

AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DA NITRETAÇÃO NA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA APÓS A RECRISTALIZAÇÃO PRIMÁRIA DE UM AÇO ELÉTRICO DE GRÃO ORIENTADO*

Marcelly Quintão Oliveira¹
Bruna Madeira Araújo da Cruz²
Simone Izabel Vieira de Santana³
Luíz Paulo Mendonça Brandão⁴

Resumo

Com o crescimento da demanda energética mundial, faz-se necessário a implantação de recursos tecnológicos eficientes para reduzir o consumo de energia. Nesse contexto, os aços elétricos de grão orientado (GO) têm sido estudados com o objetivo de aperfeiçoar suas propriedades magnéticas, uma vez que sua principal aplicação é em núcleo de transformadores. As propriedades magnéticas desses aços estão condicionadas à orientação preferencial dos grãos, que, por sua vez, está relacionada aos precipitados, pois eles inibem o crescimento normal dos grãos durante a recristalização secundária. Neste trabalho estudou-se a influência do tratamento de nitretação na textura cristalográfica após a recristalização primária em um aço GO avaliando a condição de 0,30 Nm³/h de injeção de amônia em comparação ao processamento sem injeção de amônia. A textura cristalográfica foi determinada por difração de raios X. Alguns precipitados foram identificados na amostra nitretada e avaliados quanto ao tipo, forma e tamanho com o auxílio de um MET Jeol LaB₆, foram obtidos figuras de difração e realizado análise qualitativa por EDS. Os resultados sugerem a precipitação de nitretos e um fortalecimento da componente de textura próxima a fibra γ do aço processado em atmosfera com amônia, após a descarbonetação.

Palavras-chave: Aço elétrico de grão orientado; precipitados; nitretação; textura cristalográfica.

EVALUATION OF THE INFLUENCE OF NITRIDING ON CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE AFTER PRIMARY RECRYSTALLIZATION IN A GRAIN ORIENTED ELECTRICAL STEEL

Abstract

With the growth of global energy demand, it is necessary to deploy efficient technological resources to reduce energy consumption. In this context, grain oriented electrical steels (GO) have been studied with the objective of improving their magnetic properties, since their main application is in transformers core. The magnetic properties of these steels are conditioned to the preferred orientation of the grains, which is related to the precipitates that inhibit normal grain growth during secondary recrystallization. This study investigated the influence of nitriding treatment in crystallographic texture after primary recrystallization from a GO steel evaluating the condition of 0.30 Nm³ / h of ammonia injection in comparison to the processing without ammonia injection. The crystallographic texture was

determined by X-ray diffraction. Some nitride precipitates were identified in the sample and evaluated for the type, shape and size with the aid of a TEM JEOL LaB₆, diffraction figures were obtained and qualitative analysis carried out by EDS. The results suggest the precipitation of nitrites and a strengthening of the texture component next to the γ fiber of the steel processed in atmosphere with ammonia, after decarburizing annealing.

Keywords: grain oriented electrical steel; precipitate; nitriding; crystallographic texture.

- ¹ *Eng. Química, Esp., Mestranda em Ciência dos Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*
- ² *Eng. Materiais, M.Sc., Doutoranda em Ciência dos Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*
- ³ *Bacharel em Física, D. Sc., Professora Militar, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*
- ⁴ *Eng. Metalurgista, D.Sc., Professor Adjunto, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

Aços elétricos de grão orientado (GO) são aços siliciosos produzidos de modo a induzir uma textura cristalográfica final $\{110\}\langle 001 \rangle$, chamada textura Goss. Nesta condição, a direção de mais fácil magnetização coincide com a direção de laminação da chapa, o que confere excelentes propriedades magnéticas ao material em apenas uma direção. Essa anisotropia magnética os tornam viáveis para serem aplicados na fabricação de núcleo de transformadores de energia elétrica, pois neste caso, o circuito é montado alinhando o fluxo magnético na direção longitudinal da chapa ⁽¹⁾.

A precipitação de pequenas partículas de segunda fase é importante na inibição do crescimento de grãos e no desenvolvimento da textura Goss. Dunn, em 1949, apontou que a textura final é obtida no processo de recristalização secundária durante a produção do aço elétrico GO. No entanto, Beck, em 1954, condicionou a recristalização secundária ao tamanho reduzido dos grãos que tiveram seu crescimento normal inibido pela presença dos precipitados ou por uma forte textura alcançada na recristalização primária ⁽²⁾.

