicas iniciais do aço 2 (amostras não envelhecidas
C:32ppm).

Dureza [HV]	171 \pm 5
Limite de Escoamento [MPa]	340 \pm 1
Limite de Resistência [MPa]	444 \pm 3
Alongamento [%]	24 \pm 3

5.2. Determinação da Influência da Interrupção do Ciclo

A Figura 5.2 apresenta os valores de índice de envelhecimento em função do tempo, na condição de teste 1T/50Hz, obtidos de cinco amostras do aço 2 tratadas a 225°C. Os valores de IE para a amostra 1 (com interrupção de ciclo), quando comparadas com as amostras sem interrupção de ciclo (3, 4 e 5), removidas do forno com 24h, 48h e 65h, mostraram-se equivalentes. A diferença entre o IE alcançado para as amostras com interrupção de ciclo (1 e 2) e a amostra 3 (sem interrupção), para 24h, foi da ordem de 1%.

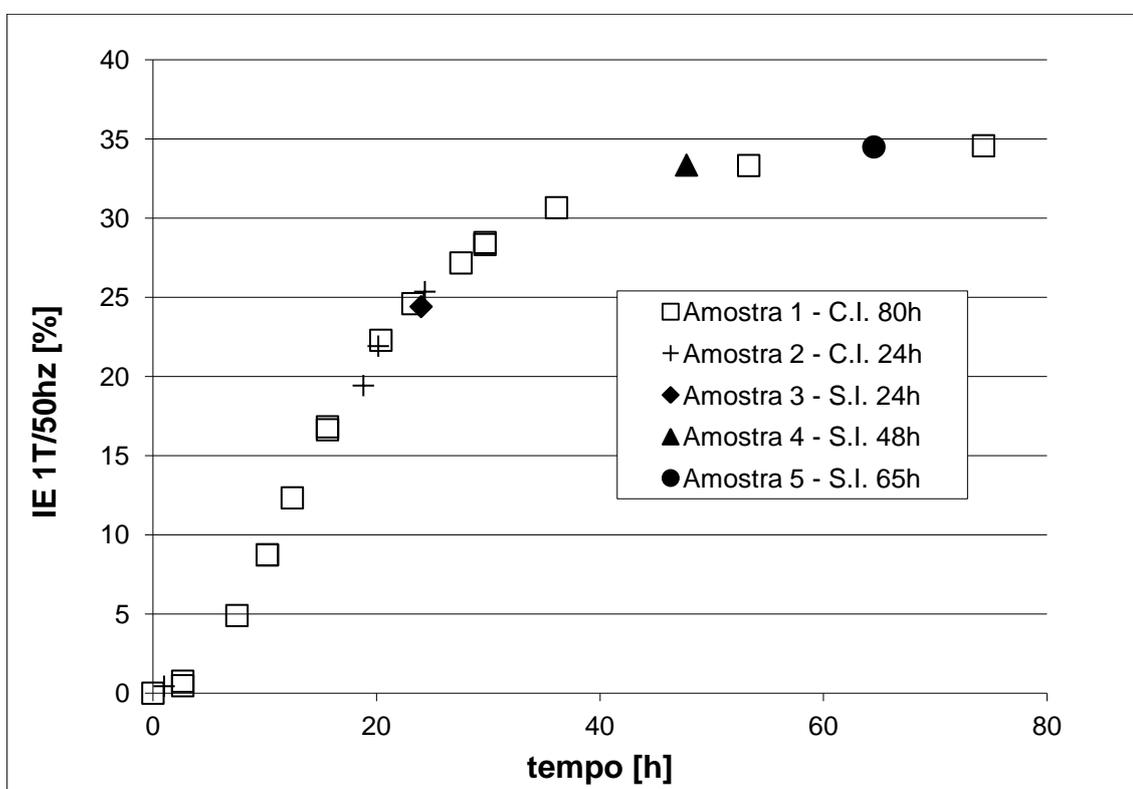


Figura 5.2 - Variação do IE na condição 1T/50Hz para amostras do aço 02 (C:32ppm) tratadas a 225°C com e sem interrupção de ciclo.

Com o objetivo de se avaliar o impacto da interrupção de ciclo sobre a microestrutura, as amostras 2 e 3 foram analisadas por microscopia ótica, cujas microestruturas estão mostradas nas Figura 5.3a) e Figura 5.3b), respectivamente. Conforme mencionado anteriormente, a amostra 2 foi retirada periodicamente para medição da perda

magnética, enquanto que a amostra 3 permaneceu no forno sem interrupção durante 24h. Comparando as Figura 5.3a) e Figura 5.3b), não foi observada alteração significativa quanto à distribuição de precipitados presentes no interior dos grãos das amostras envelhecidas.

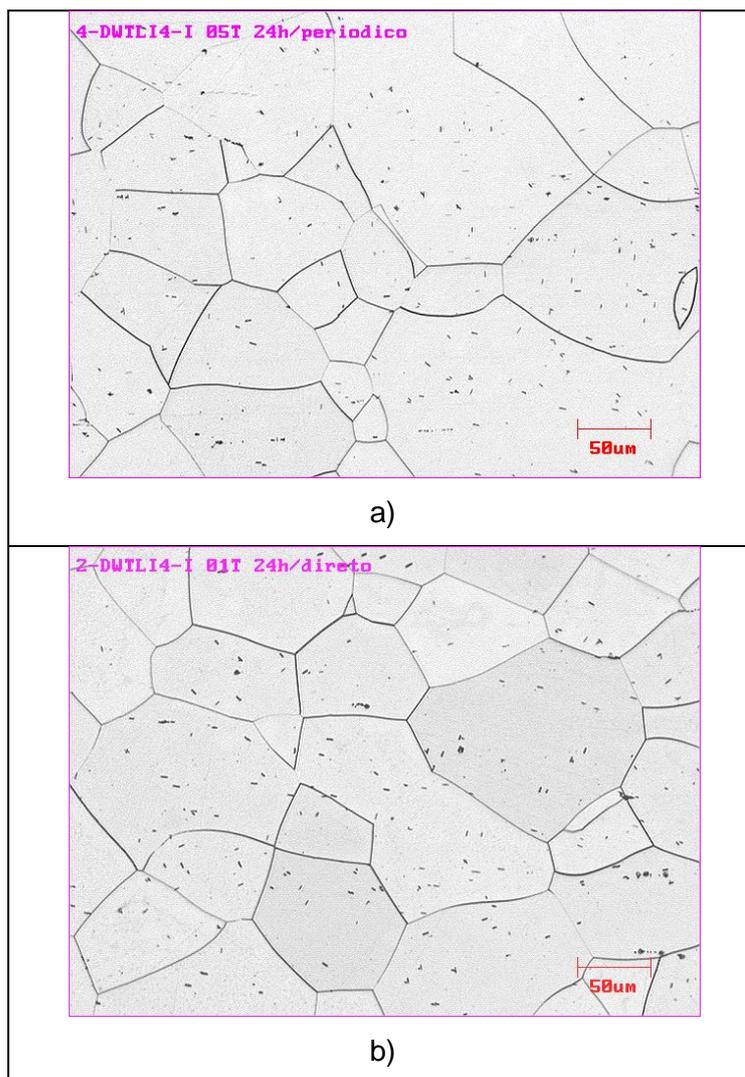


Figura 5.3 - Micrografias, via MO, de amostras do aço 2 (C:32ppm) tratadas a 225°C. a) 24h com interrupção de ciclo (amostra 2) b) 24h sem interrupção de ciclo (amostra 3).

5.3. Tratamento Térmico de Envelhecimento

5.3.1. Efeito da Temperatura de Tratamento Sobre o Índice de Envelhecimento

Os resultados relativos à variação do índice de envelhecimento em função do tempo de tratamento térmico dos aços com 20, 32 e 46ppm de carbono, submetidos a temperaturas de 100 a 225°C são mostrados a seguir. O tempo total de permanência de cada amostra no forno para todos os aços, salvo algumas exceções, foi diferente, uma vez que o critério para interrupção do teste foi a estabilização do aumento da perda magnética em função do tempo. Em cada caso, buscou-se determinar a temperatura que promoveu o maior aumento no IE, a temperatura crítica de envelhecimento.

A variação do índice de envelhecimento em função do tempo de tratamento térmico para o aço com 20ppm de carbono é mostrada na Figura 5.4. Para este aço foi necessário um período relativamente longo, de aproximadamente 100h para que o tratamento começasse efetivamente a afetar a perda magnética do material, provavelmente devido à menor saturação do carbono na matriz ferrítica, vide Figura 5.4. O índice de envelhecimento magnético máximo (36%) foi atingindo com 2130h a 150°C.

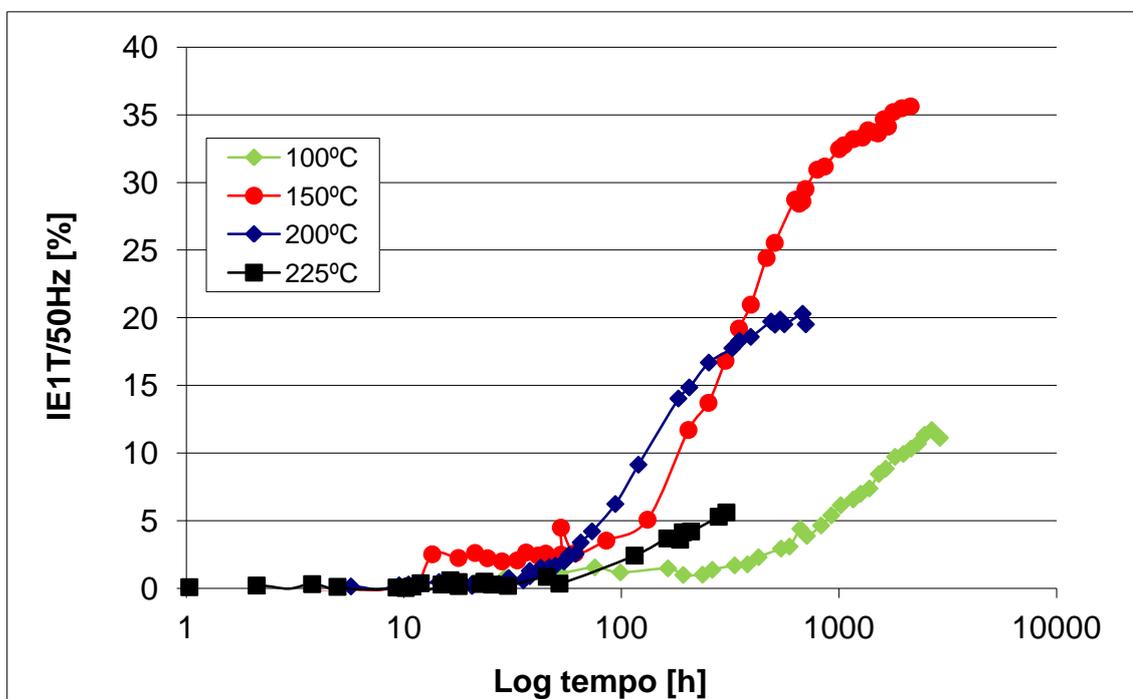


Figura 5.4 - Curvas de envelhecimento magnético para o aço 01 a 100-225°C.

A Figura 5.5 apresenta a variação do índice de envelhecimento em função do tempo de tratamento térmico para o aço com 32ppm de carbono (aço 2). Com exceção do tratamento a 100°C, o índice de envelhecimento deste aço ultrapassou os 5% de IE em intervalos de tempo 10 vezes menores do que o aço 01. Notou-se também que o máximo de IE, em cada temperatura, foi também atingido em tempos mais curtos, em relação ao aço 1, e o maior IE ($\approx 54\%$) ocorreu a 180°C com 450h. O tratamento a 100°C, no aço 02, promoveu um maior aumento no IE ($\approx 20\%$) em relação ao aço 01.

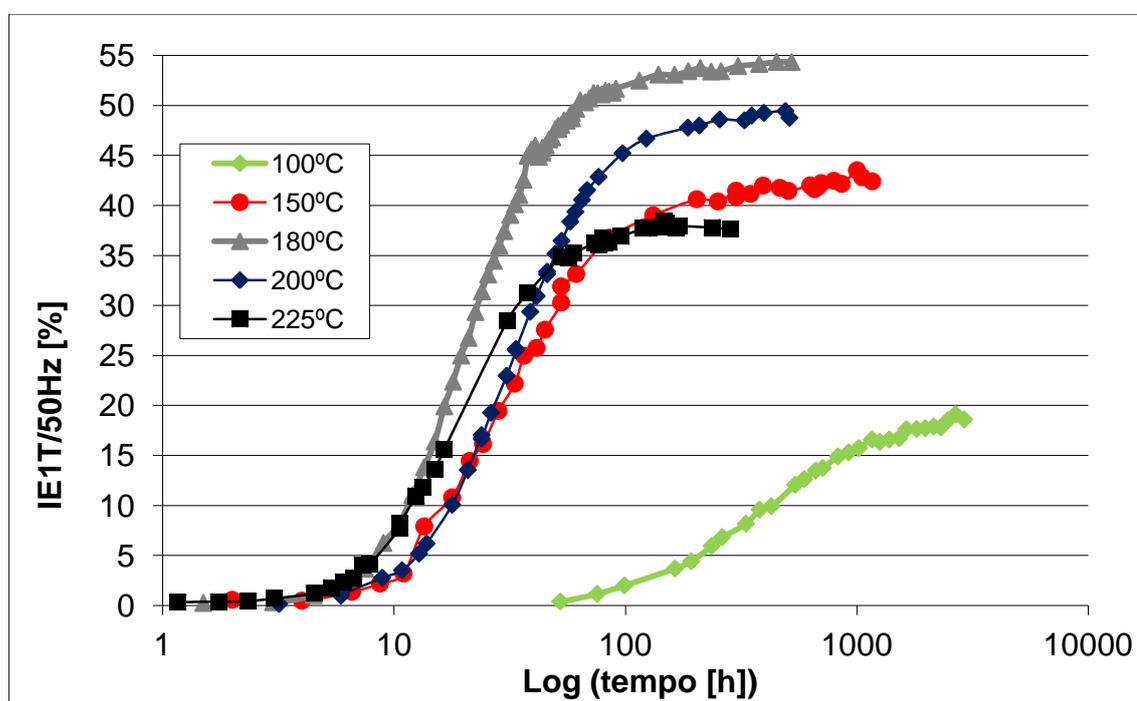


Figura 5.5 - Curvas de envelhecimento magnético para o aço 02 a 100-225°C.

A variação do índice de envelhecimento em função do tempo de tratamento térmico para o aço com 46ppm de carbono é mostrada na Figura 5.6. O aumento do IE com o tempo para este aço mostrou-se extremamente sensível aos tratamentos térmicos entre 150 e 225°C, presumidamente devido à maior supersaturação do carbono na matriz ferrítica. Com cerca de 4h o IE, nesta faixa de temperatura, já era superior a 10%. Para o tratamento a 100°C o aço 3 atingiu um IE superior a 10% com um pouco mais de 100h. Já os aços 1 e 2, demoraram cerca de 2000h e 500h, respectivamente, para atingir os mesmos 10%. Além disso, notou-se que com pouco mais de 20h o aumento percentual de perda magnética em função do tempo, para 200 e 225°C, já havia

estabilizado. O máximo IE atingido para o aço 3 foi cerca de 80% e ocorreu a 200°C após 400h. Apenas no caso do aço 2 percebeu-se a necessidade de um tratamento de envelhecimento em temperaturas intermediárias entre 150 e 200°C para se atingir o máximo IE da liga, visto que para 100 e 225°C os IE alcançados foram menores do que para a faixa citada.

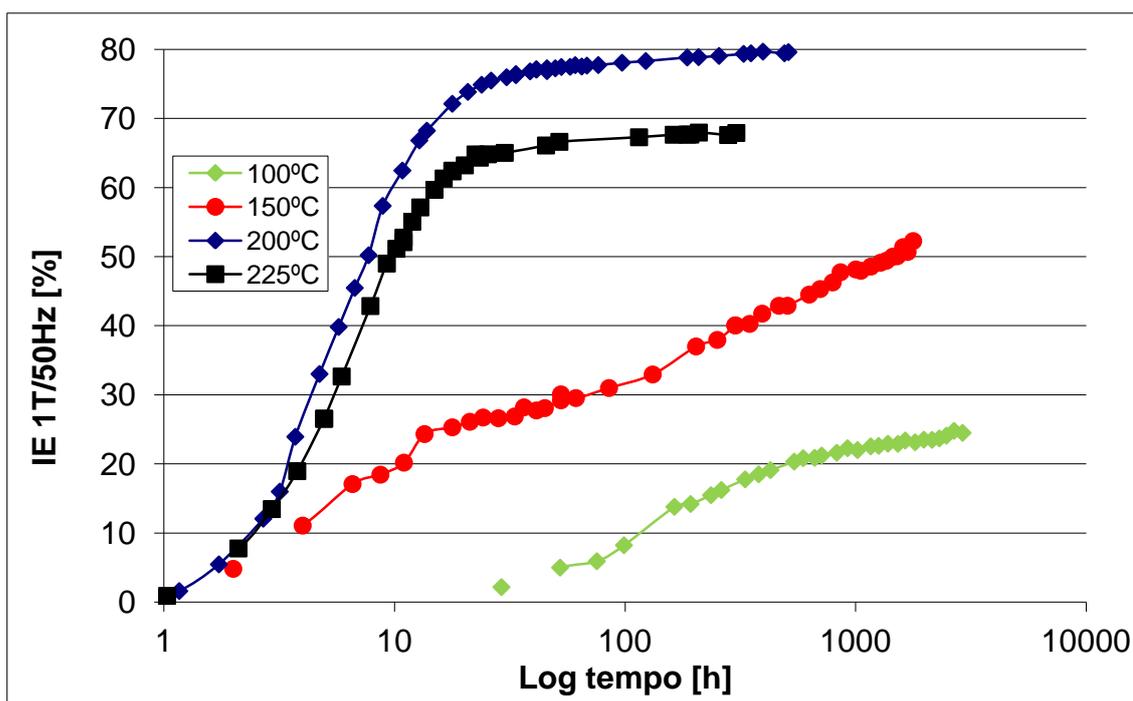


Figura 5.6 - Curvas de envelhecimento magnético para o aço 03 a 100- 225°C.

Para cada faixa de carbono avaliada, houve uma temperatura que maximizou o IE, Tabela 5.2. Considerando uma mesma temperatura de envelhecimento, observou-se que houve aumento no IE à medida que o teor de carbono aumentava, conforme ilustra a Figura 5.7. Notou-se ainda que para as temperaturas de 200 e 225°C, o aumento no IE decorrente do aumento no teor de C, foi ainda mais pronunciado.

Tabela 5.2 - Temperatura crítica de envelhecimento por faixa de carbono.

Aço	Teor de Carbono Médio [ppm]	Temperatura Crítica [°C]	IE Máximo [%]
1	20	150	36
2	32	180	54
3	46	200	80

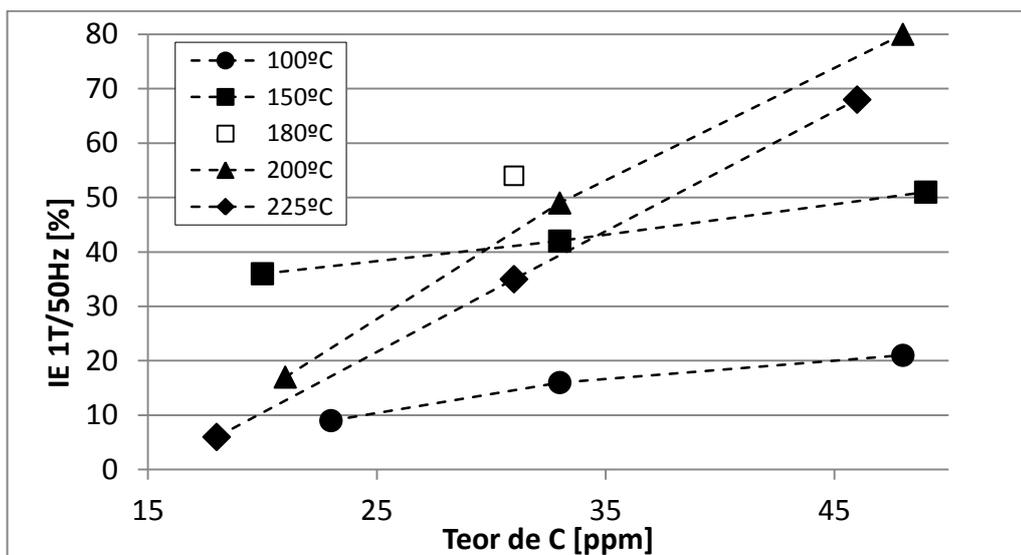
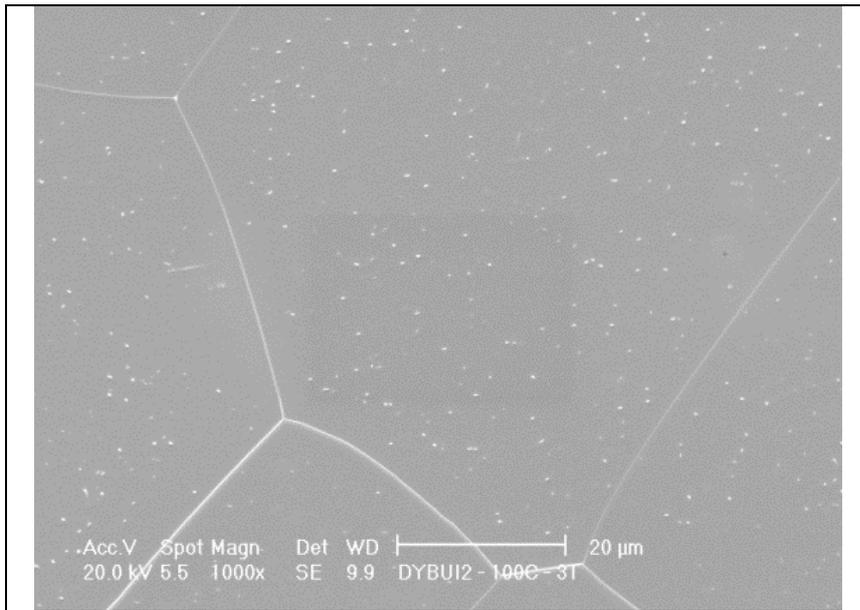


Figura 5.7 - Máximo IE atingido em função do teor de carbono e da temperatura.

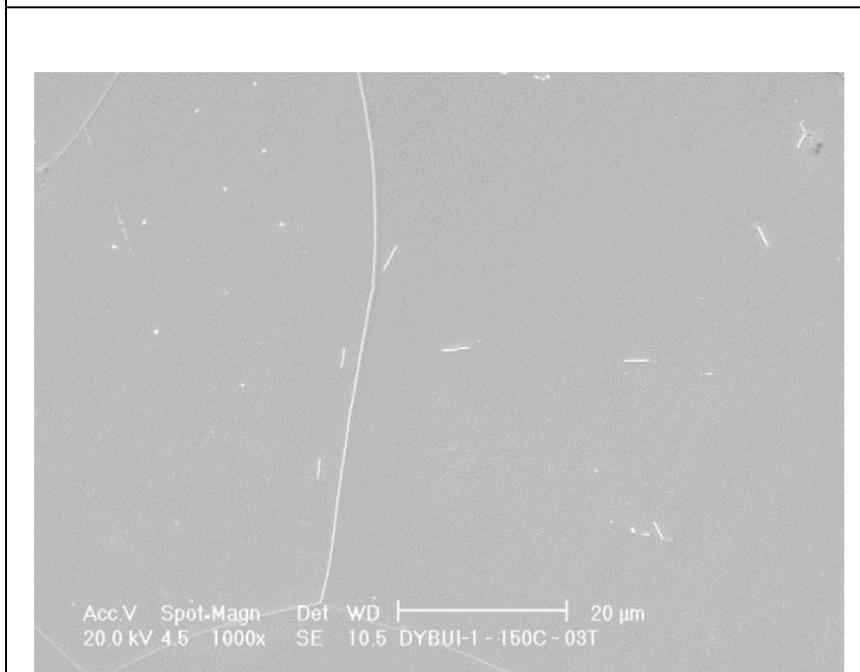
5.3.2. Efeito da Temperatura de Tratamento Sobre as Características Microestruturais

As análises metalográficas, apresentadas a seguir, foram feitas nas mesmas amostras utilizadas para a obtenção das curvas de envelhecimento, ou seja, cada micrografia refere-se ao último valor obtido após o ensaio de envelhecimento correspondente ao tempo total de tratamento. Todas as micrografias foram feitas utilizando uma ampliação de 1000x, assim, apenas as partículas com tamanho superior a $0,2\mu\text{m}$, foram visualizadas e, portanto, quantificadas. As análises quantitativas dos precipitados intragranulares foram realizadas através da determinação da distribuição de tamanhos e da densidade de partículas.