Avanços no processo de produção do aço GO foram conseguidos ao longo dos anos e conseqüentemente suas propriedades magnéticas vêm sendo melhoradas. A tecnologia de fabricação conhecida como inibidor adquirido promove a nitretação do aço por meio da injeção de amônia na atmosfera do forno após o recozimento de descarbonetação ^(2,3).

O processo de nitretação é um importante controle da quantidade de átomos de nitrogênio no aço, introduzido para formar nitretos que irão agir como inibidores do crescimento de grão. O objetivo é a formação da textura Goss na recristalização secundária ⁽⁴⁾.

O gás amônia, injetado na atmosfera do forno durante o processo de nitretação, é dissociado em átomos de nitrogênio e hidrogênio na superfície da lâmina de aço quando a temperatura do forno está em torno de 500°C e, absorvido na matriz por difusão. Então, o nitrogênio reage com o silício formando o nitreto de silício ou reage com o silício e manganês formando nitreto de silício de manganês. Precipitados do tipo Si_3N_4 e MnSiN_2 são geralmente encontrados após recozimento de recristalização primária ⁽⁴⁾.

Os precipitados podem exibir tamanhos variados, entre 10 e 400 nm. No entanto, é mais favorável para a inibição do crescimento de grão que os precipitados tenham até 50 nm. Assim, eles ancoram os contornos de grão e quando atingem 100 nm inicia-se a recristalização secundária ⁽⁵⁾.

Neste trabalho, a simulação do processo de nitretação foi realizada na linha piloto do centro de pesquisas da empresa Aperam South America considerando duas condições, 0,30 Nm^3/h de injeção de amônia e o mesmo processo sem injeção de amônia. Foram analisados, após o tratamento térmico de nitretação, os nitretos precipitados e a textura de recristalização primária por DRX.

2 Materiais e Métodos

O material estudado foi um aço ao Silício de grão orientado, denominado P989A, produzido pela Aperam South America. A composição química desse material é otimizada para proporcionar a precipitação de partículas durante a nitretação em atmosfera de amônia.

Na condição inicial, o material foi laminado a frio até a espessura de 0,27mm. Posteriormente, foi feita a simulação das etapas de descarbonetação e nitretação em uma linha piloto contínua no Centro de Pesquisas da Aperam South America em Timóteo/MG. As condições de processamento são descritas na Tabela 2, contendo informações da temperatura (T), ponto de orvalho (PO) e teor de gás hidrogênio (H_2) na atmosfera do forno, além da vazão de amônia (NH_3) durante a nitretação.

Tabela 1. Condições de processo da linha piloto

Amostra	Linha Piloto						
	Descarbonetação			Nitretação			
	T	PO	H_2	T	PO	H_2	NH_3
A	860°C	63°C	50%	860°C	5°C	75%	0,00 Nm^3/h
B							0,30 Nm^3/h

As amostras A e B foram cortadas no tamanho aproximado de 20 x 20 mm e a preparação metalográfica foi feita da seguinte forma: lixadas na sequência de grana 400, 600, e 1200 mesh, e polidas com pasta de diamante na sequência de 3 e 1 μm ; após o polimento, as amostras foram atacadas com solução de nital 10%, por aproximadamente 15 s.

Para a caracterização dos precipitados foi utilizado um microscópio eletrônico de transmissão (MET) modelo Jeol JEM-2010 HRTEM, com fonte de LaB_6 , do

Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME, com espectroscopia de energia dispersiva (EDS) acoplado para análise elementar e operado a 200 kV.

A preparação de amostra para o MET foi feita pelo método de extração de réplica de carbono. Após a preparação metalográfica, foi depositado aproximadamente 20 nm de carbono amorfo sobre a amostra e a extração da réplica foi feita com a mesma solução utilizada para o ataque, nital 10%. Retalhos da réplica foram coletados por uma grade de cobre e levados ao microscópio de transmissão para análise.

A coleta dos dados de textura cristalográfica foi feita por um difratômetro de raios X modelo X'PERT PRO MRD da PANalytical com fonte de cobalto ($\lambda = 1,79 \text{ \AA}$). Utilizou-se a geometria foco ponto e filtro de ferro. Foram medidas três figuras de pólo ($\{110\}$, $\{200\}$ e $\{211\}$) para cálculo da Função Distribuição de Orientação Cristalina (FDOC), por meio do software popLA.