O efeito do aumento da temperatura, de 100 a 225°C, sobre a microestrutura do aço 1 (C:20±2ppm) é mostrado na Figura 5.8. Em relação à microestrutura do aço não envelhecido (Figura 5.1), houve uma precipitação de partículas no interior do grão das amostras envelhecidas, presumidamente carbonetos de ferro. A 100°C, Figura 5.8 a), observou-se uma precipitação bastante fina de partículas de segunda fase, não permitindo inferir sobre a forma dos precipitados. A amostra tratada a 150°C, Figura 5.8 b), apresentou boa parte dos precipitados em forma de agulha, entretanto, uma pequena fração de partículas, de mesma característica das observadas a 100°C, foram notadas. As amostras tratadas a 200 e 225°C, Figura 5.8 c) e d), respectivamente, apresentaram precipitados em forma de agulha.



a)



b)

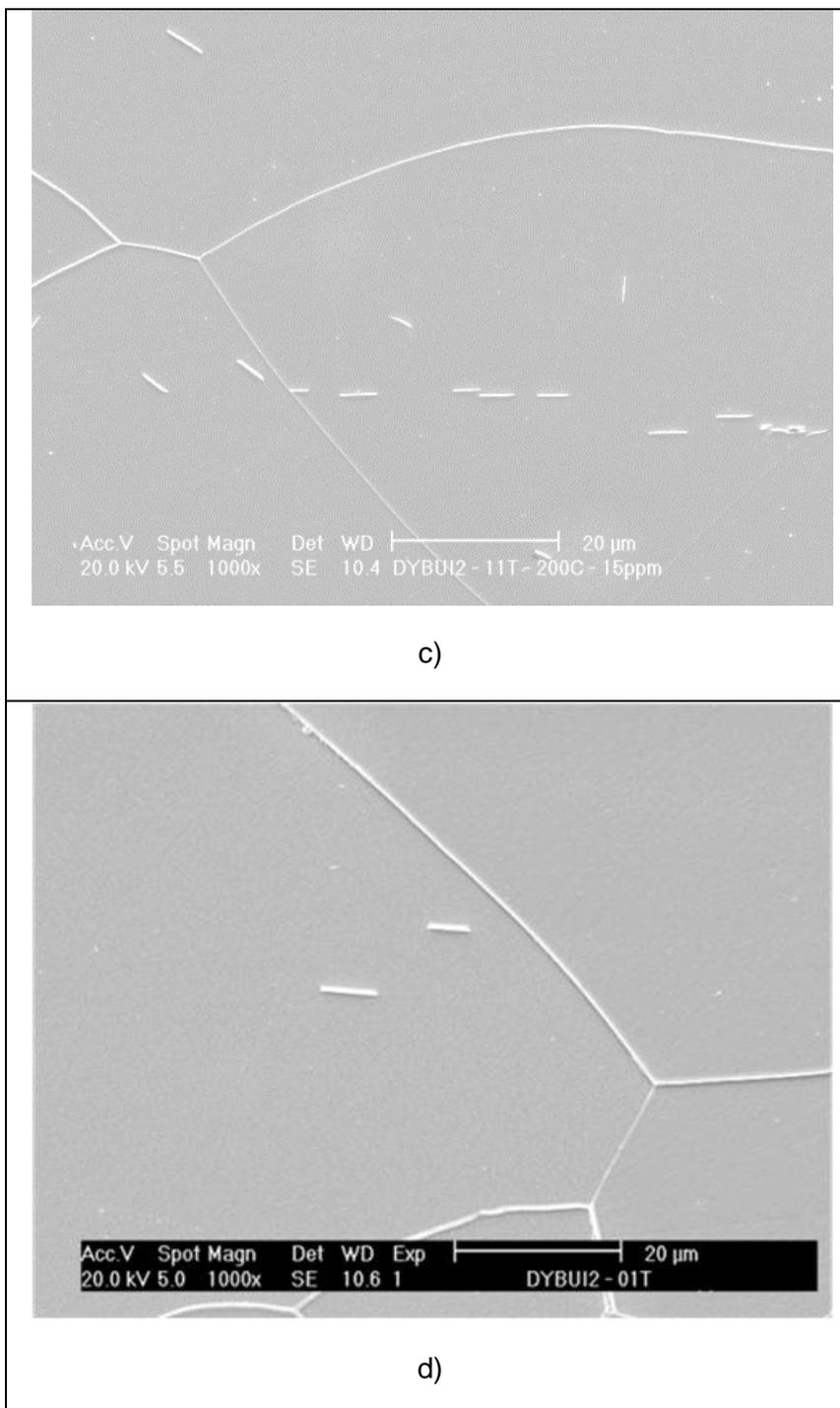


Figura 5.8 - Micrografias, via MEV, de amostras do aço 1, após ensaio de envelhecimento. a) C:23ppm 100°C/3100h; b)C:20ppm 150°C/2100h; c)C:21ppm 200°C/850h; d) C:18ppm 225°C/300h.

A Figura 5.9 mostra a variação do tamanho médio de partículas e do número de partículas por área em função da temperatura de tratamento para o aço 1. À medida

que aumenta o tamanho das partículas, com o aumento da temperatura de envelhecimento, a densidade média de partículas diminui, atingindo valores da ordem de 4×10^{-4} partículas/ μm^2 a 225°C . Nota-se ainda uma redução da ordem de 7x na densidade média de partículas após o tratamento a 150°C em relação à 100°C , seguido por um aumento no tamanho médio das partículas de aproximadamente 3x, alcançando cerca de $1,3\mu\text{m}$. Para o tratamento a 225°C , em relação ao tratamento a 200°C , embora tenha sido notada uma redução de uma ordem de grandeza na densidade média, o tamanho médio de partículas se conservou.

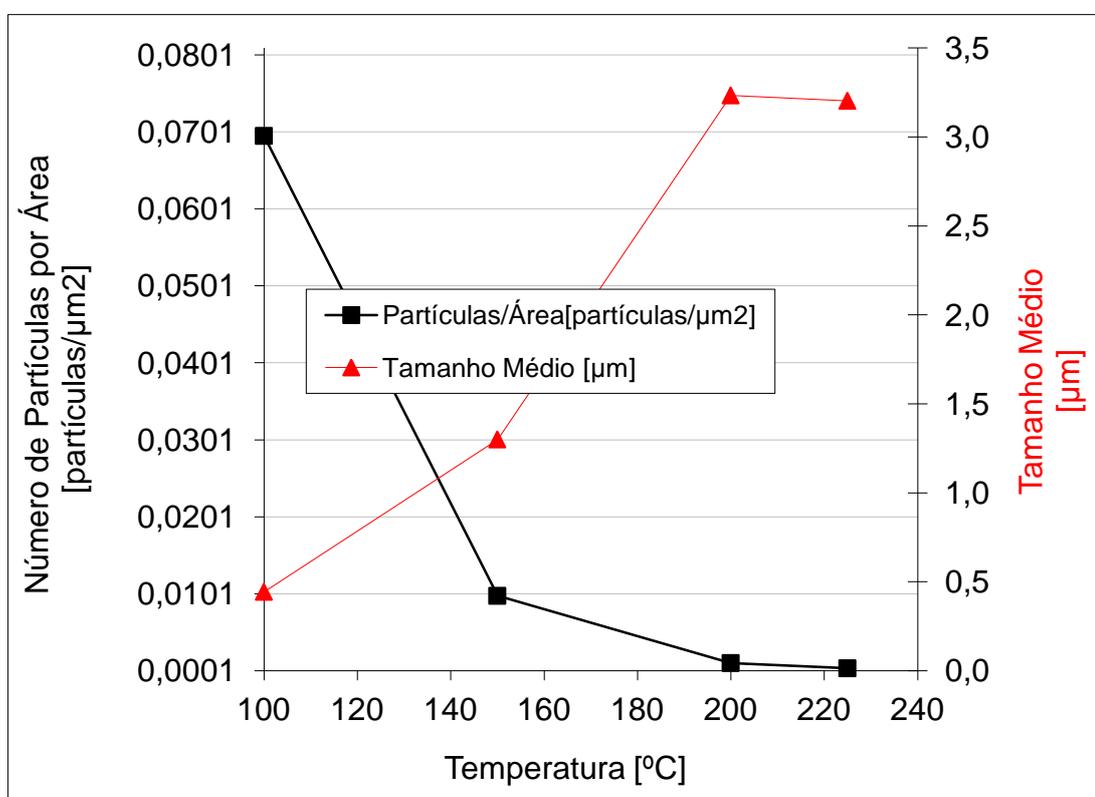


Figura 5.9 - Variação do tamanho médio de partículas e do número de partículas por área em função da temperatura de tratamento para o aço 1.

Na Figura 5.10, é mostrado o efeito do aumento da temperatura sobre a distribuição de tamanho dos precipitados. A 100°C cerca de 90% dos precipitados possuíam tamanhos inferiores a $0,6\mu\text{m}$, a 150°C , apenas 42% dos precipitados se situavam nessa faixa, já a 225°C não foram encontrados precipitados inferiores a $0,8\mu\text{m}$. É importante ressaltar que para as temperaturas 200 e 225°C o número total de precipitados encontrados foi relativamente baixo, o que diminuiu a precisão da análise.

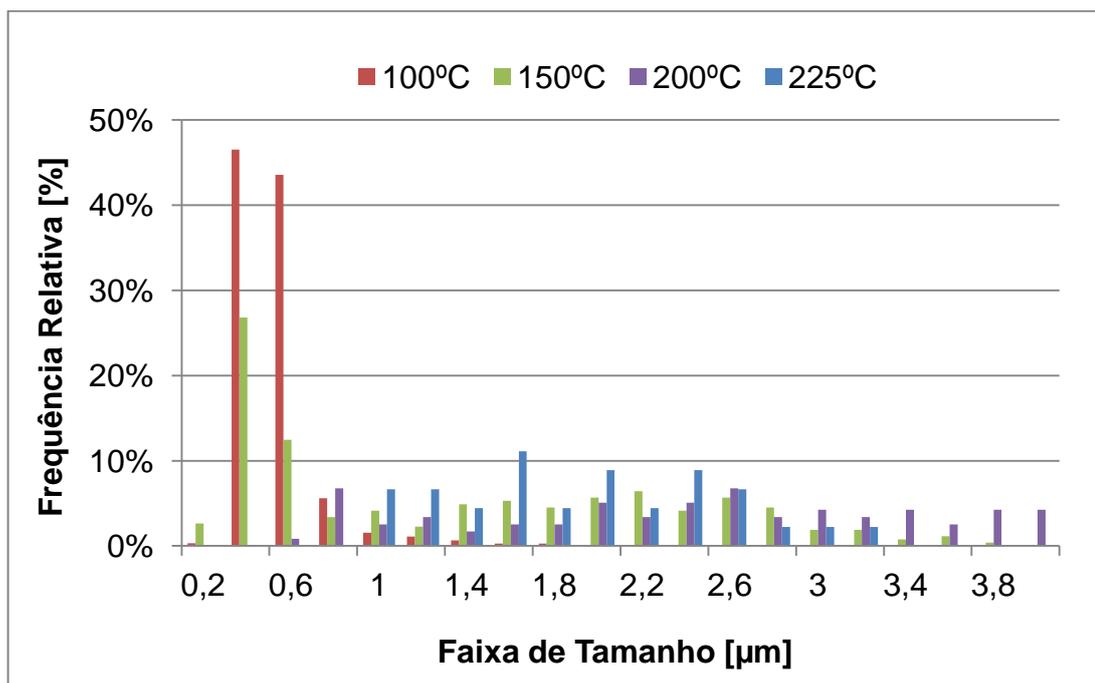
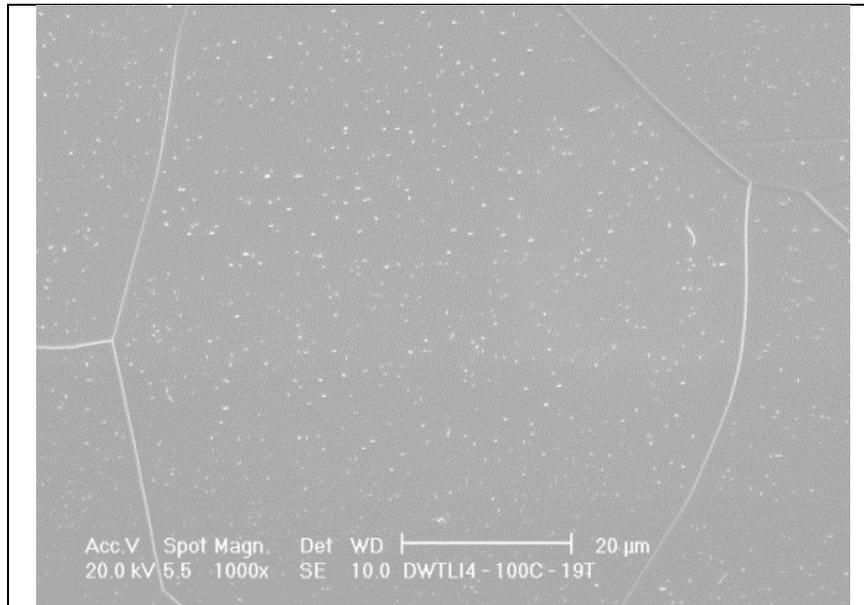


Figura 5.10 - Distribuição dos precipitados, por faixa de tamanho, para cada temperatura (aço 1).

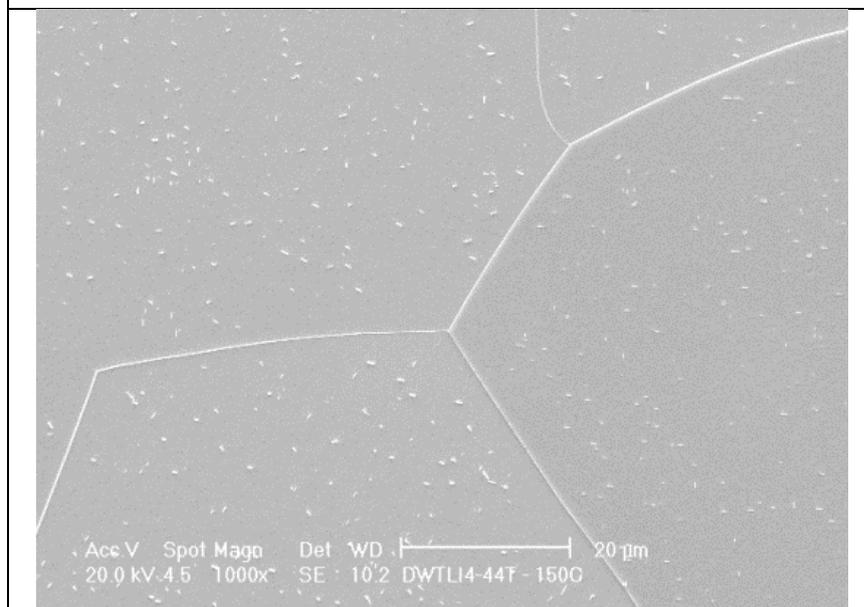
As amostras envelhecidas do aço 2 revelaram a mesma precipitação intragranular observada no aço 1, Figura 5.11, porém com uma densidade média de partículas consideravelmente maior, principalmente nas condições de tratamento 100°C/3100h (a) e 150°C/1100h (b). Assim como observado Figura 5.8 a), não foi possível inferir sobre a forma dos precipitados observados na Figura 5.11 a), referente ao tratamento a 100°C. Apesar de certa heterogeneidade quanto ao tamanho dos precipitados presentes na Figura 5.11 b) e c), notou-se que boa parte dos precipitados apresentava formato de agulha. A 200°C e 225°C, Figura 5.11 d) e e), praticamente a totalidade dos precipitados observados possuíam forma de agulha e um tamanho médio de partícula com dimensões superiores a 3μm.

A análise quantitativa das amostras do aço 2, Figura 5.12, revelaram uma pequena redução na densidade média de partículas do tratamento a 150°C, quando comparado o tratamento a 100°C, seguida por um aumento no tamanho médio de partícula de 0,33 para 0,58μm. Já o tratamento a 180°C, em relação à 150°C, promoveu uma redução de 3x na densidade média de partículas e um aumento no tamanho médio das partículas de 0,58 para 1,1μm. O tratamento a 200°C, por sua vez, acarretou uma

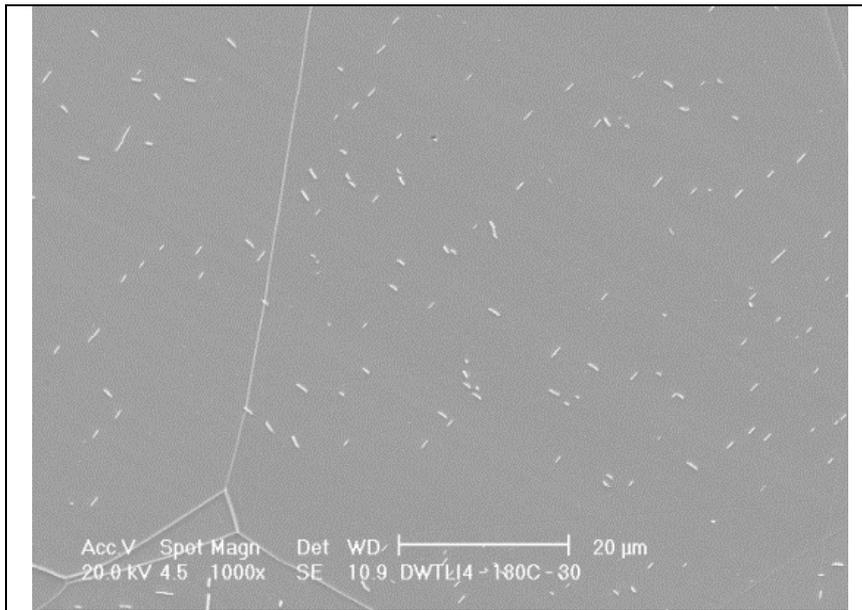
redução elevada na densidade média de partículas ($\approx 16x$), em relação ao tratamento a 180°C , e concomitantemente elevou o tamanho médio para $3,33\mu\text{m}$.



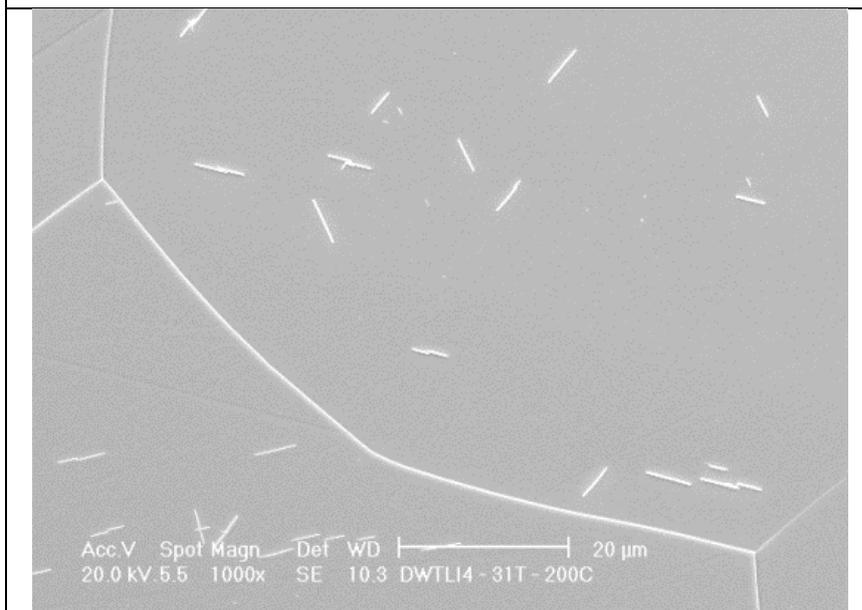
a)



b)



c)



d)

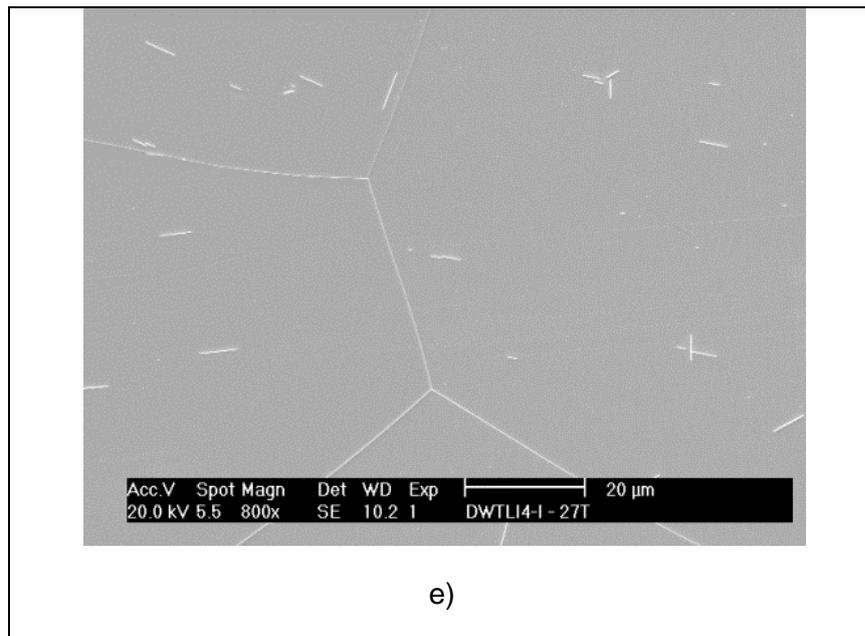


Figura 5.11 - Micrografias, via MEV, de amostras do aço 2, após ensaio de envelhecimento. a) C:33ppm 100°C/3100h; b)C:33ppm 150°C/1100h; c) C:31ppm 180°C/600h; d)C:33ppm 200°C/500h; e)C:31ppm 225°C/200h.

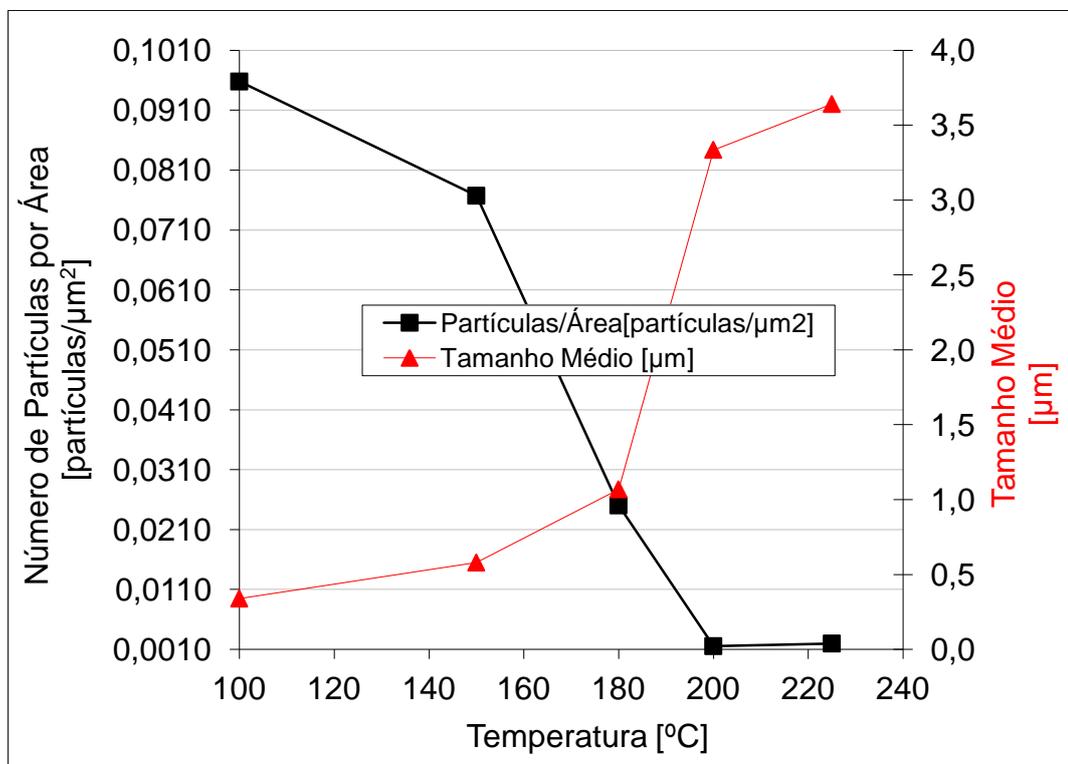


Figura 5.12 - Variação do tamanho médio de partículas e do número de partículas por área em função da temperatura de tratamento para o aço 2.

A Figura 5.13 mostra o efeito do aumento da temperatura de envelhecimento em amostras do aço 2 (C:32ppm) sobre a distribuição de precipitados. Observou-se um deslocamento notório para direita, na distribuição de tamanho dos precipitados com o aumento da temperatura. Em torno de 98% dos precipitados observados após o tratamento a 100°C apresentavam tamanhos inferiores a 0,6 μm . A 180°C, entretanto, essa mesma porcentagem estendeu-se de 0,4 a 2 μm . O tratamento de 225°C em relação ao de 200°C, por sua vez, levou o valor da mediana da distribuição de tamanhos de 3,1 para 3,8 μm .

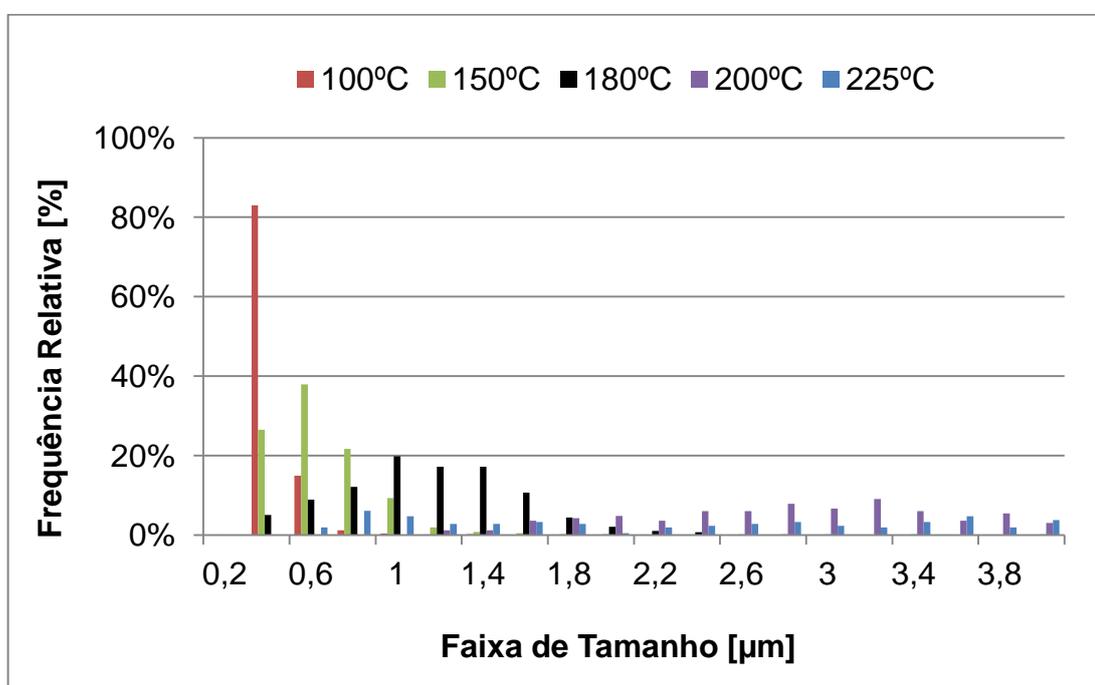


Figura 5.13 - Distribuição dos precipitados, por faixa de tamanho, para cada temperatura (aço 2).

A fim de se avaliar as características dos precipitados formados a temperaturas mais elevadas, amostras do aço 2 também foram envelhecidas a 275 e 300°C, conforme ilustra a Figura 5.14 a) e b), respectivamente. Na amostra tratada a 275°C foram observados pouquíssimos precipitados intragranulares, do tipo de agulha, com dimensões da ordem de 20 μm . A 300°C, no entanto, não foram observados precipitados com formato de agulha após o tratamento térmico.

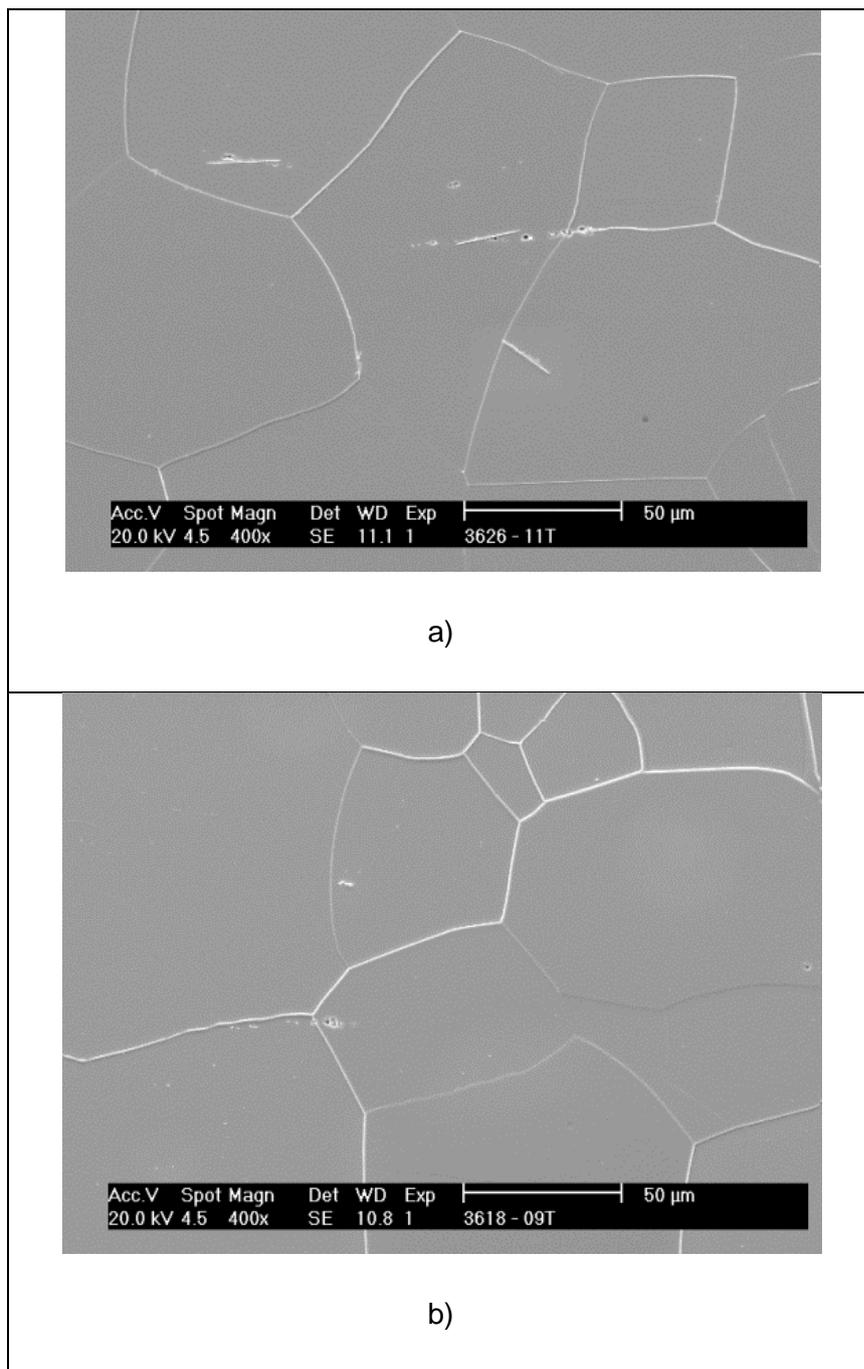
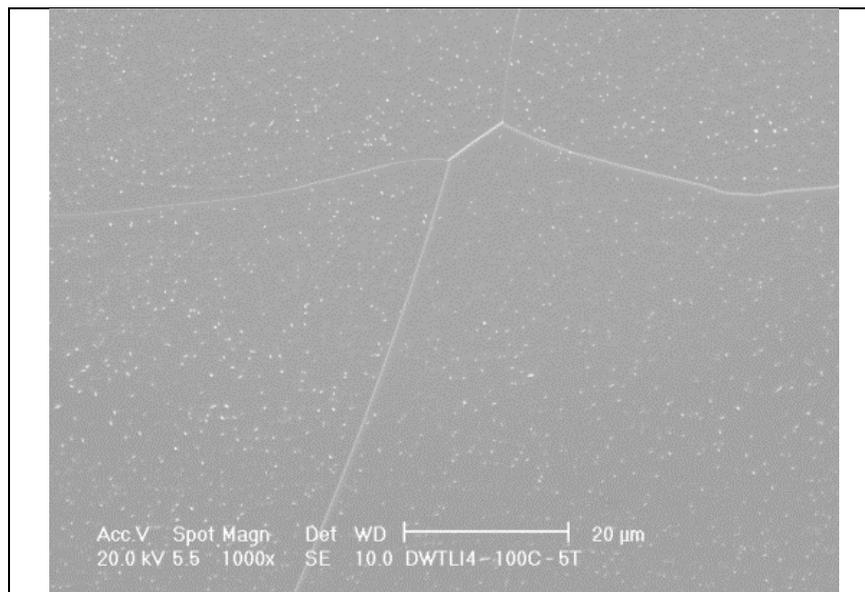


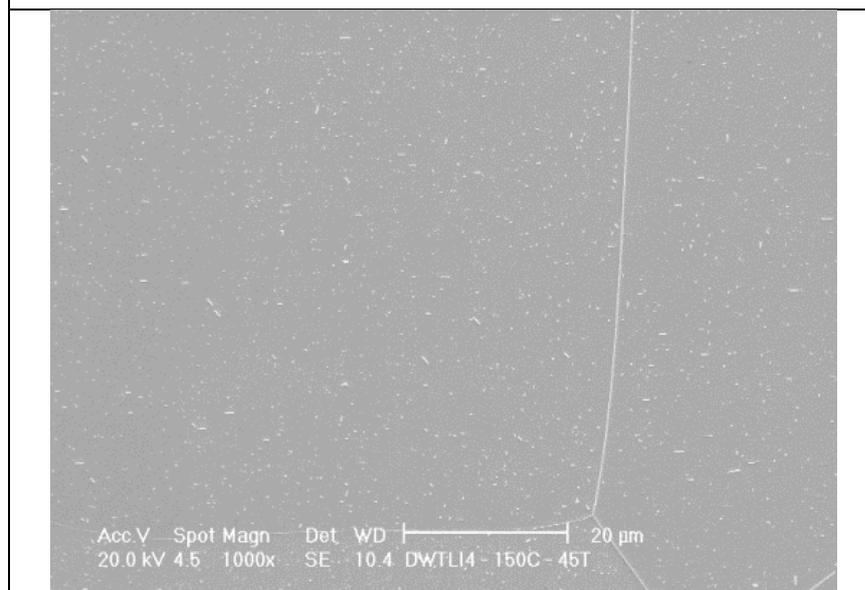
Figura 5.14 - Micrografias, via MEV, de amostras do aço 2, após ensaio de envelhecimento. a) C:30ppm 275°C/460h; b) C:30ppm 300°C/300h.

As amostras do aço 3, submetidas ao tratamento na faixa 100-225°C, apresentaram uma maior densidade média de partículas precipitadas no interior dos grãos, quando comparadas com os aços 1 e 2, Figura 5.15. Em decorrência da precipitação muito fina, observada na Figura 5.15 a), não foi possível inferir sobre a forma das partículas. A amostra tratada a 150°C, Figura 5.15 b), apresentou uma densa precipitação

intragranular semelhante à observada a 100°C. Entretanto, é possível notar claramente a presença de outra distribuição de precipitados, no interior dos grãos, em forma de agulha, caracterizando uma típica distribuição bimodal. A 200°C e 225°C, Figura 5.15 c) e d), respectivamente, nota-se que boa parte dos precipitados apresenta forma de agulha.



a)



b)

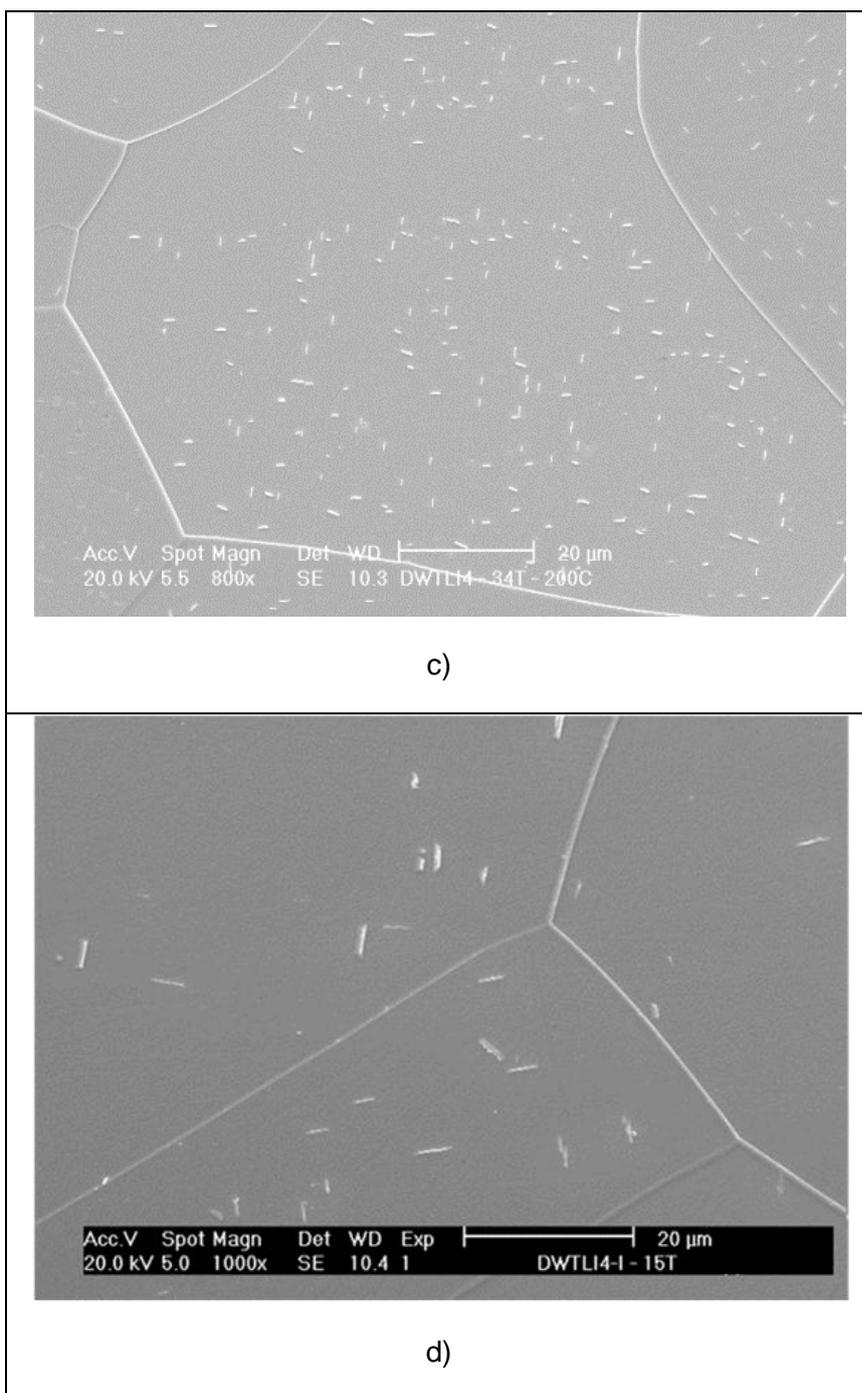


Figura 5.15 - Micrografias, via MEV, de amostras do aço 3, após ensaio de envelhecimento. a) C:48ppm 100°C/3100h; b) C:49ppm 150°C/1900h; c) C:48ppm 200°C/500h; d) C:46ppm 225°C/300h.

A Figura 5.16 apresenta mais detalhadamente as duas faixas de tamanho determinadas na amostra tratada a 150°C.

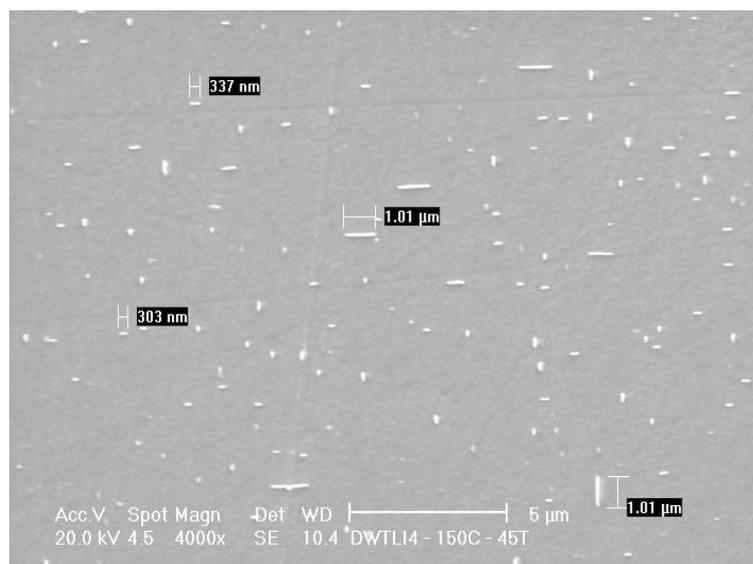


Figura 5.16 - Distribuição bimodal observada na amostra do aço 3 tratado a 150°C durante 1900h.

Na Figura 5.17 são apresentadas as variações do tamanho médio de partículas e do número de partículas por área em função da temperatura de tratamento para o aço 2. O aumento da temperatura de tratamento de 100 para 150°C, o qual levou a densidade média de partículas para metade do valor inicial, foi acompanhado por um ligeiro aumento no tamanho médio de partículas (0,3-0,4μm). Já o aumento no tamanho médio de partículas e a diminuição da densidade média de partículas, relativo ao tratamento a 200°C em relação à 150°C, foram da mesma ordem de grandeza, Figura 5.17. Diferentemente dos outros aços (1 e 2), o tratamento do aço 3 a 225°C em relação à 200°C, promoveu um aumento significativo no tamanho médio de partículas.

A distribuição de tamanho dos precipitados por faixa, para o aço 3, é mostrada na Figura 5.18. Analogamente às distribuições anteriores, após o tratamento a 100°C 99% dos precipitados possuíam tamanhos inferiores a 0,6μm. A 150°C, a presença de aproximadamente 68% dos precipitados com tamanhos inferiores a 0,4μm e 13% entre 0,8μm e 1,4μm, caracterizaram uma distribuição do tipo bimodal, conforme observado na Figura 5.16. A 200°C, cerca de 94% dos precipitados estavam entre 0,6 e 2μm, compreendendo uma faixa similar à obtida para o aço 2 para 180°C. Para a temperatura mais elevada aproximadamente 96% dos precipitados possuíam tamanhos superiores a 1μm, Figura 5.18.

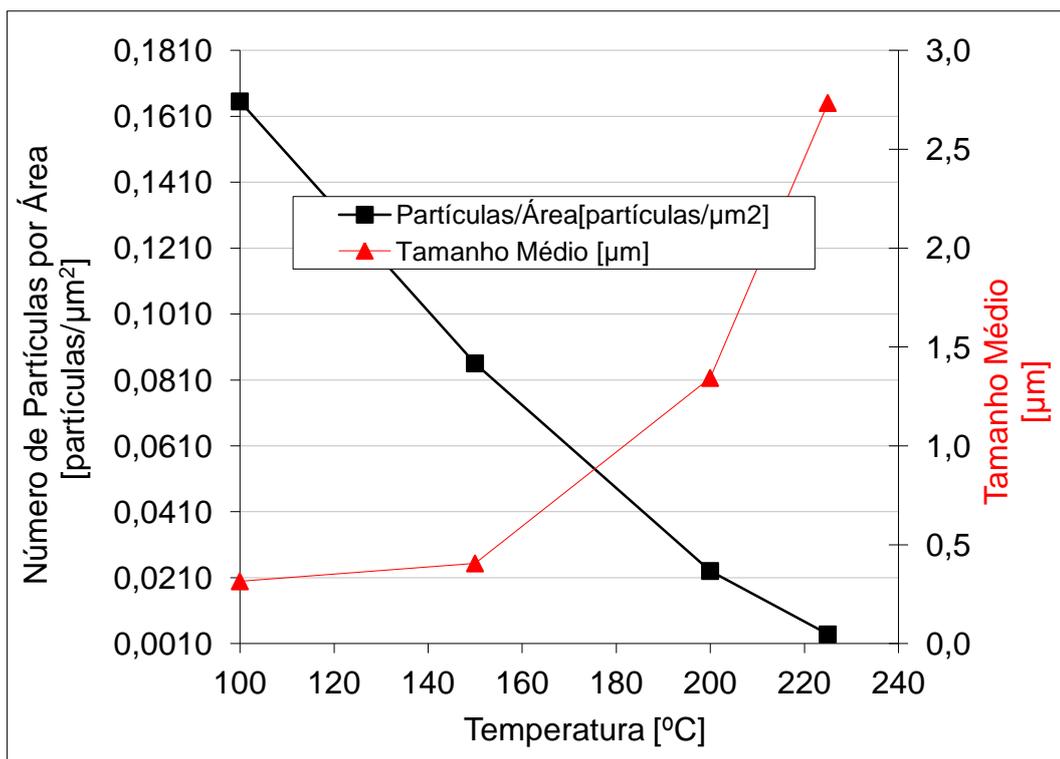


Figura 5.17 - Variação do tamanho médio de partículas e do número de partículas por área em função da temperatura de tratamento para o aço 3.