3 Resultados

Na figura 1 são apresentadas imagens obtidas por MET, onde são observados precipitados com aspectos alongados e morfologia de bastonetes, com tamanhos médios de 40 a 100 nm, medidos na espessura e, de 150 a 500 nm medidos pelo comprimento. As medidas foram feitas através do software imageJ.

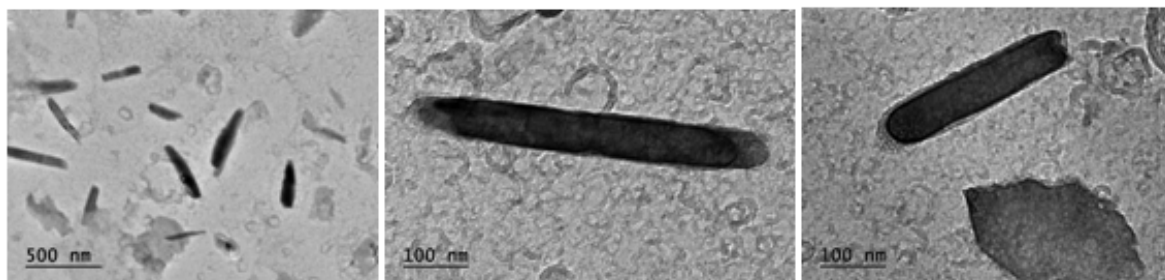


Figura 1. Imagens de réplica de carbono da amostra nitretada, observadas por MET com diferentes aumentos.

Nitretos de alumínio, silício e manganês, (Al,Si,Mn)N foram os precipitados observados no aço elétrico GO analisado neste trabalho. Imagens de MET e o espectro de EDS desse tipo de precipitado são mostrados na figura 2. Este precipitado tem aproximadamente 70 nm de espessura. Provavelmente, os picos de cobre (Cu) e carbono (C) detectados pelo EDS são devido à grade de cobre e ao filme de carbono depositado, respectivamente. Os resultados são um indicativo dos possíveis precipitados presentes no material, porém, para maior representatividade das análises, faz-se necessário estudar uma área maior de amostra.