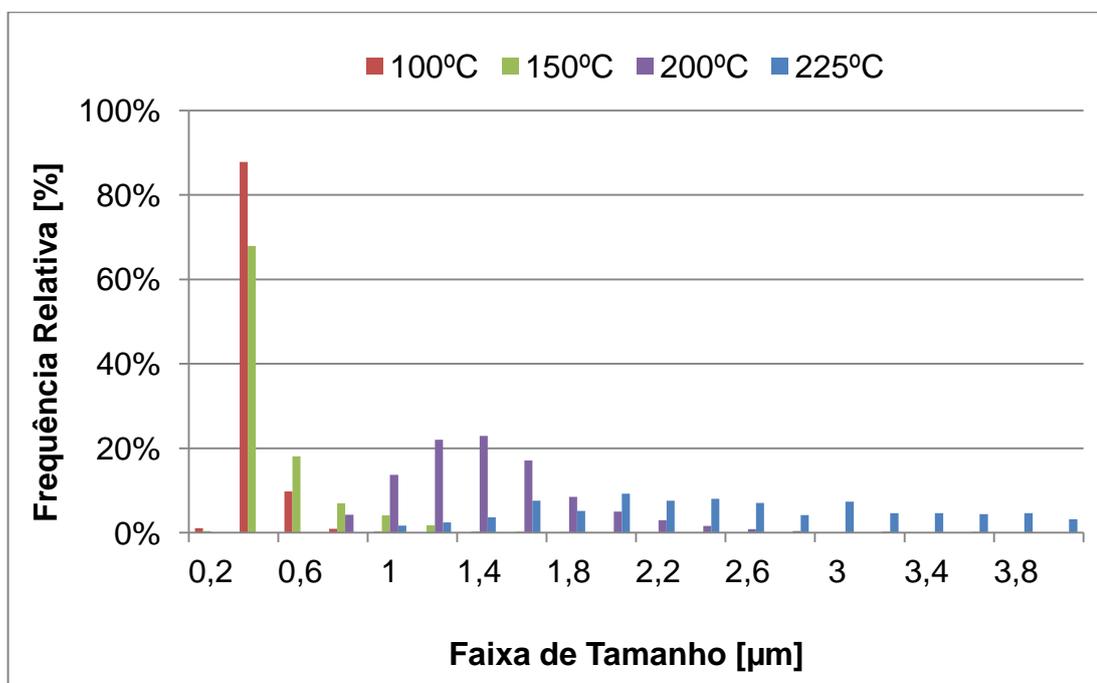


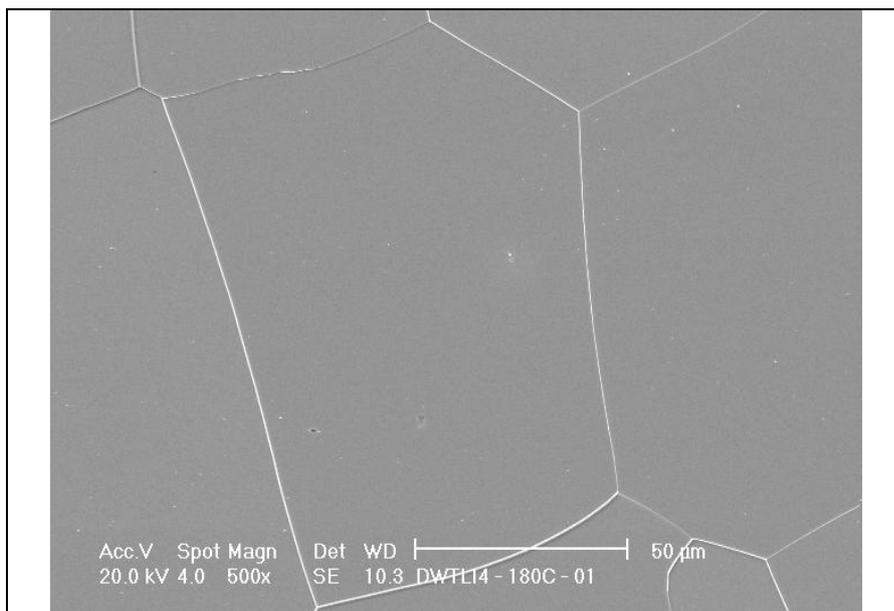
Figura 5.18 - Distribuição dos precipitados, por faixa de tamanho, para cada temperatura (aço 3).

5.3.3. Efeito do Tempo de Tratamento na Temperatura Crítica Sobre as Características Microestruturais e Propriedades Mecânicas do Aço com 32ppm de Carbono

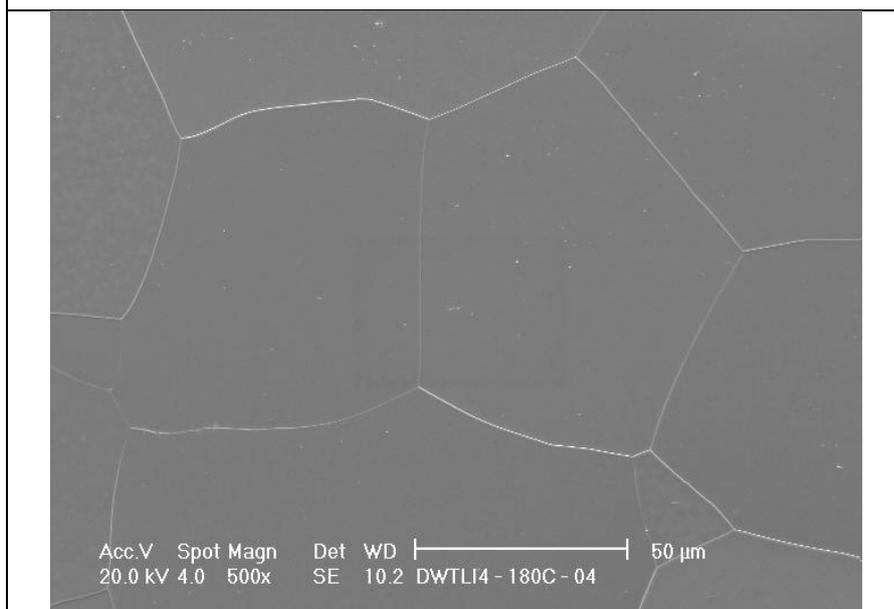
As análises metalográficas, apresentadas a seguir, foram feitas em amostras tratadas na mesma temperatura ao longo do tempo. Cada micrografia está associada a um ponto obtido na curva de variação do índice de envelhecimento em função do tempo de tratamento na temperatura crítica de 180°C, Figura 5.5. A quantificação dos precipitados intragranulares foi também realizada através da determinação da distribuição de tamanhos e da densidade de partículas, sendo quantificadas apenas partículas maiores que 0,2 μ m. De maneira semelhante, os resultados dos ensaios mecânicos, apresentados a seguir foram obtidos para amostras tratadas a 180°C.

Os resultados apresentados na Figura 5.19 (a-i) mostram o efeito do tempo sobre a distribuição de partículas no interior dos grãos das amostras do aço 2 tratadas a 180°C. Apesar da pequena fração volumétrica de precipitados na amostra não envelhecida (Figura 5.19 a)), notou-se a presença de pequenos precipitados (<400nm) intragranulares que podem ter sido formados durante o resfriamento, após o recozimento final. Com cerca de 4,5h (Figura 5.19 b)) foi possível notar a presença de uma fração muito baixa de precipitados do tipo agulha. Após 10,5h, (Figura 5.19 c)), no entanto, verificou-se uma distribuição de precipitados significativamente heterogênea no interior dos grãos. Depois de 42h, Figura 5.19 f)), já se observa uma precipitação intragranular elevada de partículas em forma de agulha. A partir de 91h até 600h (Figura 5.19 g-i)), praticamente não se observou alterações significativas, no que diz respeito às características dos precipitados, nas micrografias apresentadas.

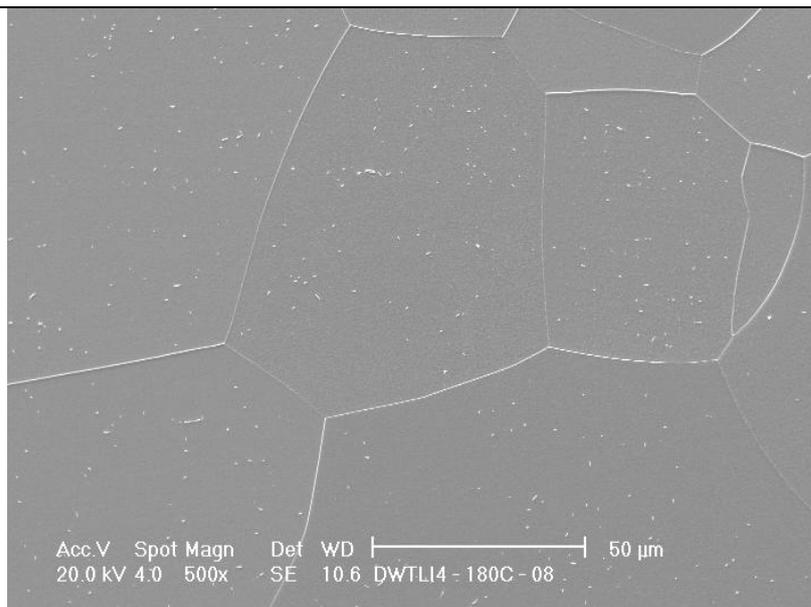
Apesar de uma dispersão considerável, entre os dados da densidade média levantados, conforme ilustra a Figura 5.20, com o auxílio de uma curva de ajuste do tipo "B-spline" foi possível obter uma linha de tendência para a variação deste parâmetro com o tempo. A densidade média de partículas aumentou ao longo do tempo, até cerca de 85h atingindo valores da ordem 0,033partículas/ μ m², em seguida notou-se uma diminuição no parâmetro estudado, estabilizando em cerca de 0,025partículas/ μ m².



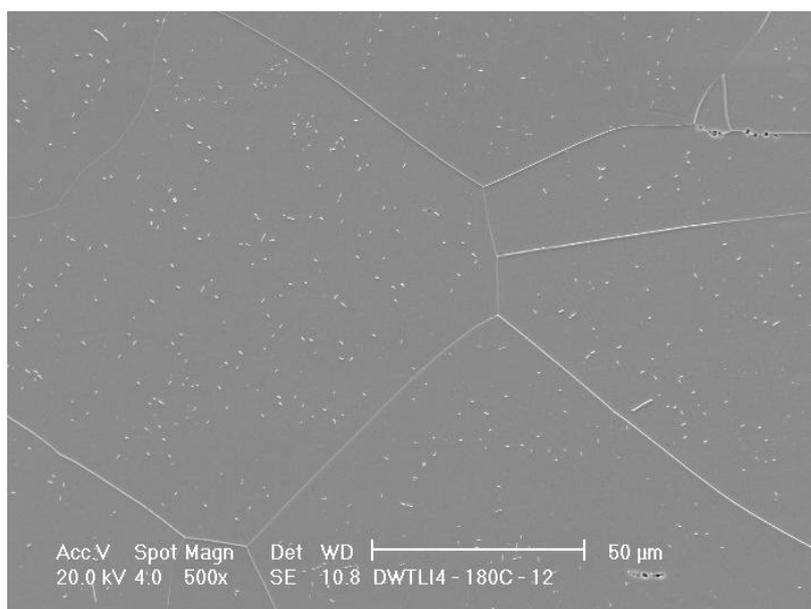
a)



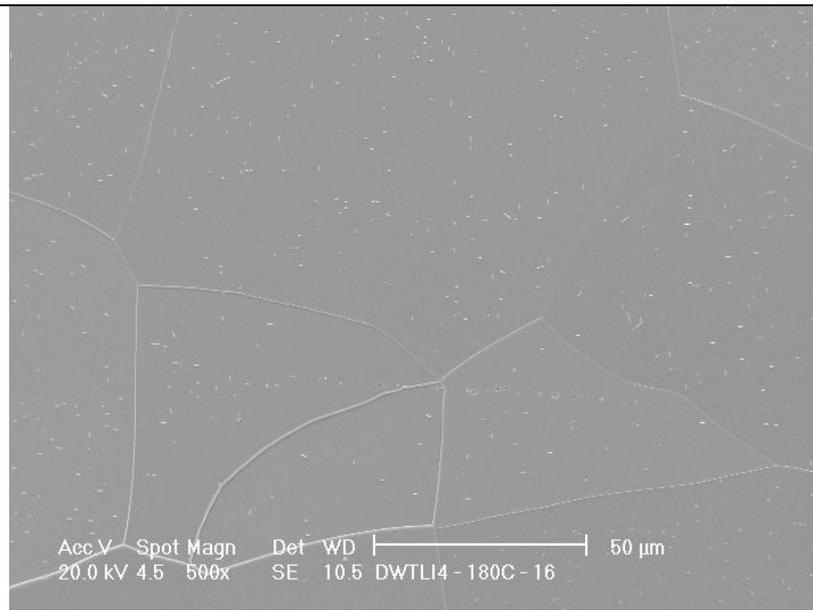
b)



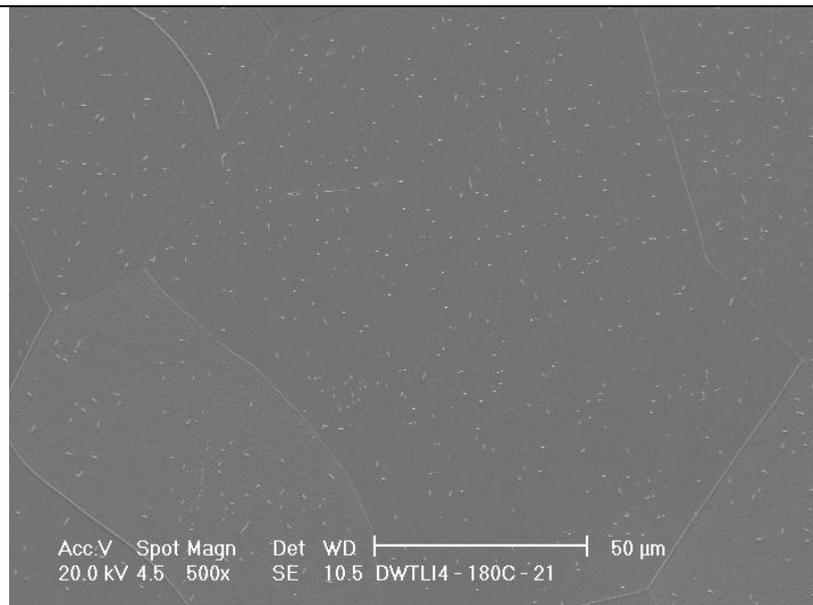
c)



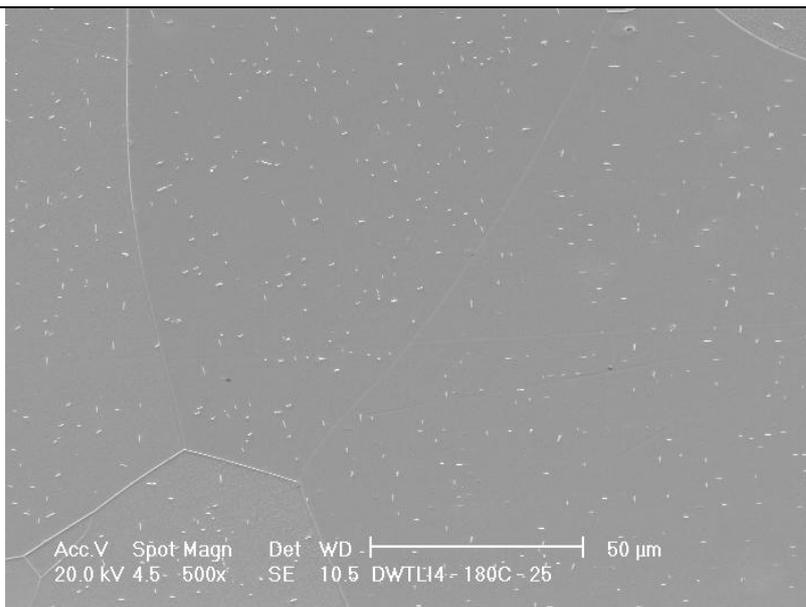
d)



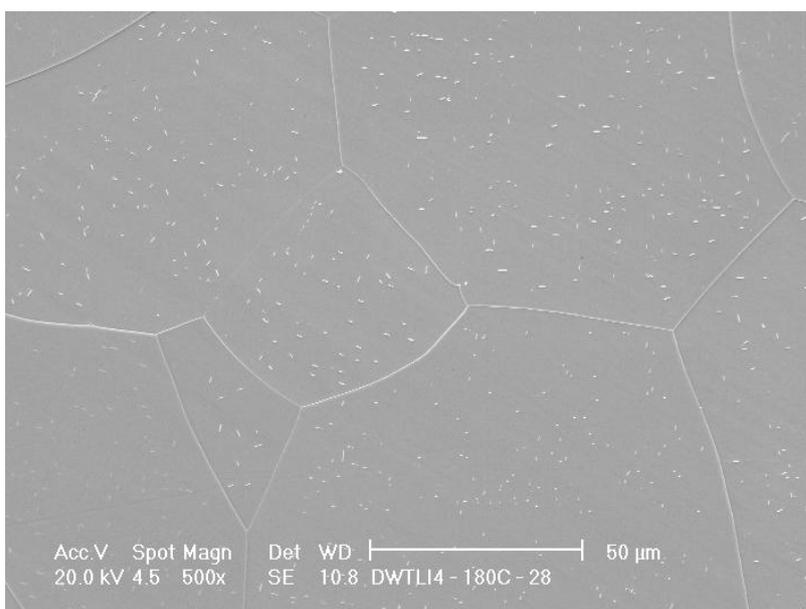
e)



f)



g)



h)

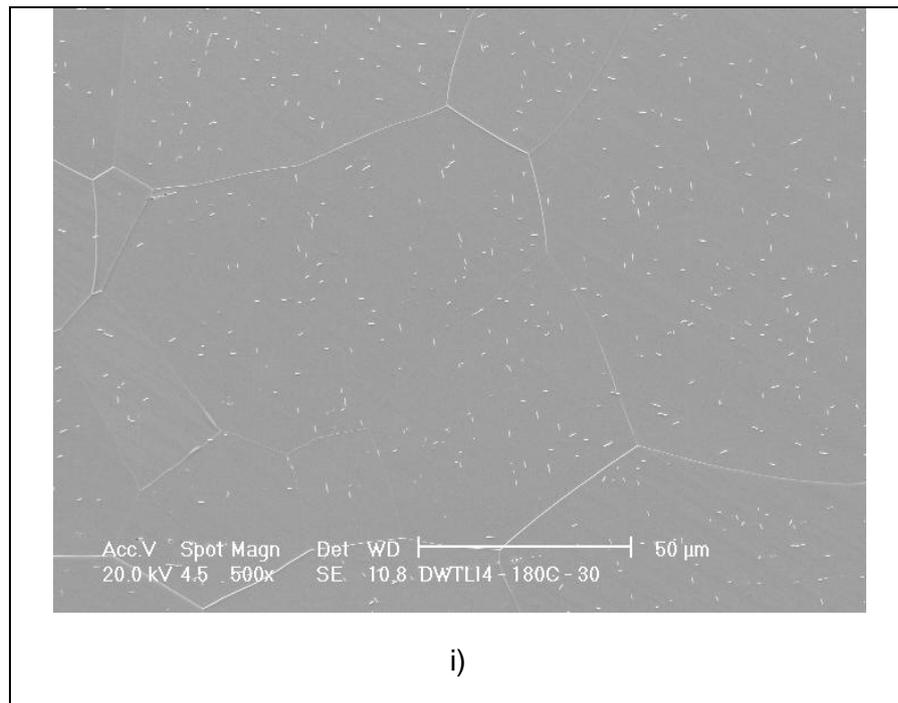


Figura 5.19 - Evolução da precipitação em uma amostra do aço 2 envelhecida a 180°C nos tempos: a)0h b)4,5h c)10,5h d)16,5h e)22,5h f)42h g)91h h)379h i)600h.

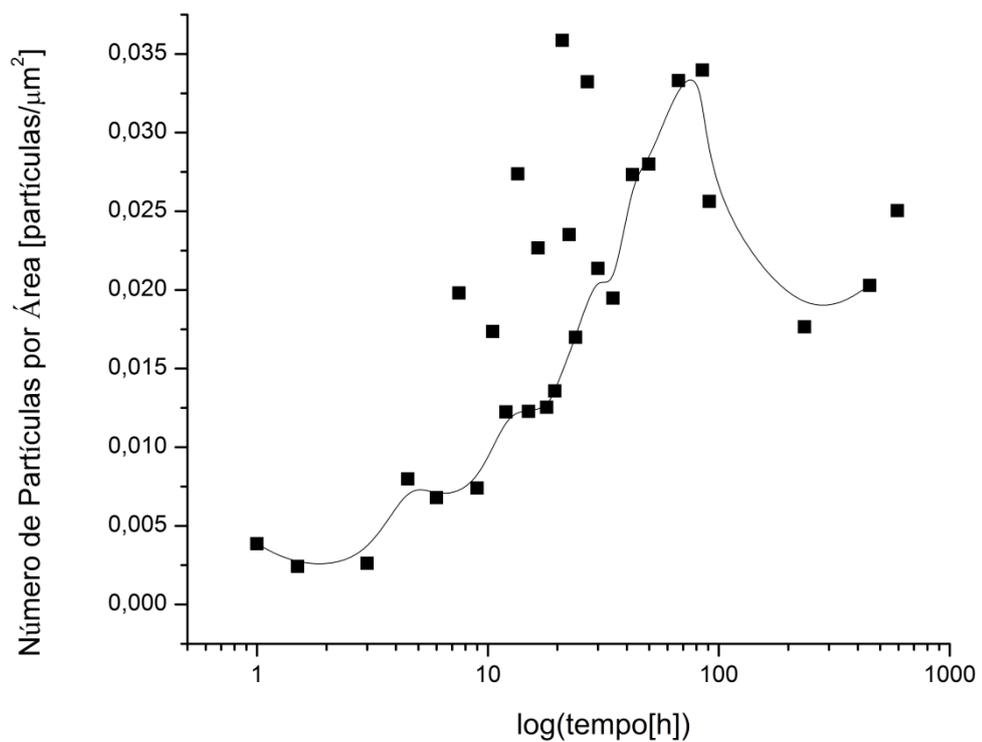


Figura 5.20 - Número de partículas por unidade de área em função do tempo para o aço 2 envelhecido a 180°C.

O mesmo ajuste foi utilizado para a determinação da variação do tamanho médio de partículas, ao longo do tempo, conforme ilustra a Figura 5.21.

Inicialmente, notou-se um aumento no tamanho médio das partículas seguido por um patamar entre aproximadamente 1,5 e 9h, após este tempo observa-se um elevado crescimento no tamanho médio de partículas partindo de $0,61\mu\text{m}$ até $1,09\mu\text{m}$, para 35h. Posteriormente, observou-se uma conservação do tamanho médio de partículas entre 91h e 600h.

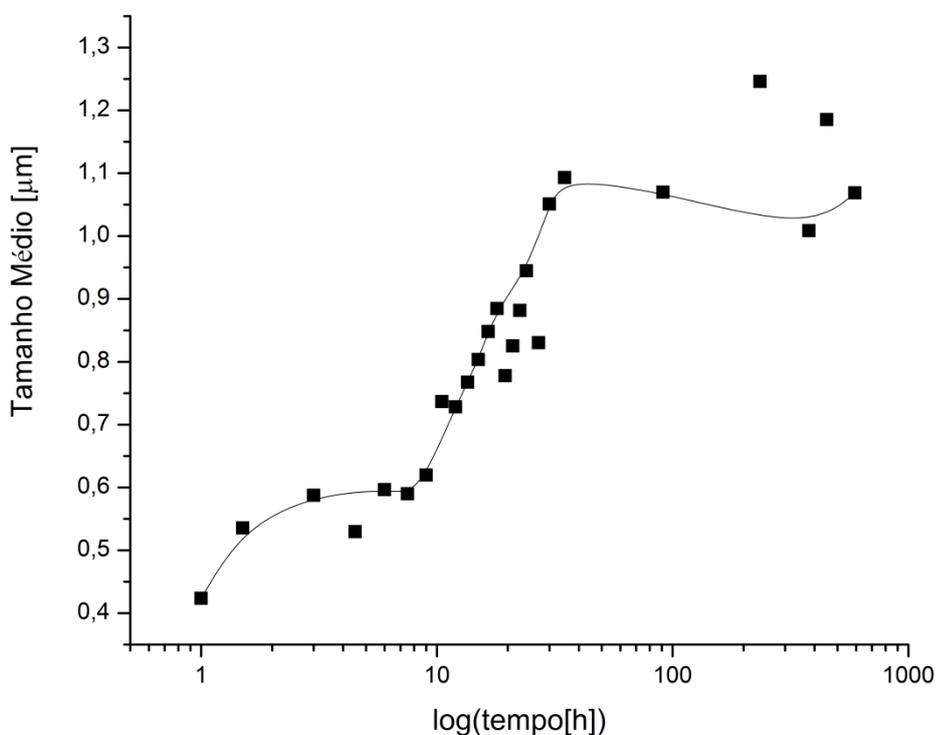


Figura 5.21 - Tamanho médio das partículas em função do tempo para o aço 2 envelhecido a 180°C .

A distribuição de tamanhos das partículas foi também avaliada ao longo do tempo, conforme ilustra o histograma da Figura 5.22. Cerca de 90% dos precipitados observados, na amostra não envelhecida, eram inferiores a $0,6\mu\text{m}$, já com 12h de tratamento, apenas 34% encontrava-se abaixo dessa faixa. Após 67h, 85% dos precipitados observados encontravam-se entre $0,6$ e $2\mu\text{m}$. Entre 91h e 600h, 60% dos precipitados observados apresentavam tamanhos entre $0,9$ e $1,6\mu\text{m}$. Em outras palavras, após 91h, a distribuição de tamanhos de partículas praticamente não se alterou, com o tempo, até fim do tratamento térmico.

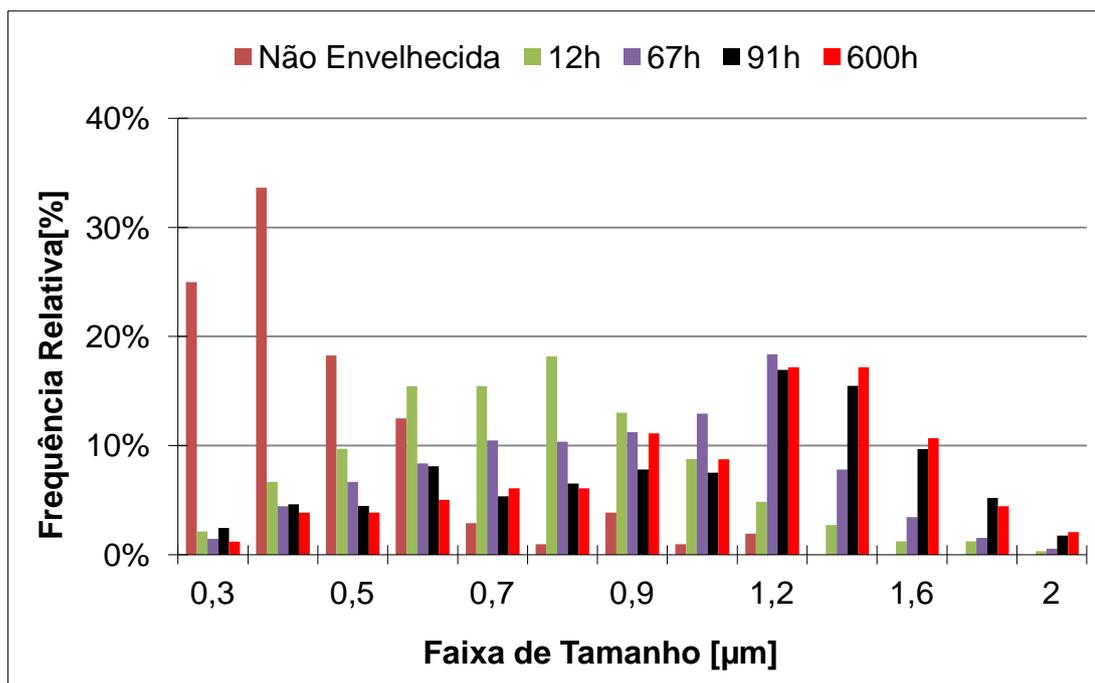


Figura 5.22 - Distribuição dos precipitados ao longo do tempo para o aço 2 envelhecido a 180°C.

A fração volumétrica das partículas, ao longo do tempo, foi também determinada com o auxílio de uma curva de ajuste do tipo "B-spline", conforme ilustra a Figura 5.23. A variação da fração volumétrica, ao longo do tempo, seguiu um comportamento típico de uma curva em S, característica de transformações que ocorrem por nucleação e crescimento, como é o caso da precipitação, atingindo um patamar após 91h.

As variações das propriedades mecânicas, ao longo do tempo para o tratamento térmico a 180°C, foram também avaliadas. O ensaio de dureza foi realizado a partir de 1,5h, utilizando os corpos de prova confeccionados para a realização do ensaio de tração. Com posse dos resultados iniciais de variação da dureza, vislumbrou-se a necessidade de se avaliar também a variação antes da primeira medição em 1,5h. Para tanto, nove amostras do aço 2 com dimensões de 30x30x0,54mm foram envelhecidas a 180°C, com intervalo de 10 até 80min, para avaliação da dureza. A Figura 5.24 mostra todos os resultados de dureza obtidos. Notou-se que a propriedade avaliada, passou por um máximo com cerca de 70min, e então decresceu continuamente até 10h. Embora exista certa dispersão, entre 10 e 91h, o valor de dureza foi praticamente conservado.

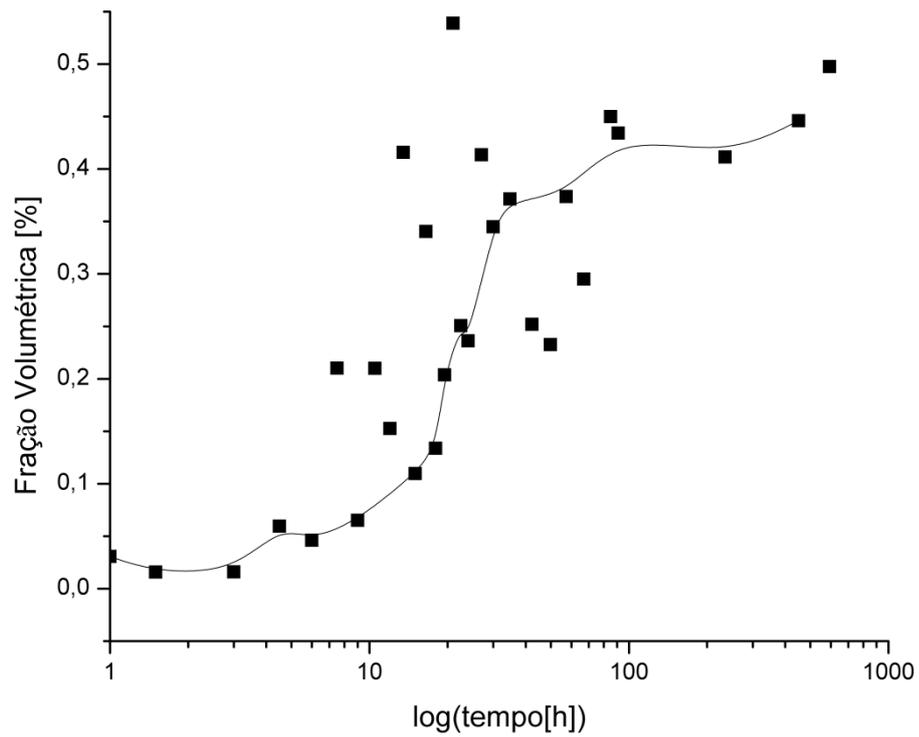


Figura 5.23 - Fração volumétrica das partículas em função do tempo para o aço 2 envelhecido a 180°C.

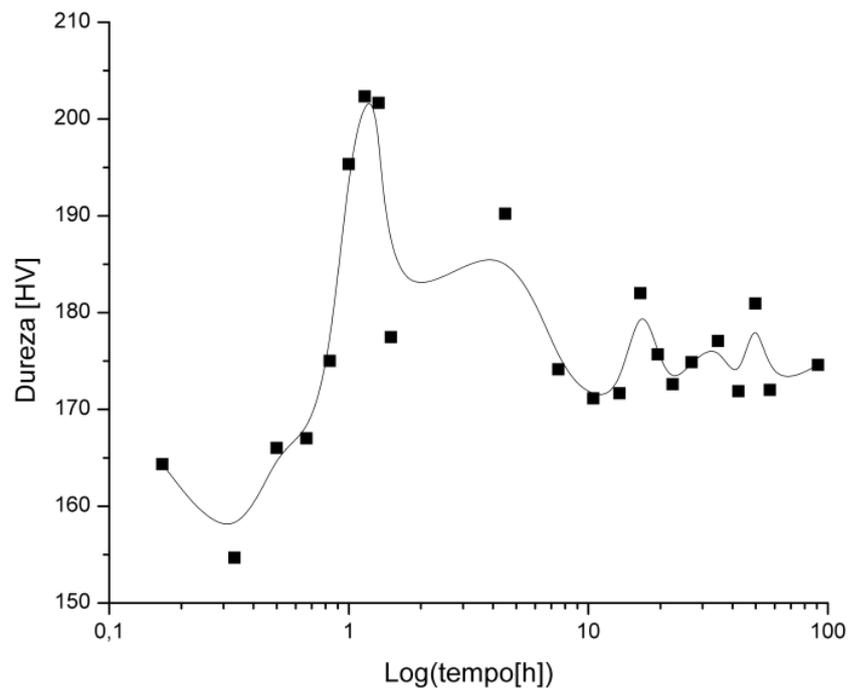


Figura 5.24 - Variação da dureza, ao longo do tempo, para o aço 2 tratado a 180°C.

O ensaio de tração foi realizado somente nos corpos de prova *subsize* utilizados primeiramente para medir a dureza. O limite de escoamento (LE) foi avaliado, ao longo do tempo até 91h, conforme ilustra a Figura 5.25. Os valores de LE passam por um valor máximo em 1,5h (343,2 MPa), e decrescem continuamente ao longo do tempo, até atingirem um patamar após 60h. A variação entre as três medidas realizadas para cada ponto, indicado pela barra de erros, foi inferior a 3% em todos os casos.

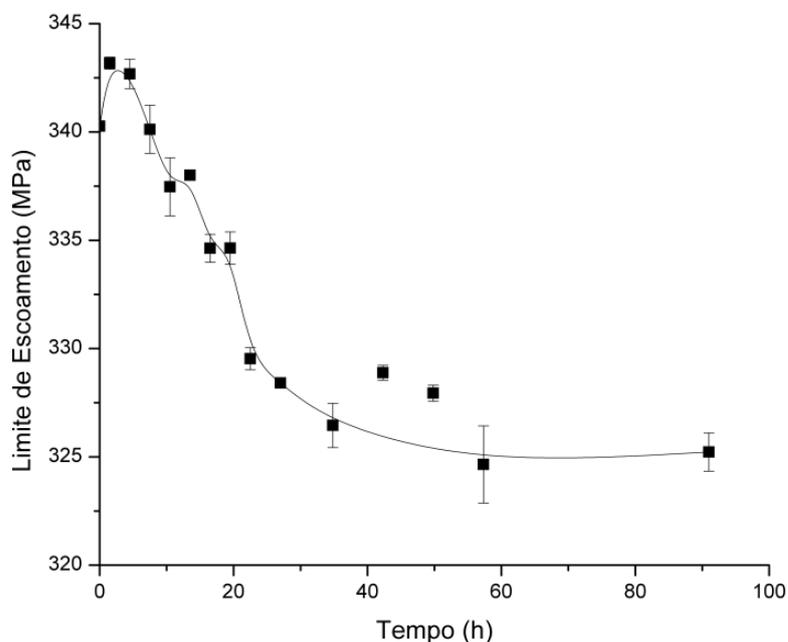


Figura 5.25 - Variação do limite de escoamento, ao longo do tempo, para o aço 2 tratado a 180°C.

5.4. Determinação da Natureza dos Precipitados Causadores do Envelhecimento Magnético

5.4.1. MET

A Figura 5.26 mostra uma micrografia de campo claro de uma amostra do aço 3, com 48ppm de carbono, envelhecida durante 3100h a 100°C. Em função da dificuldade na preparação das amostras para o MET, apenas uma amostra do aço 3, envelhecida a 100°C, foi devidamente avaliada. Todas as análises apresentadas foram feitas utilizando-se a técnica de filme fino, em virtude do insucesso na extração por réplica

dos precipitados. Notou-se a presença de alguns precipitados com formato de agulha, e em alguns casos, uma sombra elipsoidal mais escura ao redor, conforme destacado pelas setas vermelhas na Figura 5.26. Com o auxílio do difratograma, sobreposto à imagem, foi possível perceber que o plano de hábito das partículas precipitadas era paralelo ao plano (001) da ferrita.

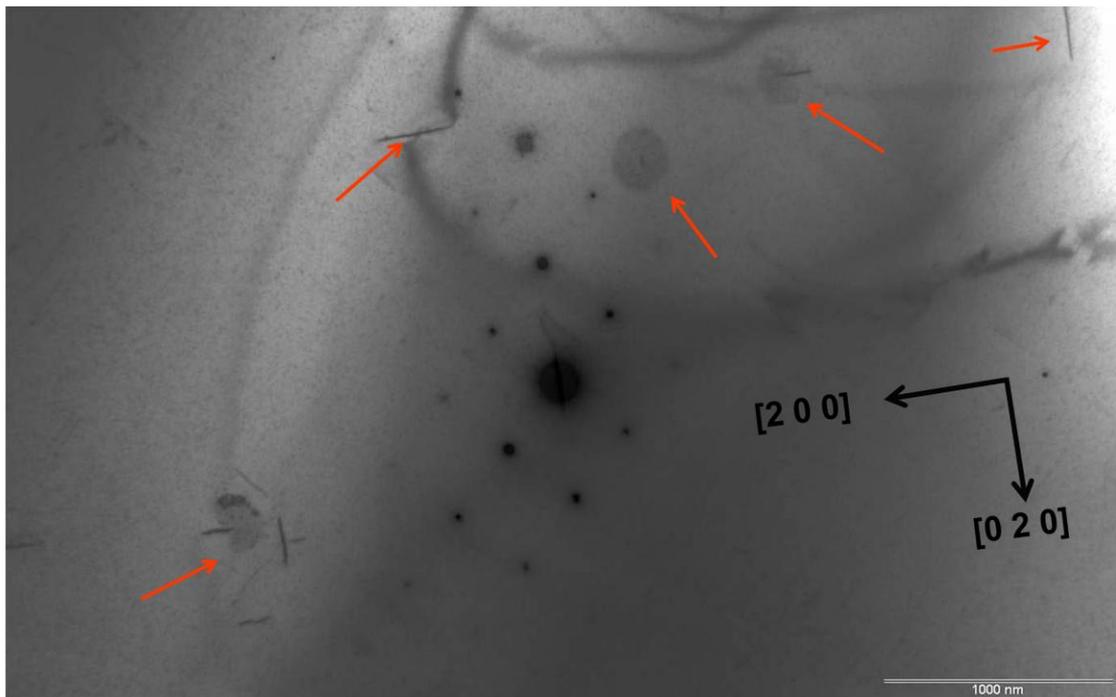


Figura 5.26 - Micrografia, via MET, de uma amostra do aço 3(C:48ppm) envelhecida a 100°C/3100h. O difratograma ao centro, sobreposto à imagem, mostra o plano (001) da matriz. As partículas indicadas pelas setas estão orientadas segundo o plano (001).

A Figura 5.27, mostra uma micrografia, de outra região da mesma amostra, e a indexação dos spots dos precipitados difratados formando um hexágono regular (parte superior da Figura 5.27). Foi também notada a presença de precipitados com formato de agulha e estes estão indicados por setas.

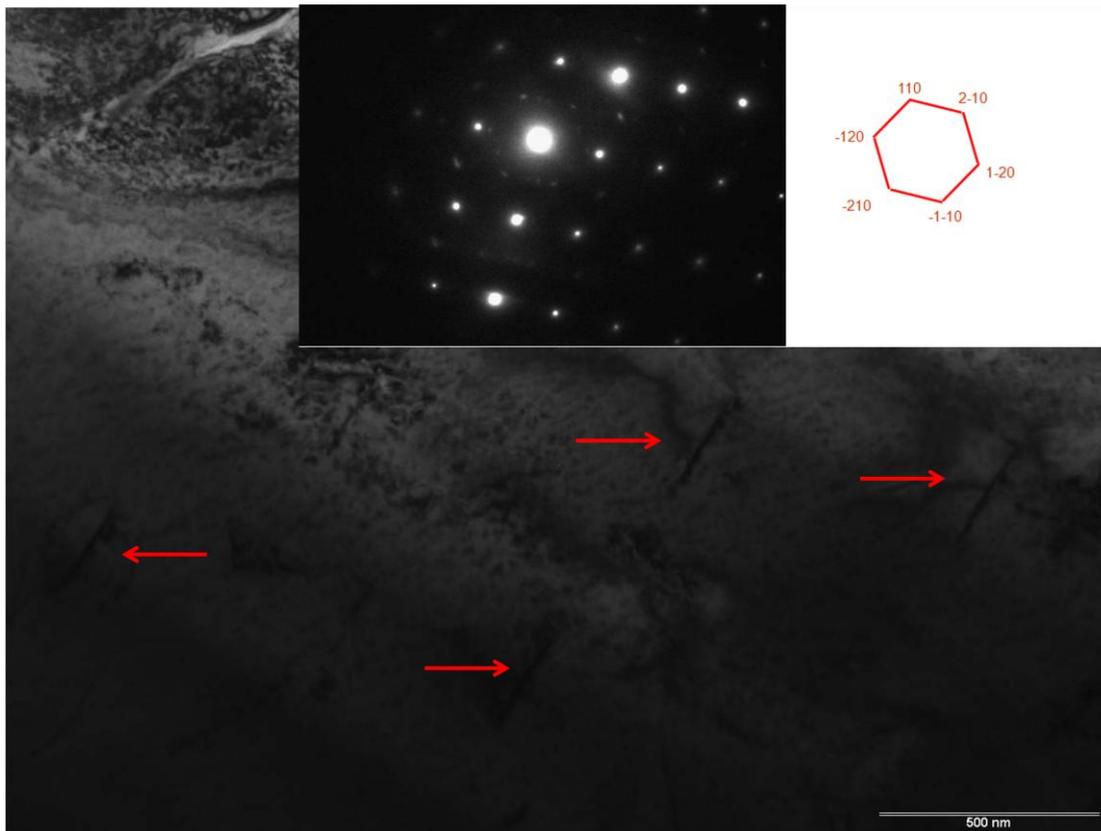


Figura 5.27 - Micrografia, via MET, de uma amostra do aço 3(C:48ppm) envelhecida a 100°C/3100h. O difratograma, na parte superior da imagem, mostra os spots, referente aos precipitados, formando um hexágono regular.

5.4.2. EBSD

A Figura 5.28 a) mostra uma micrografia ótica de uma amostra do aço 1 tratada a 225°C. Foi notada a presença de pouquíssimos precipitados intragranulares em forma de agulha. A seta em vermelha, ainda na Figura 5.28 a), destaca os precipitados, para os quais foi determinado o plano de hábito. A indentação, na parte superior e inferior da amostra (setas em preto), provocada pelo penetrador do microdurômetro, delimitou o grão de interesse e garantiu a análise da mesma região no EBSD. No lado direito da Figura 5.28 a) foi também determinado o ângulo que os dois precipitados, presentes no grão de interesse, fazem em relação à direção transversal (DT). Após a análise via EBSD, os dados foram tratados, utilizando o software OIM Analysis, conforme mostra a Figura 5.28 b). Através do software foram determinados os valores de Φ_1 , Φ e Φ_2 : 51,1, 47,7 e 18,8 para a mesma região de interesse delimitada anteriormente. Em paralelo, foi desenvolvida uma rotina computacional, anexo I, para a determinação dos

ângulos dos precipitados em relação à DT, com posse dos valores de Φ_1 , Φ e Φ_2 . Dessa forma, foi determinado que para os dois precipitados, vistos na Figura 5.28 a), pertencerem à família de planos $\{100\}$, estes devem apresentar os seguintes ângulos em relação à DT: $12,1^\circ$, $38,9^\circ$ e 116° .

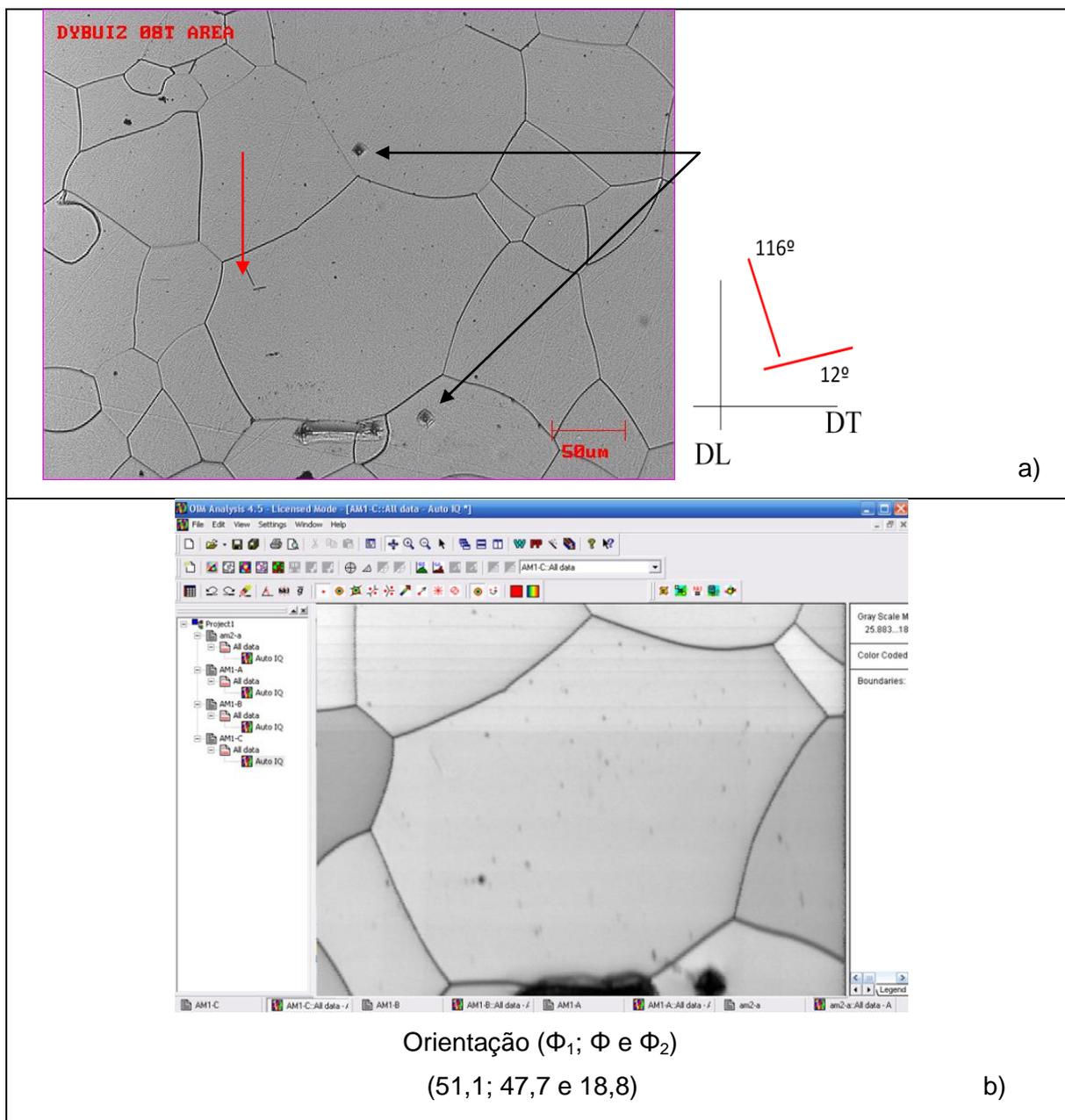


Figura 5.28 - Análise, via MO e EBSD, de uma amostra do aço 1 envelhecida a 225°C . a) Micrografia ótica destacando o grão de interesse (setas em preto), os precipitados (seta em vermelho) e o ângulo entre os precipitados em relação à DT. b) Imagem da mesma região a), gerada no software OIM, juntamente com os valores de Φ_1 ; Φ e Φ_2 .