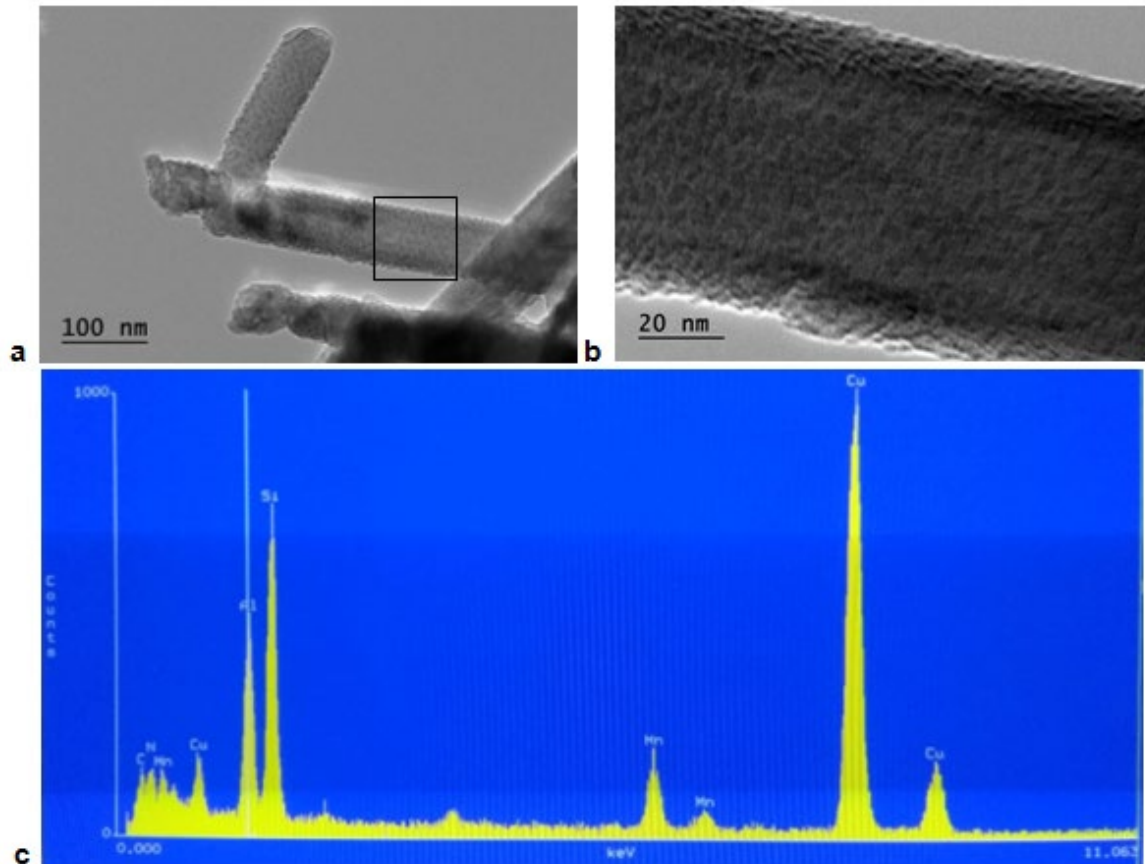


Figura 2. Microscopia eletrônica de transmissão de um (Al,Si,Mn)N precipitado. a) Imagem por MET do precipitado b) Ampliação da área selecionada c) Análise elementar por EDS da área selecionada

A figura 3 apresenta micrografias de precipitados e seus respectivos padrões de difração obtidos por área selecionada através do MET. O precipitado da figura 3(a) apresenta tamanho aproximado de 65 nm e o tamanho do precipitado da figura 3(b) é aproximadamente 120 nm. Deve-se ainda indexar os padrões de difração para ter conhecimento da estrutura cristalina do material observado.

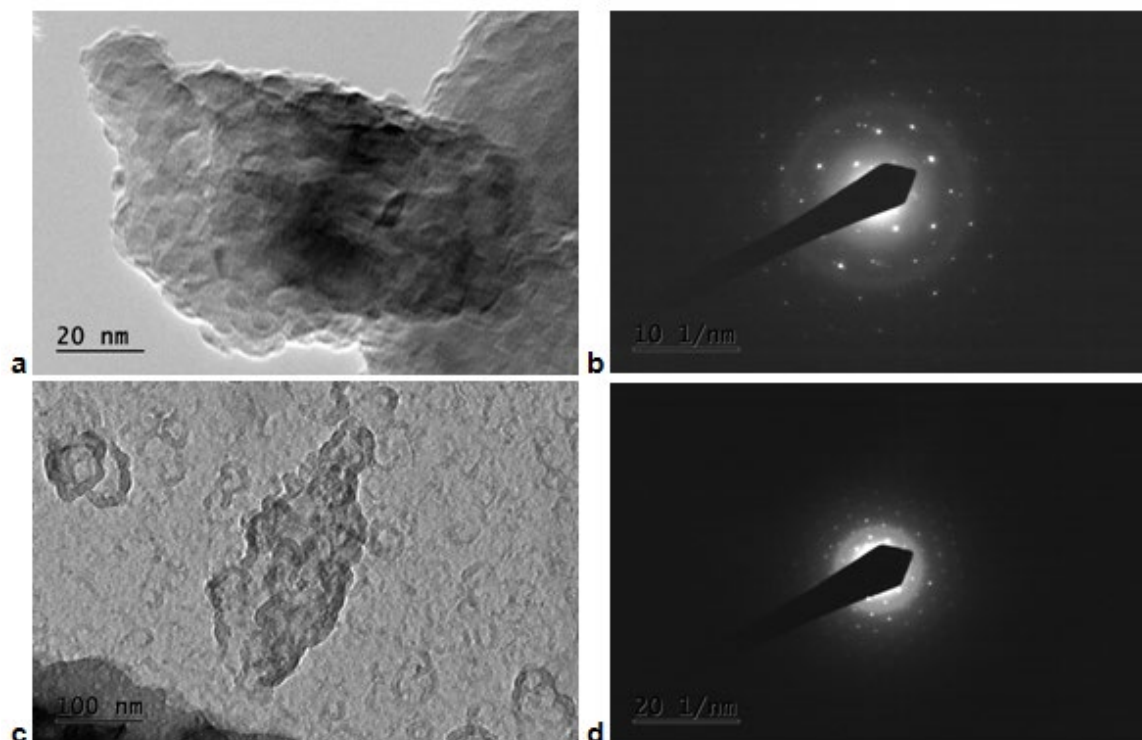


Figura 3. a) Micrografia do precipitado X b) Padrão de difração de a c) Micrografia do precipitado Y d) Padrão de difração de c

A figura 4 apresenta as FDOC's que mostra o efeito da nitretação na textura cristalográfica do aço elétrico GO após recristalização primária, indicando uma modificação na orientação quando comparada as duas condições de nitretação. Nota-se que a nitretação proporcionou a dispersão da textura (figura 4b) se comparada à amostra sem nitretar (figura 4a).