Para uma amostra do aço 3, envelhecida a 225°C, foi realizado o mesmo procedimento: indentação no microdurômetro, registro da micrografia ótica (Figura 5.29 a)), análise no EBSD e por fim, análise dos dados no software OIM Analysis (Figura 5.29 b)). Os valores obtidos para a orientação Φ_1 , Φ e Φ_2 : 6,7; 66,7 e 166,5 alimentaram a rotina computacional, a qual determinou que para os precipitados vistos no grão de interesse (Figura 5.29 a) pertencerem à família de planos $\{100\}$, devem possuir ângulos em relação à DT de 114,6°, 178,7° e 83,3°.

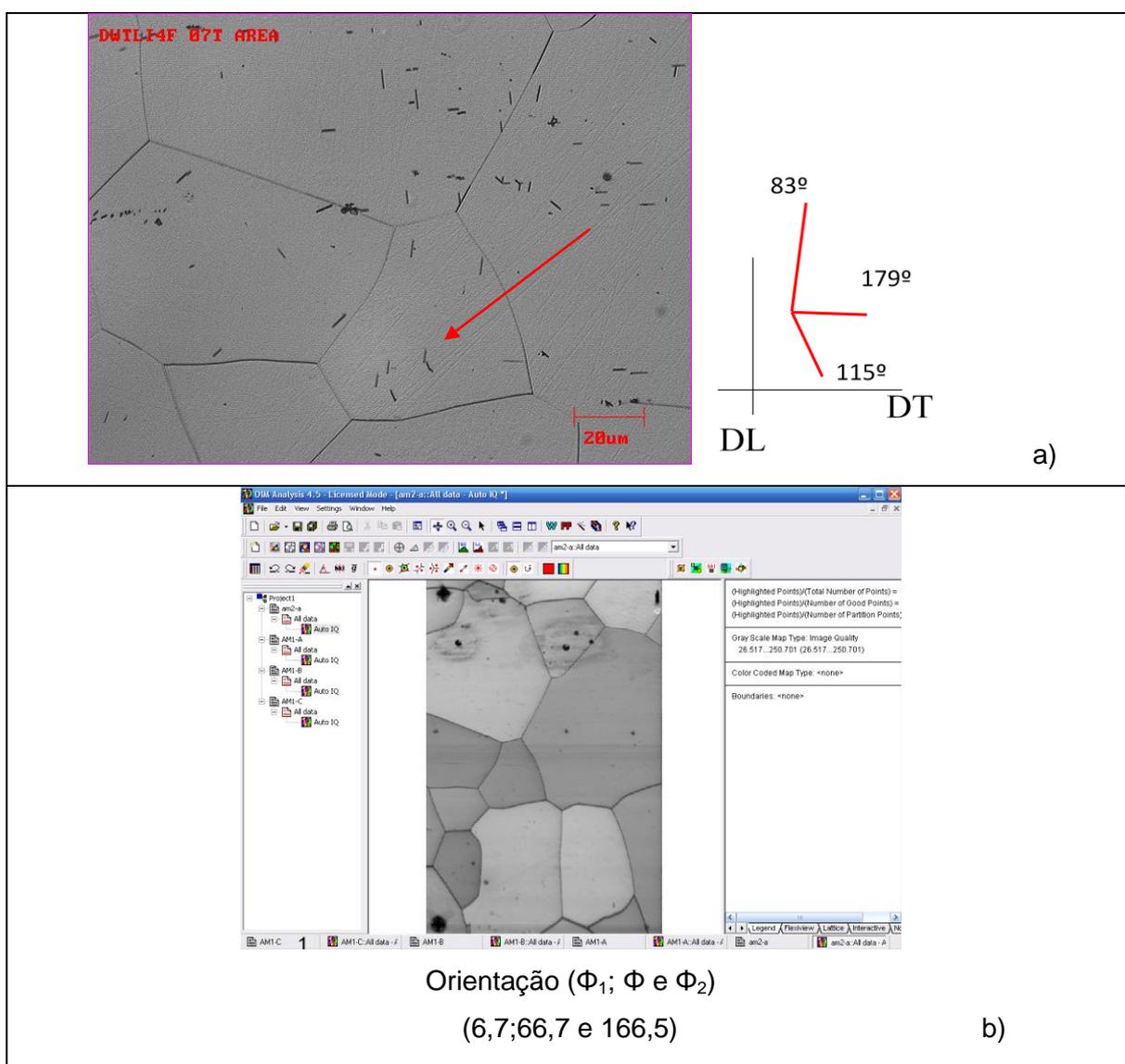


Figura 5.29 - Análise, via MO e EBSD, de uma amostra do aço 3 envelhecida a 225°C.

a) Micrografia ótica destacando os precipitados (seta em vermelho) e o ângulo entre os precipitados em relação à DT. b) Imagem da mesma região a), gerada no software OIM, juntamente com os valores de Φ_1 ; Φ e Φ_2 .

6. DISCUSSÃO

6.1. Material de Partida

A composição química das amostras utilizadas neste estudo são essencialmente as mesmas, conforme apresentado na Tabela 4.1, variando-se apenas o teor de carbono: 20 ± 2 ppm, 32 ± 1 ppm e 46 ± 3 ppm. Embora o nitrogênio também seja considerado um causador do envelhecimento magnético por alguns autores ^[18,19,32]. A presença de aproximadamente 22ppm de Al, de teores residuais de outros elementos formadores de nitretos, como Ti, Ni e V, assim como a pequena variação do teor de nitrogênio entre as ligas selecionadas, contribuíram para que não se considerasse a influência deste elemento sobre o aumento percentual da perda magnética.

A microestrutura de uma amostra do aço 2, mostrada na Figura 5.1, está condizente com o que era esperado para um aço GNO 2%Si. Resultados semelhantes foram obtidos para as micrografias dos outros aços, pois, a composição química era similar, as amostras foram processadas de maneira convencional e nenhuma amostra foi descarbonetada na linha de recozimento final. Os resultados obtidos para as propriedades mecânicas de amostras do aço 2, apresentados na Tabela 5.1, também estão de acordo com o histórico deste material ^[5].

Mesmo não tendo sido evidenciado por recursos de microscopia, uma pequena fração do carbono, em cada amostra de partida, já se encontrava precipitada. Este carbono poderia estar precipitado sob a forma de inclusões complexas oriundas da aciaria ou mesmo durante o resfriamento, após recozimento final. Além disso, assim como observado por Marra ^[25], a precipitação de carbonetos de baixa temperatura *low temperature carbide* (LTC), também pode ter ocorrido durante o tempo de armazenamento das amostras.

6.2. Solubilidade do Carbono na Matriz Ferrítica em Equilíbrio com o Carboneto Épsilon

Precipitados com formatos semelhantes aos observados nos itens 5.3.2 e 5.3.3, formados após tratamentos térmicos de envelhecimento, em temperaturas inferiores a

300°C, também foram observados por diversos autores [17,18,24,25,33]. A micrografia sobreposta a um difratograma, apresentada na Figura 5.26, evidenciou que os precipitados observados, após um tratamento térmico a 100°C durante 3100h de uma amostra do aço 3, possuíam um plano de hábito paralelo ao plano (001) da ferrita. Já em outra região da mesma amostra envelhecida a 100°C, o difratograma da Figura 5.27 mostrou que os spots, referentes às partículas de segunda fase, formavam um hexágono regular. Conforme relatado no item 3.3.1, foi comentado que os precipitados do tipo épsilon possuem estrutura cristalina hexagonal e plano de hábito (100), portanto, os precipitados observados nessas amostras foram considerados como carboneto ϵ [28]. Embora o formato dos precipitados, observados em todo o trabalho, tenha sido designado como agulha, a micrografia da Figura 5.26 mostrou a presença de uma sombra elipsoidal ao redor de alguns precipitados, possivelmente evidenciando que os carbonetos possuem na verdade um formato de disco, assim como observado por alguns autores [25,28,36], para o carboneto ϵ . A análise dos precipitados via EBSD, mostrou que em ambos os casos (Figura 5.28 e Figura 5.29) os carbonetos observados eram do tipo épsilon. Os ângulos determinados para os precipitados, em relação à DT, eram exatamente os mesmos previstos pela rotina computacional (anexo I), para que os carbonetos pertencessem à família de planos {100}. Além disso, na Figura 5.29 a), os oito precipitados intragranulares observados, não possuíam mais do que três direções distintas, assim como previsto por Leslie [36], para precipitação de carbonetos ao longo dos planos (100). Como carbonetos do tipo épsilon foram identificados em amostras tratadas a 100°C e a 225°C, e nas micrografias não foi notada nenhuma diferença, com relação ao formato dos precipitados nas faixas de temperatura utilizadas neste trabalho, assumiu-se que todos os carbonetos, observados nas amostras envelhecidas, eram do tipo épsilon.

Conforme mencionado no item 3.3.1, Michal e Slane [33] determinaram que a temperatura de solubilidade para o carboneto ϵ , para uma liga Fe-2,3%Si-0,7%Al-0,005%C, era aproximadamente 325°C. Com posse dessa informação, os autores adequaram o termo independente da temperatura da equação 3.3 [39], e propuseram a equação 3.5. As análises metalográficas, apresentadas na Figura 5.14, revelaram que para uma amostra com 30ppm de carbono, tratada a 275°C durante cerca de 460h, houve a precipitação de poucas partículas com tamanhos da ordem de 20 μ m. No entanto, a 300°C, não se observou, para o mesmo aço, a presença de precipitados após um tratamento de 300h. Logo, com base no artifício matemático utilizado por Michal e Slane [33], foi proposta uma equação, considerando a temperatura de

solubilidade para a liga em estudo como 300°C, para a solubilidade do carbono na ferrita em equilíbrio com o carboneto ϵ , equação 6.1.

$$\log[C]_{\text{ppm}}^{\epsilon} = 3,80 - \frac{1335}{T} \quad (6.1)$$

A Figura 6.1 compara as curvas de solubilidade do carbono no ferro puro e no aço estudado. É interessante notar que para 225°C, por exemplo, baseado na equação proposta por Chipman^[39] não haveria precipitação de carboneto épsilon para um aço com teor de carbono da ordem de 20ppm. Entretanto, neste estudo foi possível visualizar a presença de precipitados em uma amostra com teor de carbono de 18ppm envelhecida a 225°C durante 300h (Figura 5.8 d)) conforme se pode prever analisando a Figura 6.1. De fato, aplicando-se a equação 6.1 para a temperatura de 225°C, conclui-se que a matriz ferrítica do aço em estudo, estaria supersaturada em 5ppm, permitindo assim a precipitação.

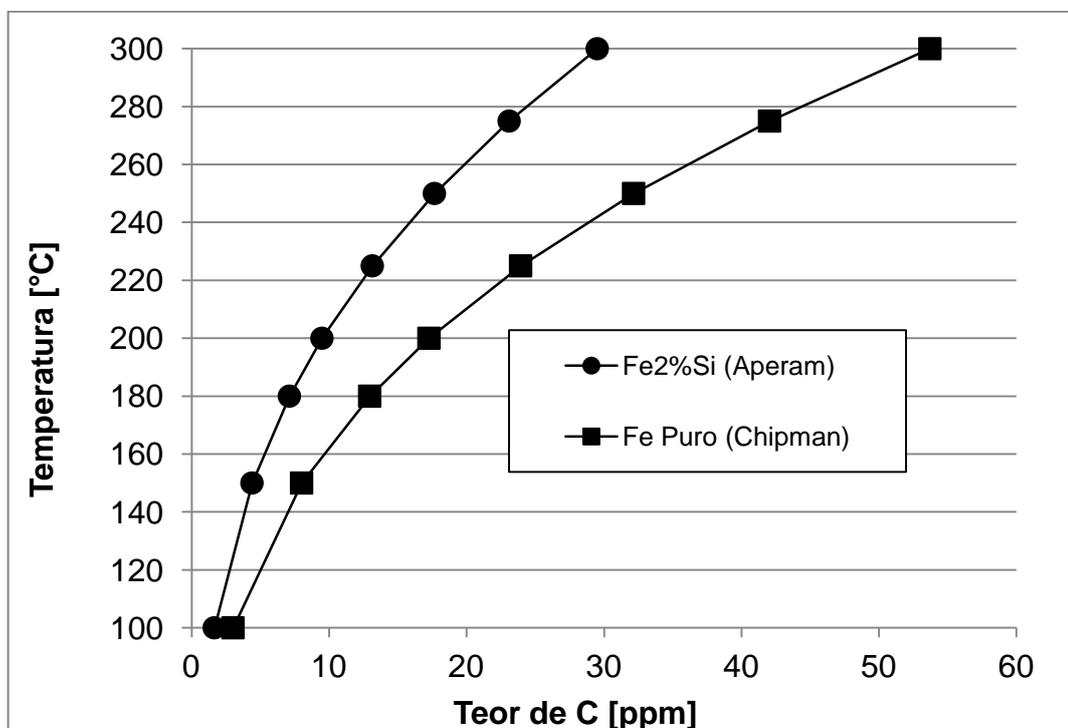


Figura 6.1 - Curvas solvus para o carboneto épsilon, considerando a liga em estudo (Fe2%Si) e o ferro puro.

A 100°C, segundo o ajuste proposto pela eq. 6.1, o limite de solubilidade de carbono na matriz ferrítica seria de aproximadamente 2ppm, o que justifica a elevada densidade de partículas observada após o tratamento de envelhecimento para os três aços.

É importante notar que a curva proposta pela eq. 6.1 encontra-se acima da curva para o ferro puro, pois, segundo Leslie e Rauch ^[17], a adição de silício diminui a solubilidade do carbono na ferrita em equilíbrio com o carboneto ϵ , pois, o silício aumenta o coeficiente de atividade do carbono na ferrita, diminuindo a concentração de carbono em solução. O uso da equação proposta (eq. 6.1) serve apenas para ter se uma ideia sobre a precipitação da liga em estudo. Para a determinação do teor de carbono em solução sólida seria necessário o uso de técnicas adequadas como atrito interno e/ou resistividade elétrica.

6.3. Efeito Cumulativo do Envelhecimento Magnético

Os resultados apresentados na Figura 5.2, demonstraram que o aumento na perda magnética de uma amostra retirada do forno periodicamente, resfriada ao ar e inserida novamente foi equivalente àquela mantida integralmente no mesmo intervalo de tempo. Esse resultado validou o uso da metodologia de interrupção do ciclo, para medição das propriedades magnéticas, durante todos os tratamentos de envelhecimento realizados neste trabalho. E ainda, assegurou o uso de uma única amostra durante todo o tratamento de envelhecimento, permitindo a obtenção de curvas com uma menor presença de ruídos, conforme mostrado no item 5.3.1.

As taxas de resfriamento ao ar, na qual as amostras 1 e 2 (item 5.2) foram submetidas e as baixas taxas de difusão do carbono, $D_c \approx 3 \times 10^{-14} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$, na temperatura ambiente ^[31], não foram capazes de alterar a distribuição de precipitados entre as amostras envelhecidas com interrupção e sem interrupção de ciclo (Figura 5.3). Além disso, é importante mencionar que a pequena variação observada (da ordem de 1%), entre as amostras analisadas com 24h de ensaio, conforme citado no item 5.2, pode ser atribuída a variações experimentais inerentes às próprias amostras e ao teste magnético.

É interessante notar também que os motores dos compressores herméticos, uma das aplicações do aço em estudo, funcionam de maneira intermitente. Ou seja, durante cada ciclo de funcionamento, a temperatura do núcleo do motor, onde o aço está inserido, se eleva por um período de tempo e então diminui gradativamente após o desligamento. Logo, dependendo principalmente do nível de saturação do carbono presente na liga e da temperatura de serviço, pode haver a precipitação de carbonetos durante o funcionamento, conforme mencionado anteriormente.

6.4. Efeito das Características Microestruturais sobre a Perda Magnética em Função de Diferentes Temperaturas de Tratamento

Apesar de alguns autores ^[3,4], não terem observado a ocorrência de envelhecimento magnético para teores de carbono inferiores a 30ppm, os tratamentos realizados em amostras do aço 1 ($C \approx 20\text{ppm}$) a 150 e 200°C, conforme mostrado na Figura 5.4, atingiram um IE de 35% e 20%, respectivamente. Contudo, os tempos para serem atingidos os valores de IE mencionados, foram mais longos do que os propostos pelas normas ^[13,29]. Esse resultado evidencia que a incidência do envelhecimento magnético, em relação à temperatura, é ditada por um balanço entre fatores cinéticos e termodinâmicos, conforme destacado por Marra ^[25]. O tratamento a 100°C, para o aço 1, não promoveu um aumento significativo na perda, pois, cerca de 90% dos precipitados estavam abaixo de 0,6 μm , Figura 5.10, tamanho este bem inferior à faixa considerada crítica (1,2-1,8 μm) ^[36,42]. O tratamento a 150°C foi o que causou o maior aumento da perda, pois, apresentou uma densidade de partículas relativamente elevada (0,01 partículas/ μm^2), Figura 5.9, somada a presença de 17% dos precipitados na faixa considerada crítica, Figura 5.10. Por outro lado, a 225°C, a presença de poucas partículas e de tamanhos elevados ($\approx 3\mu\text{m}$), Figura 5.8 d), levaram o IE para pouco mais de 5%, Figura 5.4. De maneira semelhante, Michal e Slane ^[33], observaram que precipitados com tamanho médio da ordem de 3 μm promoveram menores aumentos no IE.

Embora 98% dos precipitados da amostra tratada a 100°C, Figura 5.13, apresentassem tamanhos inferiores a 0,6 μm , a elevada densidade de partículas, foi a responsável pelo aumento de quase 20% na perda magnética para o aço 2, Figura 5.5. Ou seja, a variação da perda magnética, durante um tratamento de

envelhecimento, assim como reportado por Leslie ^[16], depende do tamanho assim como da densidade das partículas. A 180°C, uma distribuição de partículas com densidade 0,025 partículas/ μm^2 , Figura 5.12, somada a presença de 50% dos precipitados na faixa crítica ^[36,42], Figura 5.13, promoveram o maior aumento de perda magnética para esta liga. A extensa distribuição de precipitados, por faixa de tamanho, mostrada na Figura 5.13, por sua vez, justificou o elevado IE alcançado pelos tratamentos, principalmente a 200 e 225°C. Cerca de 10% dos precipitados existentes nesses dois aços, situava-se na faixa considerada crítica (1,2-1,8 μm), apresentando uma distribuição similar à obtida para o aço 1 envelhecido a 150°C, Figura 5.10.

Aplicando-se a equação proposta 6.1, estima-se que a fração de carbono disponível para as amostras do aço 3 a 200°C, seja da ordem de 30ppm. Eloit e colaboradores ^[34] mostraram que existe um aumento linear entre a perda magnética e o teor de carbono intersticial, a partir de 12ppm até aproximadamente 50ppm. Dessa forma, o elevado teor de carbono presente nas amostras do aço 3, foi o responsável pelo aumento acentuado observado nos valores de perda magnética (Figura 5.6), principalmente para as temperaturas de 200 e 225°C. A presença de 70% dos precipitados compreendidos pela faixa citada como crítica ^[36,42], Figura 5.18, somada a uma densidade de aproximadamente 0,023 partículas/ μm^2 , Figura 5.17, foram os principais causadores de um aumento de 80% no IE, Figura 5.6. Assim como mencionado no item 5.3.2, o tratamento a 150°C promoveu uma distribuição bimodal do tamanho de partículas. Embora esta análise tenha se baseado no percentual de precipitados com tamanhos compreendidos na faixa crítica ^[36,42], para explicar as variações na perda magnética, a relação entre o tamanho médio de partícula e o IE também traz informações importantes, conforme mostra a Figura 6.2. É interessante notar que independente da temperatura de tratamento, precipitados entre 1,1 μm e 1,3 μm estavam associados aos maiores IE alcançados. Valor este próximo à faixa crítica ^[36,42].

Na distribuição mostrada na Figura 5.16, foi possível observar partículas na ordem de 0,3 μm e partículas com 1 μm . Adicionalmente, observou-se que a curva de envelhecimento apresentou um formato bem atípico em relação às outras curvas e uma espécie de "degrau" com aproximadamente 10h de teste, conforme mostrado na Figura 5.6. Atribui-se a presença do "degrau", uma mudança no mecanismo de precipitação, presumidamente indicando o início do coalescimento de uma fração das partículas.

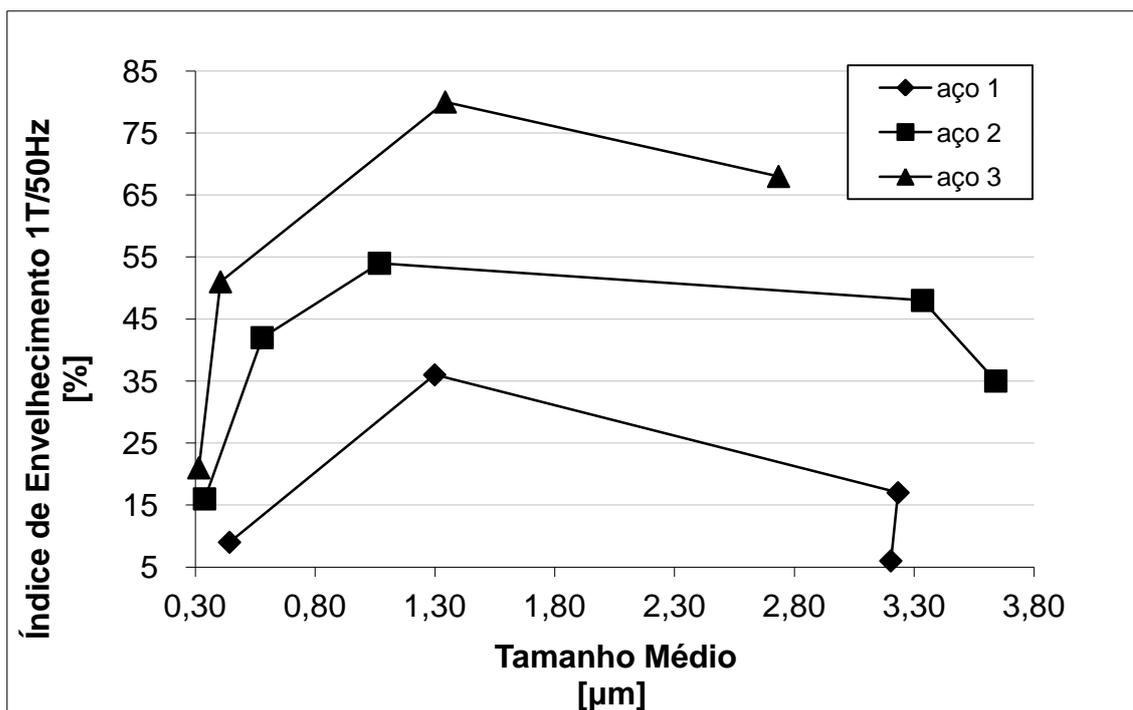


Figura 6.2 - Efeito do tamanho médio de precipitados sobre o índice de envelhecimento magnético para os três aços.