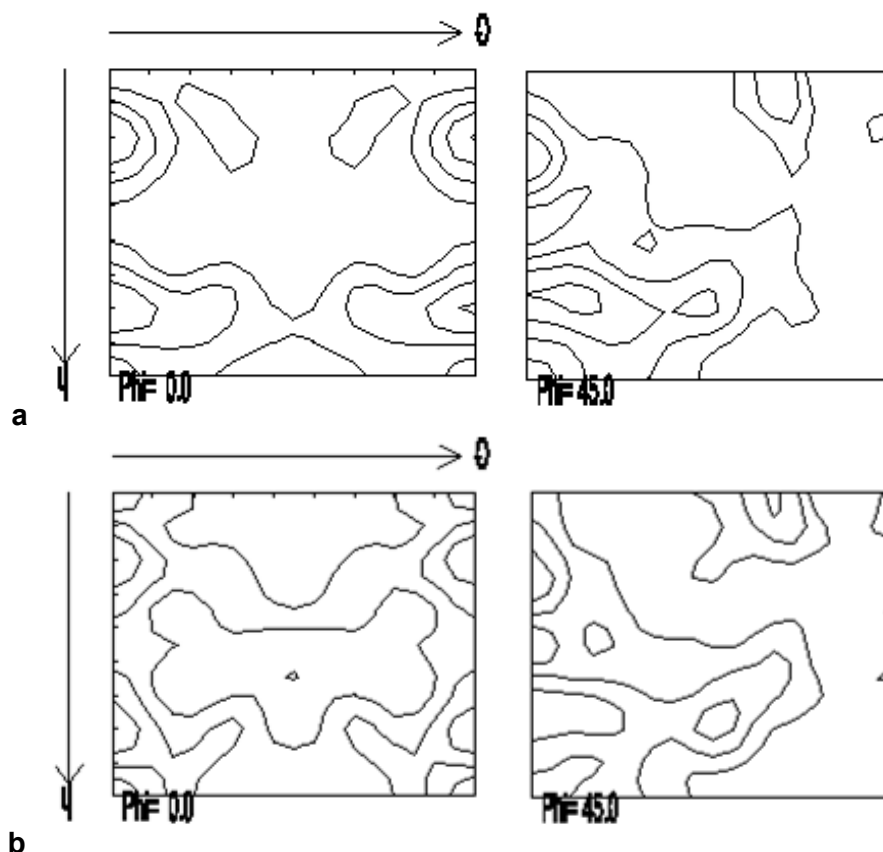


Figura 4. Funções de Distribuição de Orientação Cristalográfica para ϕ 0° e 45°, segundo a notação de Roe, das amostras a) A, sem injeção de amônia b) B, com injeção de amônia.

4 Discussão

O que se discute neste trabalho é a influência da nitretação, como uma variável do processo, em dois fatores metalúrgicos de grande importância nas características obtidas após a recristalização secundária: orientação cristalográfica; e, tamanho e composição química das partículas de segunda fase. Estes fatores podem afetar as propriedades finais do aço GO, pois induzem ao desenvolvimento da textura Goss.

Os precipitados, que são partículas de segunda fase, agem como inibidores do crescimento de grão. E, o tamanho, distribuição e composição química dessas partículas na recristalização primária irão influenciar no seu coalescimento e dissolução durante o recozimento final.

As imagens obtidas neste estudo não são representativas devido à técnica de extração de réplicas de carbono empregada na preparação das amostras que pode não ter extraído todos os tipos de precipitados. Além disso, a quantidade de amostras analisadas foi pouca e não se obteve informação quanto à distribuição das partículas, o que também é importante. Por isso, podem existir outros precipitados que não foram aqui identificados. No entanto, foi possível verificar a eficácia do tratamento de nitretação na formação de nitretos precipitados. Foram identificados nitretos de alumínio, silício e manganês, (Al,Si,Mn)N. Os tamanhos

das partículas observadas estão no limite ou acima do esperado, uma vez que o que se deseja são partículas ainda menores, abaixo de 50 nm.