Uma distribuição semelhante de precipitados também foi observada por Michal e Slane ^[33], durante o envelhecimento de uma liga Fe-2,3%-0,7%Si com 90ppm de carbono a 150°C. Foi identificado pelos autores, que a maior parte dos precipitados apresentava tamanhos da ordem de 0,12 μm , mas muitas partículas coalesceram e atingiram tamanhos da ordem de 0,5 μm , causando um aumento no IE da ordem de 22%. Apesar do aço 2, tratado a 180°C, ter apresentado uma densidade de partículas próxima a do aço 3, quanto tratado a 200°C, a diferença no IE pode ser justificada pela distribuição de precipitados, por faixa de tamanho. Analisando a distribuição de tamanhos para o aço 3 (200°C), Figura 5.18, notou-se praticamente uma ausência de precipitados inferiores a 1 μm e que 70% da distribuição encontrava-se entre 1,2 e 1,8 μm , contra 50% para o aço 2.

Analogamente, a Figura 6.3 mostra a relação entre o índice de envelhecimento máximo atingido, para cada aço, com a densidade de partículas. Associado ao máximo de envelhecimento dos três aços, observou-se também uma densidade crítica de partículas entre 0,01 e 0,025partículas/ μm^2 .

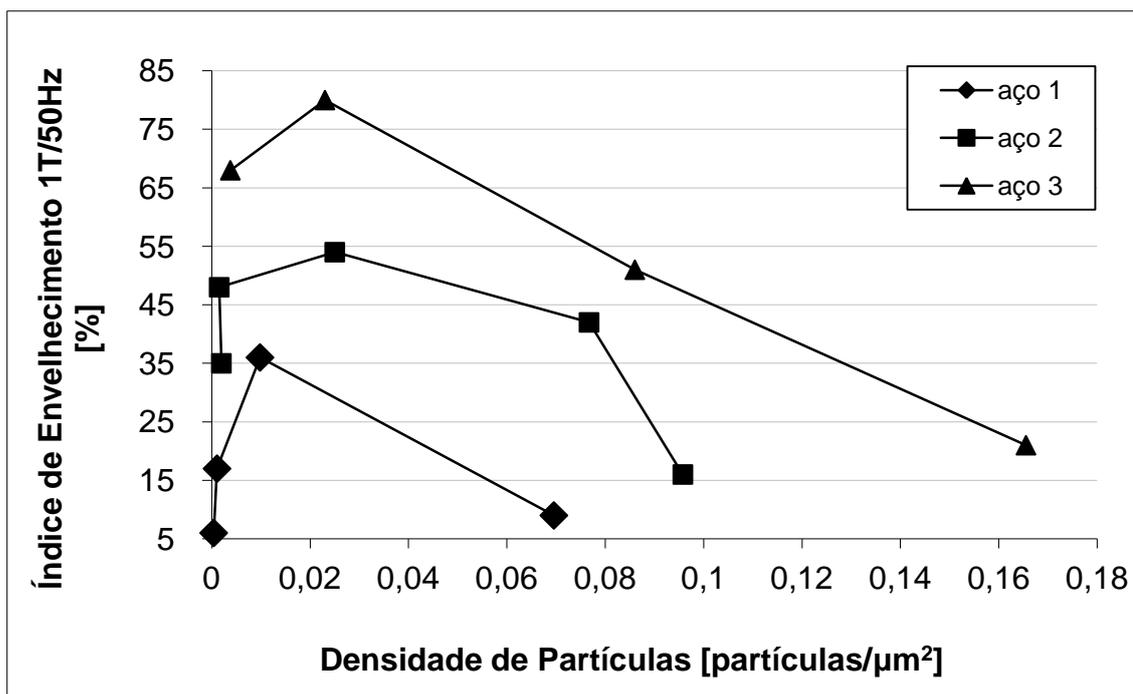


Figura 6.3 - Efeito da densidade de partículas sobre o índice de envelhecimento magnético para os três aços.

6.5. Temperatura Crítica de Envelhecimento Magnético

Uma vez que não foi evidenciada a presença de picos nas curvas de envelhecimento apresentadas no item 5.3.1, neste estudo, os valores do índice de envelhecimento máximo e do índice de envelhecimento final foram considerados iguais. Resultados semelhantes foram reportados por Ray e Mohanty^[32], para o envelhecimento de aços silício com 1,1 e 1,5%Si, e por Leslie e Stevens^[18] para aços silício com 2,8 e 3,3%Si. A ausência de picos pode ser atribuída ao elevado teor de silício da liga (2%), pois, este elemento retarda a precipitação do carboneto ϵ ^[16]. À medida que a precipitação desenvolve-se, como o silício não se dissolve no carboneto, este elemento é rejeitado para a matriz. O aumento da concentração de silício na matriz aumenta a atividade do carbono na ferrita^[16].

A Figura 5.7 mostrou que para cada faixa de carbono estudada houve uma temperatura que maximizou o IE. Para uma amostra do aço 2 (C:32ppm), por exemplo, a temperatura crítica foi 180°C e o máximo IE foi 54%, já para o aço 3 (C:46ppm), a temperatura que elevou o IE para 80% foi 200°C. Tais resultados podem ser melhor compreendidos através da Figura 6.4, que mostra os máximos valores de

IE obtidos, por tipo de aço, em função da temperatura de envelhecimento. Michal e Slane ^[33], também observaram um aumento na temperatura que maximizou o IE, decorrente do aumento do teor de carbono, para uma liga Fe-2,3%Si-0,7%Al. Os autores determinaram que a temperatura que promoveu o maior aumento no IE (40%), para a liga com 50ppm de carbono, foi 205°C. Já para o mesmo aço com 90ppm de carbono, a temperatura crítica subiu para 260°C e o IE para 70%. Associada à temperatura crítica, para as três ligas estudadas, foi também estabelecida uma faixa de tamanho médio e densidade de partículas, cujo efeito sobre o aumento da perda magnética foi maior (Figuras 6.2 e 6.3). Para o aço 3, por exemplo, a temperatura crítica de 200°C, provocou a precipitação de partículas com tamanho médio de 1,3 μ m e densidade de 0,023partículas/ μ m². Resultados semelhantes foram obtidos por Merz ^[44], o qual determinou que precipitados, formados durante um tratamento de envelhecimento de uma liga Fe-2,3%Si-0,018%C, atingiam o tamanho crítico a 200°C, deteriorando significativamente as propriedades magnéticas da liga. Portanto, de maneira geral, o máximo aumento na perda magnética se dá por um compromisso entre a elevada fração volumétrica de precipitados formada em baixas temperaturas e as partículas maiores, as quais possuem maior influência sobre a variação da perda magnética e são formadas em temperaturas mais elevadas ^[33].

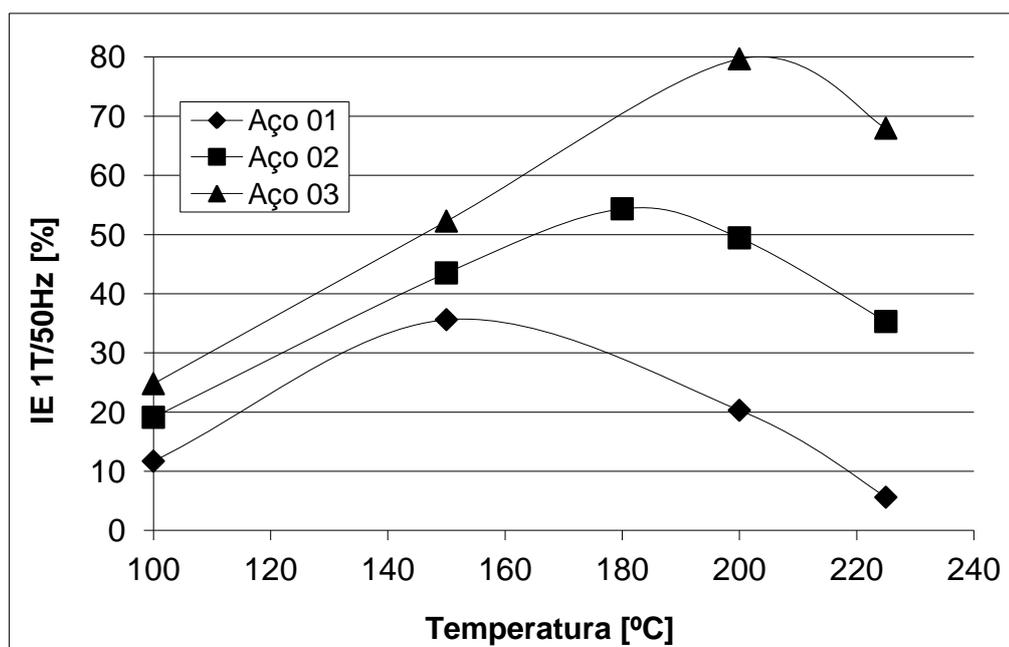


Figura 6.4 - Índice máximo de envelhecimento magnético (1T/50Hz) obtido para amostras dos aços 1, 2 e 3 tratados a 100, 150, 200 e 225°C e 180°C para o aço 02.

6.6. Efeito das Características Microestruturais sobre a Perda Magnética e as Propriedades Mecânicas ao Longo do Tempo

Durante as primeiras horas de tratamento ($t < 10\text{h}$) de uma amostra do aço 2 a 180°C , o aumento no IE foi inferior a 5% (Figura 5.5), pois, praticamente a totalidade da distribuição de precipitados, apresentava tamanhos inferiores à faixa crítica ^[36,42]. Após 12h de teste, uma distribuição de partículas com 10% dos precipitados compreendidos entre a faixa crítica (1,2-1,8 μm), Figura 5.22, provocou um aumento de 11% no IE. Com 91h de teste, a presença de 50% das partículas com tamanhos entre 1,2 e 1,8 μm , Figura 5.22, levaram o IE para 52%, Figura 5.5.

Uma vez que a área da curva de histerese é proporcional à perda magnética por histerese ^[7], o efeito do aumento da quantidade de precipitados, na faixa considerada crítica ^[36,42], sobre a elevação da perda magnética, pode ser compreendido pelo alargamento da área da curva de histerese, Figura 6.5. Tal alargamento foi quase que integralmente provocado pelo aumento da força coerciva de 72,5A/m para 108A/m, aumento este próximo ao observado por Ray ^[28] para o envelhecimento de uma liga Fe-1,52%Si-0,23%Mn-0,015%C a 170°C . Marra ^[25] e Negri ^[3], também observaram aumento na área da curva de histerese, após tratamento de envelhecimento, devido à interação entre os precipitados, na faixa crítica de tamanho, e os domínios magnéticos.

A Figura 6.5, mostra ainda que a área da curva de histerese foi conservada entre 91h e o fim do teste, assim como observado para a perda magnética, Figura 5.5. As análises quantitativas apresentadas no item 5.3.3 revelaram que o fim da precipitação ocorreu também com 91h. Portanto, para o envelhecimento do aço 2 a 180°C , as variações da perda magnética acompanharam as variações das características microestruturais. Entretanto, é importante notar que o mesmo comportamento não é esperado para envelhecimentos a baixas temperaturas ($\approx 100^\circ\text{C}$), pois, o tempo necessário para que o precipitado atinja o tamanho crítico, pode ser muito superior em relação ao tempo para fim da precipitação ^[18].

Em relação às propriedades mecânicas, a análise da dureza ao longo do tempo (Figura 5.24), revelou a presença de um pico com 70min de ensaio. A Figura 5.25, mostrou que o valor do limite de escoamento passou por um valor de máximo (343,2 MPa) para um tempo de 1,5h e então seu valor decresceu, ao longo do tempo. O valor

máximo atingido não caracterizou um pico, pois, este era ligeiramente maior do que o valor do LE para a amostra não envelhecida. A ausência do pico foi atribuída ao intervalo de tempo inicial de tratamento relativamente longo (1,5h), utilizado para realização dos testes, caracterizando uma possível situação de superenvelhecimento mecânico já nas primeiras medições. É sabido que o superenvelhecimento representa o amaciamento do material, resultante de um envelhecimento prolongado e está relacionado com crescimento contínuo dos precipitados e um decréscimo no número de partículas^[31].

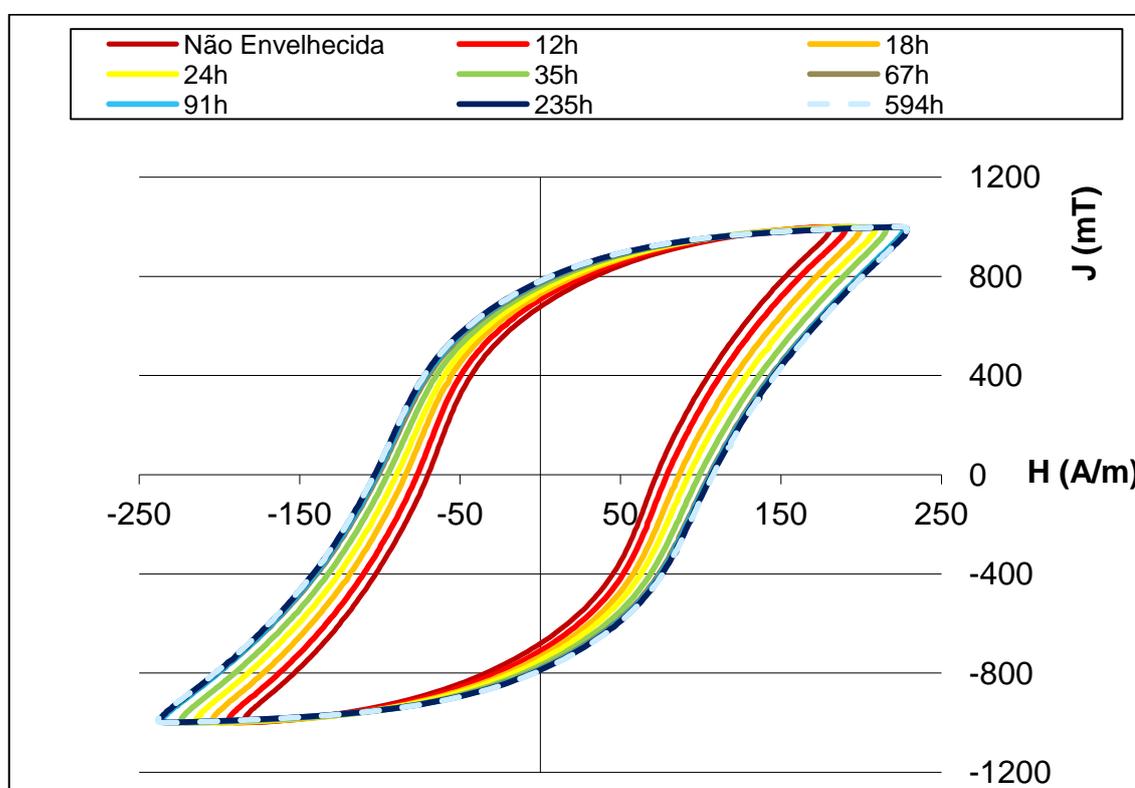


Figura 6.5 - Evolução da curva de histerese, ao longo do tempo, para o tratamento de envelhecimento de uma amostra do aço 2 a 180°C.

E de maneira semelhante ao observado para as medidas de LE, Figura 5.25, depois de atingido o máximo, houve uma redução nos valores de dureza. Segundo Abe^[37], em tratamentos de envelhecimento, um endurecimento causado pela precipitação de LTC, formado em temperaturas inferiores a 60°C, seguido por um subsequente amaciamento, causado pela precipitação de partículas mais espaçadas de carboneto ϵ pode ocorrer em aços baixo carbono. Embora não tenha sido flagrada a presença do

LTC nas análises metalográficas realizadas, foi reportado por Marra^[25] a presença de carbonetos LTC em amostras não envelhecidas de um aço silício semiprocessado. Portanto, a queda nos valores das propriedades mecânicas avaliadas, após ser atingido o "pico", pode ser atribuída à transição de fase entre o carboneto LTC e o carboneto ϵ . Essa hipótese também justificaria a pequena variação na perda magnética nas primeiras medições, visto que o LTC é inócuo ao envelhecimento magnético^[37,43].

Associado ao maior valor de LE, obtido com 1,5h, determinou-se um tamanho médio de partícula de $0,54\mu\text{m}$, Figura 6.6. De maneira semelhante, associado ao pico da dureza com 70min de ensaio, estima-se um tamanho médio de precipitado inferior a $0,5\mu\text{m}$. Passado o ponto de máximo, foi notado que à medida que o tamanho médio das partículas aumentava, os valores de LE e dureza decresciam presumidamente provocados pelo decréscimo de carbono em solução sólida ao longo do tempo.

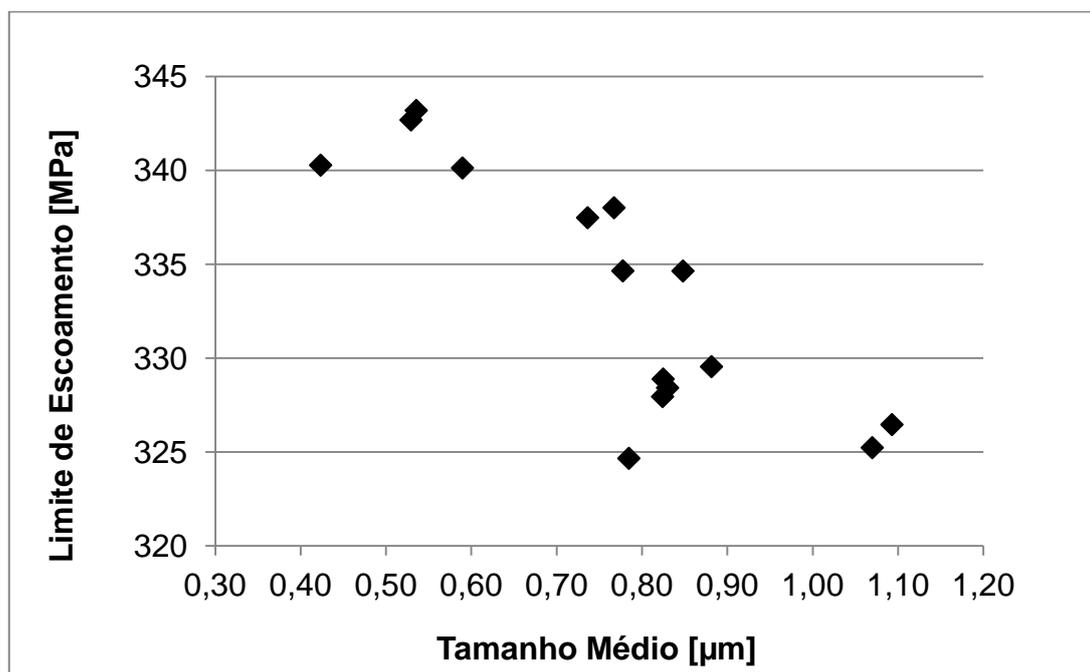


Figura 6.6 - Efeito do tamanho médio dos precipitados sobre o limite de escoamento, durante o envelhecimento de amostras da liga 2 a 180°C .

A Figura 6.7 compara a variação da perda magnética com o limite de escoamento, ao longo do tempo, para o envelhecimento da liga 2 a 180°C . O máximo valor de LE foi

atingido após 1,5h, associado a um tamanho médio de partícula de $0,54\mu\text{m}$, Figura 6.6. Já o máximo valor de IE foi atingido com 451h para um tamanho médio de partículas de $1,2\mu\text{m}$. Resultados semelhantes foram reportados por Leslie ^[17], o qual observou que o tamanho dos precipitados associados à máxima restrição ao movimento das deslocações é muito menor daquele que restringe mais efetivamente o movimento das paredes dos domínios magnéticos.

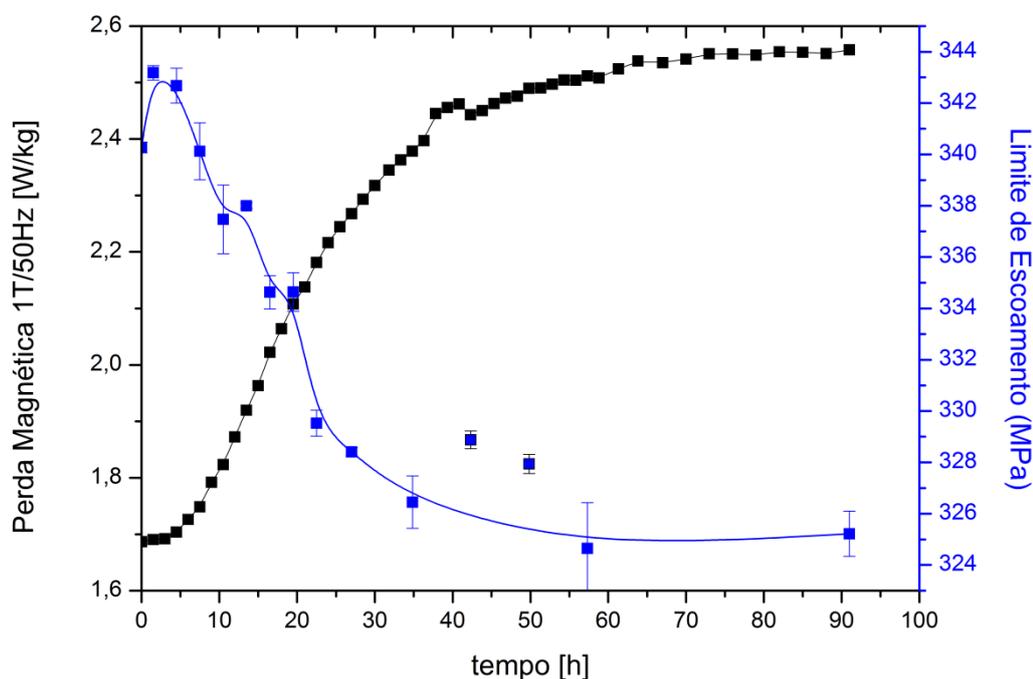


Figura 6.7 - Variação da perda magnética e do limite de escoamento, ao longo do tempo, durante o envelhecimento do aço 2 a 180°C .

6.7. Cinética de Envelhecimento Magnético

Através das informações obtidas na Figura 5.5, foi traçado um diagrama da temperatura em função do tempo necessário para as amostras do aço com 32ppm de carbono médio atingirem um IE de 5%, Figura 6.8. Observa-se que a curva obtida tem um formato de C, característico de transformações de uma fase estável a temperaturas mais altas para uma fase estável em temperaturas mais baixas, como é o caso da precipitação. As baixas taxas de nucleação e difusão e crescimento exigiram longos períodos de tempo para que o tratamento a 100°C promovesse a

formação de precipitados na faixa crítica da perda magnética ^[36,42]. Analogamente, as baixas taxas de nucleação e crescimento a 275°C, devido à proximidade com a linha solvus ^[40] (Figura 6.1), demandaram tempos ainda maiores para que os precipitados formados promovessem um aumento no IE de 5%.

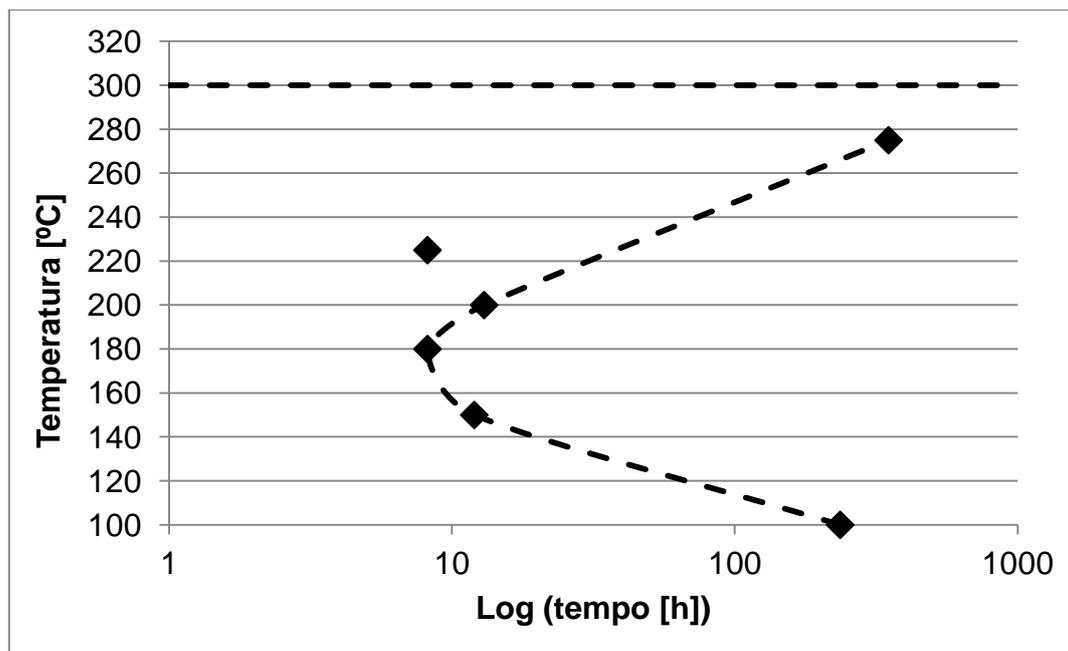


Figura 6.8 - Tempo necessário para amostras do aço 2 atingirem um IE de 5% em várias temperaturas.

A linha tracejada a 300°C representa o limite assintótico para o envelhecimento magnético da liga 2, ou seja, não é esperado que o material envelheça para $T \geq 300^\circ\text{C}$. No entanto, entre 100 e 225°C, taxas de nucleação e crescimento mais elevadas permitiram que os precipitados formados atingissem mais rapidamente um tamanho crítico ^[36,42] e, portanto, afetassem a perda magnética. De maneira semelhante, Merz ^[44] observou, para uma liga Fe-2,3%Si-0,018%C, que o aumento na perda magnética foi mais significativo para tratamentos entre 100 e 300°C. Embora a temperatura de 225°C tenha apresentado um tempo equivalente ao obtido para 180°C, para se atingir o IE de 5%, o tratamento a 180°C, apresentou uma taxa de aumento na perda magnética mais elevada no restante do ensaio (Figura 5.5). Por essa razão a temperatura de 180°C foi considerada o "nariz" da curva e o resultado de 225°C não foi incluído.

De maneira semelhante, com base nas curvas de envelhecimento obtidas (5.3.1), a Figura 6.9 mostra uma curva em C, com o objetivo de se avaliar o tempo necessário para se atingir um IE de 10%, para os três aços estudados. Notoriamente o aço 3, com teor de carbono médio de 46ppm, foi o que alcançou o valor de IE proposto com o menor tempo em todas as análises. Isso se deve ao fato do aço 3 possuir uma maior quantidade de carbono disponível para precipitação (Figura 6.1), possuindo maior força motriz para precipitação homogênea, levando os precipitados mais rapidamente a faixa considerada crítica ^[36,42].

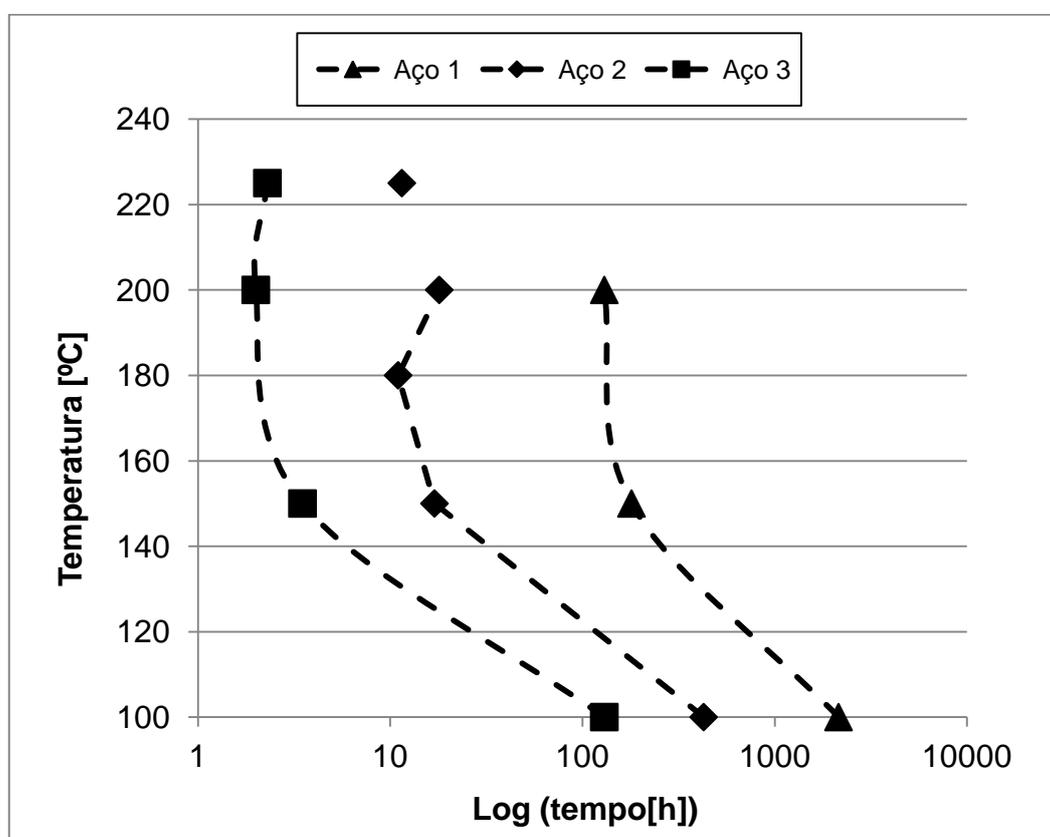


Figura 6.9 - Tempo necessário para amostras do aço 1 e 3 atingirem um IE de 10% em várias temperaturas

A taxa de aumento da perda magnética, mostrou-se bem sensível a pequenas variações no teor de carbono, conforme também notado por Michal e Slane ^[33]. Os autores observaram que o primeiro aumento significativo no IE, para uma liga de Fe-2,3%Si-0,7%Al com 50ppm a 315°C, aconteceu com cerca de 300s, já para a mesma liga com 90ppm, o primeiro aumento ocorreu com 100s. Marra ^[25] observou que o

tempo para uma liga Fe-0,71%Si-0,39%Mn-0,0025%C, envelhecida a 200°C, atingir um IE de 10% foi inferior a 5h (Figura 3.17). Este tempo foi mais próximo ao obtido para a liga 3(≈2h) do que para a liga 2(≈18h), cujo teor de carbono é mais próximo do aço estudado por Marra ^[25]. No entanto, tal diferença pode ser justificada em função do teor de silício da liga 2 ser mais do que o dobro da liga estudada por Marra ^[25], fazendo com que a precipitação do carboneto ϵ na liga 2 seja significativamente mais lenta ^[16].

A temperatura para se atingir 10% de IE no caso dos aços 2 e 3 coincidiu com a temperatura crítica, no entanto, o tratamento a 200°C, para o aço 1, atingiu o IE proposto mais rapidamente do que a temperatura crítica (150°C). Michal e Slane ^[33], observaram que o tratamento a 300°C para uma liga Fe-2,3%Si-0,7%Al-0,009%C foi o que apresentou a maior taxa de aumento na perda magnética, contudo, o tratamento a 260°C foi o que elevou o IE para o maior valor (76%), Figura 3.16. Ou seja, não necessariamente o tratamento que apresentar a maior taxa de aumento na perda magnética, apresentará o maior aumento na perda magnética.

O envelhecimento magnético é um fenômeno termicamente ativado associado à precipitação, envolvendo a difusão do carbono, conforme reportado por Marra ^[25]. Os elevados tempos necessários para que a precipitação afete a perda magnética em alguns casos, como mostrado na Figura 5.4, somada as análises apresentadas por Leslie ^[18], Nacken e Heller ^[42], deixam claro que não é possível avaliar o fim da precipitação, através de medidas de perda magnética, para todas as temperaturas estudadas. Inviabilizando, portanto, a aplicação de equações do tipo Johnson&Mehl (eq. 3.7) para determinação do expoente do tempo bem como da energia de ativação.

7. CONCLUSÕES

Os objetivos deste trabalho foram alcançados e os resultados conduziram às seguintes conclusões:

1. O aumento na perda magnética durante o tratamento de envelhecimento, em uma dada temperatura, é cumulativo e está associado à precipitação de carbonetos.
2. Confirmou-se que a solubilidade do carbono na ferrita em equilíbrio com o carboneto épsilon, pode ser estimada através de uma adequação da equação existente para o ferro puro.
3. A precipitação intragranular do carboneto épsilon foi a principal responsável pelo aumento na perda magnética, para os ensaios realizados entre 100 e 225°C, considerando as três faixas de carbono estudadas.
4. Amostras com teores de carbono inferiores a 30ppm também estão susceptíveis ao envelhecimento magnético ($IE > 5\%$), após cerca de 1000h a 100°C, 150h a 150°C ou 100h a 200°C.
5. As temperaturas críticas de envelhecimento para os aços com teores de carbono médio de 20, 32 e 46ppm, foram 150°C, 180°C e 200°C, respectivamente.
6. À temperatura crítica de cada aço estão associadas uma faixa de tamanhos de precipitados entre 1,1 e 1,3 μm e uma densidade entre 0,01 e 0,025partículas/ μm^2
7. Embora as variações das características da precipitação, ao longo do tempo, para amostras com teor de carbono médio de 32ppm, envelhecidas a 180°C, tenham acompanhado as variações na força coerciva, mostrou-se que o mesmo comportamento não ocorre para temperaturas mais baixas.
8. O teste de envelhecimento a 180°C, para o aço com 32ppm de carbono, confirmou que o máximo valor de dureza foi alcançado antes do máximo valor de perda magnética, possivelmente porque o tamanho médio de precipitado que levou a restrição máxima do movimento das deslocações (<0,5 μm) apresentou um menor

valor daquele que ancorou mais efetivamente o movimento das paredes de domínio magnético ($\approx 1,2\mu\text{m}$).

9. Confirmou-se que o tempo necessário para que o tratamento térmico forme precipitados na faixa crítica, assim como a taxa de aumento da perda magnética, dependem da supersaturação do carbono na matriz ferrítica.

8. CONTRIBUIÇÕES DO TRABALHO

-Desenvolvimento de uma metodologia para analisar a variação da perda magnética, durante um tratamento de envelhecimento, utilizando a interrupção de ciclo, com uma única amostra.

-Desenvolvimento de uma rotina computacional para verificar se o plano de hábito de carbonetos de ferro pertence à família de planos $\{100\}$

-Determinação de uma equação para a solubilidade do carbono na ferrita em equilíbrio com o carboneto épsilon.

-Determinação das temperaturas críticas para os teores de carbono analisados.

9. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar, via MET, amostras não envelhecidas dos aços estudados.
- Utilizar microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução (HRTEM), a fim de esclarecer a forma dos precipitados.
- Realizar medições de atrito interno em amostras envelhecidas e não envelhecidas dos três aços estudados.
- Correlacionar a evolução das características microestruturais dos precipitados em baixas temperaturas ($\approx 100^\circ\text{C}$) com as propriedades magnéticas e mecânicas.
- Desenvolver um método para correlacionar o envelhecimento magnético determinado em amostras de laboratório com o eventual envelhecimento magnético nas máquinas elétricas.
- Determinar um ciclo de resfriamento capaz favorecer a precipitação da cementita nos contornos de grão, evitando que o material envelheça magneticamente.

10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. PAOLINELLI, S. C. **Non-oriented silicon steels with improved texture.** Proceedings 5th International Conference on Magnetism and Metallurgy. Ghent: . 2012. p. 120-136.
2. LANDGRAF, F. J. G.; TAKANOHASHI, R.; CAMPOS, M. F. **Tamanho de grão e textura dos aços elétricos de grão não orientado.** Workshop sobre textura e relações de orientação. 1 ed. São Paulo: . 2001. p. 161-188.
3. NEGRI, G. M. R. **Estudo de caso de envelhecimento magnético em aços elétricos de grão não orientado de baixa eficiência.** UFSC. Florianópolis, p. 117. 2011. (Dissertação de Mestrado em Engenharia Elétrica).
4. LANDGRAF, F. J. G. **Propriedades magnéticas de aços para fins elétricos.** Aços: perspectivas para os próximos 10 anos. 1a ed. Rio de Janeiro: . 2002. p. 109-128.
5. Catálogo Aperam. Aços Elétricos: Grão Orientado (GO) e Não Orientado (GNO). 2012.
6. FISCHER, O.; SCHNEIDER, J. Influence of deformation process on the improvement of non-oriented electrical steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 254-255, p. 302-306, January 2003.
7. CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. **Introduction to magnetic materials.** 2. ed. Piscataway: IEEE Press, 2009, p. 544.
8. BOZORTH, R. M. **Ferromagnetism.** Piscataway: IEEE Press, 1993. p. 968.
9. PULNIKOV, A. **Modification of magnetic properties of non oriented electrical steels by the production of electromagnetic devices.** Ghent University. Ghent, p. 251. 2003. (Ph.D. Thesis in Electrical Energy).
10. WEISS, P. L'hypothèse du champ moléculaire et la propriété ferromagnétique. **Journal de Physique Théorique et Appliquée**, v. 6, n. 1, p. 661-690, Avril 1907.
11. WULFF, J.; SHEPARD, L. A.; ROSE, L. M. **The structure and properties of materials.** New York: John Wiley & Sons, v. IV, 1966, p. 306.
12. BERTOTTI, G. General properties of power losses in soft ferromagnetic materials. **IEEE transactions on magnetics**, v. 24, n.1, p. 621-630, January 1988.

13. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - NBR 5161: Produtos laminados planos de aço para fins elétricos - verificação das propriedades. Rio de Janeiro, p. 35. 1977.
14. VERBEKEN, K. E. A. Innovative processing for improved electrical steel properties. **Revista de Metalurgia**, v. 46, p. 458-468, September 2010.
15. PERMIAKOV, V. **1D and 2D magnetization in electrical steels under uniaxial stress**. Ghent University. Ghent, p. 210. 2005. (Ph.D. Thesis in Electrical Energy).
16. LESLIE, W. C. **The physical metallurgy of steels**. Auckland: Mcgraw-Hill, 1981. p. 396.
17. LESLIE, W. C.; RAUCH, G. C. Precipitation of carbides in low-carbon Fe-Al-C alloys. **Metallurgical Transactions A**, v. 9A, p. 343-348., March 1978.
18. LESLIE, W. C.; STEVENS, D. W. The magnetic aging of low carbon steels and silicon irons. **Transactions of the ASM**, v. 57, p. 261-283, 1964.
19. RAY, S. K.; MOHANTY, O. N.; MISHRA, S. A study of the kinetics of magnetic aging in steels. **IEEE Transactions on Magnetic**, v. 17, n. 6, p. 2881-2883, November 1981.
20. KRAUSS, G. **Steels: processing; structure, and performance**. 3. ed. Ohio: ASM International, 2005. p. 602.
21. CARDOSO, R. F. A.; BRANDAO, L.; CUNHA, M. C. Influence of grain size and additions of Al and Mn on the magnetic properties of non-oriented electrical steels with 3 wt. (%) Si. **Materials Research**, v. 11, No. 1, p. 51-55, March 2008.
22. STEINER, P. D. Non oriented electrical steel sheets. **Materials and Technology**, v. 44, p. 317-325, October 2010.
23. SHIMANAKA, H. et al. Recent development of non-oriented electrical steel sheets. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 26, p. 57-64, March 1982.
24. PAOLINELLI, S. C.; FERNANDES, W. M. A. **Envelhecimento magnético em aços GNO**. Relatório Técnico Aperam South America– IQM-Si-074. Timóteo, p. 11. 1987.
25. MARRA, K. M. **Cinética de Descarbonetação de um Aço GNO Semiprocessado e sua Influência nas Propriedades Magnéticas e na Susceptibilidade ao Envelhecimento Magnético**. UFMG. Belo Horizonte, p. 283. 2002. (Tese de Doutorado em Engenharia Metalúrgica).
26. LYUDKOVSKY, G.; SOUTHWICK, P. D. The Effect of Thermomechanical History upon the Microstructure and Magnetic Properties of Nonoriented Silicon Steel.

Metallurgical Transactions A, v. 17A, p. 1267-1275, August 1986.

27. TAKAMI, K. M. E. A. **Study of magnetic aging in electrical steel and artificial neural network analyzing in real time mode**. International Scientific Conference on "Energy systems with IT" in connection with the Energiting 2009. Stockholm: [s.n.]. 2009. p. 197-206.
28. RAY, S. K.; MOHANTY, O. N. On predicting the extent of magnetic aging in electrical steels. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 78, p. 255-262, July 1989.
29. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM A340 : Standard terminology of symbols and definitions relating to magnetic testing. West Conshohocken, p. 16. 2003.
30. BHADESHIA, H. K. D. H.; HONEYCOMBE, R. W. K. **Steels – microstructure and properties**. 3. ed. Oxford: Edward Arnold, 2006. p. 357.
31. REED-HILL, R. E.; ABBASCHIAN, R. **Physical metallurgy principles**. 4. ed. Stamford: Cengage Learning, 2010. p. 749.
32. RAY, S. K.; MOHANTY, O. N. Magnetic ageing characteristics of low silicon electrical steels. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 28, p. 44-50, January 1982.
33. MICHAL, G. M.; SLANE, J. A. The kinetics of carbide precipitation in silicon-aluminum steels. **Metallurgical Transactions A**, v. 17A, p. 1287-1294, August 1986.
34. ELOOT, K. et al. Evaluation of the susceptibility of an electrical steel to magnetic aging using new internal friction technique. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 133, p. 223-225, May 1994.
35. MURARI, F. D. **Cinética de envelhecimento de aços duas phase de baixa resistência mecânica laminados a frio**. UFMG. Belo Horizonte, p. 182. 2009. (Tese de Doutorado em Engenharia Metalúrgica).
36. LESLIE, W. C.; FISHER, M.; SEN, N. Morphology and Crystal Structure of Carbides Precipitated from Solid Solution in Alpha Iron. **Acta Metallurgica**, v. 7, p. 632-644, September 1959.
37. ABE, H. Carbide Precipitation During Ageing Treatment. **Scandinavian Journal of Metallurgy**, v. 13, p. 226-239, 1984.
38. BUTLER, J. F. Kinetics of the two-stage precipitation of carbon from ferrite. **Journal of The Iron and Steel Institute**, v. 204, p. 127-133, February 1966.

39. CHIPMAN, J. Thermodynamic and phase diagram of the Fe-C system. **Metallurgical Transactions**, v. 3, p. 55-64, January 1972.
40. VERHOEVEN, J. D. **Fundamentals of Physical Metallurgy**. New York: John Wiley & Sons, 1975. p.567.
41. VANDEPUTTE, A. K. D. S.; COOMAN, B. C. D. Kinetics of Low Temperature Precipitation in a ULC-Bake Hardening Steel. **Scripta Mater.**, v. 44, n. 4, p. 695-700, September 2001.
42. NACKEN, M.; HELLER, W. The Change in Coercivity during Aging of Unalloyed Mild Steel. **Arch. Eisenhüttenw**, v. 31, p. 153-160, 1960.
43. ZHU, A.; IKECHUKWU, N.; PINK, E. Characterization of medium- and low-temperature carbides in a low-carbon steel by internal friction. **Steel Research**, v. 67, p. 507-512, June 1996.
44. MERZ, H. The critical ageing temperatura for electrical steel. **Arch. Eisenhuttenwes**, v. 41, (2), p. 159-164, 1970.
45. UNDERWOOD, E. **Quantitative Metallography in Metallography and Microstructures**. 9. ed. Ohio: ASM Handbook, v. 9, 1985.

ANEXO 1

Rotina computacional, desenvolvida em MATLAB, para determinação dos ângulos que os precipitados devem possuir para pertencerem à família de planos {100}, com base na orientação Φ_1 , Φ e Φ_2 obtida por meio software OIM Analysis.

```
clear all
clc
format long G
%Entrada de dados
aux1=input('Entre com fi1: ');
aux2=input('Entre com fi: ');
aux3=input('Entre com fi2: ');
fi1=aux1*pi/180;
fi=aux2*pi/180;
fi2=aux3*pi/180;
%Orientação a ser rodada em torno de d
h=sin(fi2)*sin(fi);
k=cos(fi2)*sin(fi);
l=cos(fi);
u=cos(fi1)*cos(fi2)-sin(fi1)*sin(fi2)*cos(fi);
v=-cos(fi1)*sin(fi2)-sin(fi1)*cos(fi2)*cos(fi);
w=sin(fi1)*sin(fi);
%Cria a matriz de uma orientação dada
rd1=u/sqrt(u^2+v^2+w^2);
rd2=v/sqrt(u^2+v^2+w^2);
rd3=w/sqrt(u^2+v^2+w^2);
nd1=h/sqrt(h^2+k^2+l^2);
nd2=k/sqrt(h^2+k^2+l^2);
nd3=l/sqrt(h^2+k^2+l^2);
td1=rd3*nd2-nd3*rd2;
td2=rd1*nd3-rd3*nd1;
td3=nd1*rd2-rd1*nd2;
deltag=[rd1 td1 nd1
        rd2 td2 nd2
        rd3 td3 nd3];
deltagin=inv(deltag);
%Matriz (100)
A=[1 0 0
   0 1 0
   0 0 1];
%Intercessão com nd
intnd1=nd2*A(3,1)-nd3*A(2,1);
intnd2=nd3*A(1,1)-nd1*A(3,1);
intnd3=nd1*A(2,1)-nd2*A(1,1);
intnd4=nd2*A(3,2)-nd3*A(2,2);
intnd5=nd3*A(1,2)-nd1*A(3,2);
intnd6=nd1*A(2,2)-nd2*A(1,2);
intnd7=nd2*A(3,3)-nd3*A(2,3);
intnd8=nd3*A(1,3)-nd1*A(3,3);
intnd9=nd1*A(2,3)-nd2*A(1,3);
%Denominador
d1=sqrt(intnd1^2 + intnd2^2 + intnd3^2);
d2=sqrt(intnd4^2 + intnd5^2 + intnd6^2);
```

```

d3=sqrt(intnd7^2 + intnd8^2 + intnd9^2);
%Cossenos diretores g1
cosdiret1=intnd1/d1;
cosdiret2=intnd2/d1;
cosdiret3=intnd3/d1;
cosdiret4=intnd4/d2;
cosdiret5=intnd5/d2;
cosdiret6=intnd6/d2;
cosdiret7=intnd7/d3;
cosdiret8=intnd8/d3;
cosdiret9=intnd9/d3;
g1=[cosdiret1 cosdiret4 cosdiret7
    cosdiret2 cosdiret5 cosdiret8
    cosdiret3 cosdiret6 cosdiret9];
%Posição no plano nd
posnd=deltagin*g1;
%Produtos
p1=g1'*deltag;
%Determinado os ângulos
dl1=atan2(p1(1,2),p1(1,1))*180/pi;
dl2=atan2(p1(2,2),p1(2,1))*180/pi;
dl3=atan2(p1(3,2),p1(3,1))*180/pi;
dt1=atan2(p1(1,1),p1(1,2))*180/pi;
dt2=atan2(p1(2,1),p1(2,2))*180/pi;
dt3=atan2(p1(3,1),p1(3,2))*180/pi;
%1º Quadrante
if dt1<0
    ang1=dt1+180
else
    ang1=dt1;
end
if dt2<0
    ang2=dt2+180
else
    ang2=dt2;
end
if dt3<0
    ang3=dt3+180
else
    ang3=dt3;
end

str1 = ['Os ângulos determinados em relação a DT foram:
',num2str(ang1),', ',num2str(ang2),' e ',num2str(ang3)];
disp(str1)

```