O resultado da textura cristalográfica obtido por difração de raios X indica uma mudança na orientação preferencial dos grãos primários quando as amostras recristalizadas sem injeção de amônia e com 0,30 Nm³/h de amônia são comparadas. Entretanto, não é possível prever o quanto isso irá influenciar no desenvolvimento da textura Goss após o recozimento final. Os resultados obtidos indicam que a presença de amônia na atmosfera do forno, com o objetivo de nitretar o aço, proporcionou o enfraquecimento das componentes de textura cubo girado e cubo rodado e, por outro lado, fortaleceu a textura cubo e (001)[113], próxima a fibra γ . Além disso, desenvolveu a textura (101)[121]. A figura 5 representa graficamente a evolução dos componentes de textura.

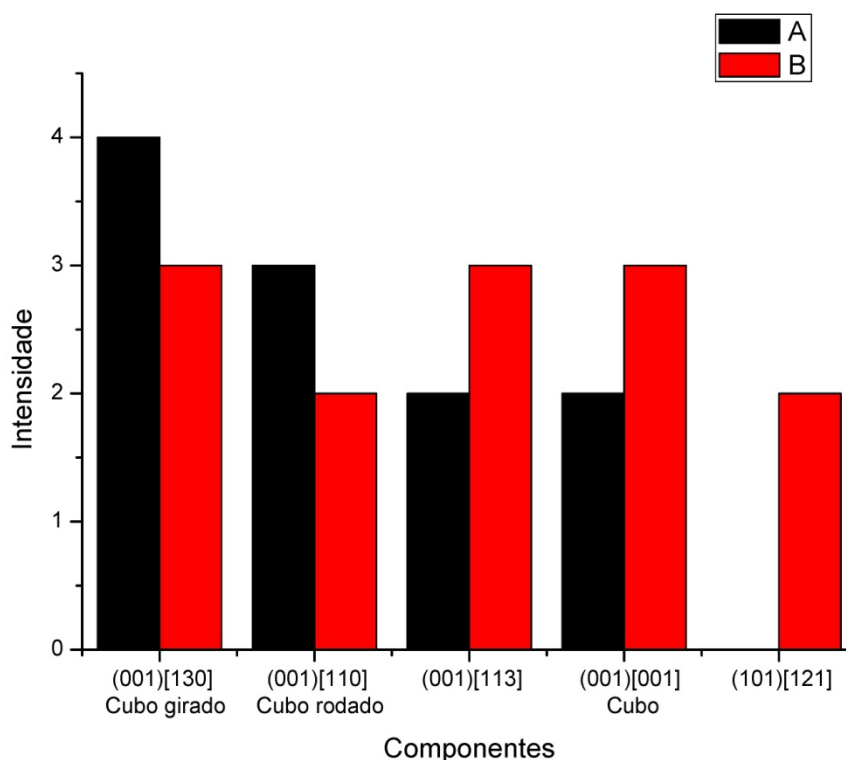


Figura 5. Evolução das componentes de textura para as amostras A (sem injeção de amônia) e B (com injeção de amônia)

Para os aços siliciosos de grão orientado, a orientação dominante após a recristalização primária se encontra próximo de $\{111\}\langle 112 \rangle$, pertencente à fibra γ . Nesse caso, a nitretação promoveu o fortalecimento da textura (001)[113] que está próxima a fibra γ , sendo, portanto, benéfica ao aço GO.

5 CONCLUSÃO

De acordo com o estudo realizado pode-se concluir que a realização de um tratamento de nitretação com injeção de 0,30 Nm³/h de amônia influencia na textura de recristalização primária de um aço elétrico GO. Além disso, a avançada técnica de microscopia eletrônica utilizada, assim como o método de preparação

de amostras por extração de réplicas, se mostrou eficaz para identificar e caracterizar os precipitados. Foi possível confirmar a presença de nitretos, do tipo (Al,Si,Mn)N, no aço GO após receber o tratamento de nitretação. Entende-se, então, que o acréscimo de nitrogênio durante a recristalização primária pode levar à formação de eficientes inibidores de grão além de interferir na textura, fatores que podem aumentar as chances de alcançar boas propriedades magnéticas após o recozimento final.

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES pela bolsa de mestrado da autora Marcellly Quintão Oliveira e pela bolsa de doutorado da autora Bruna Madeira Araújo da Cruz. Os autores agradecem, também, aos colegas Flávio Tommasini Vieira Ramos e Rodolfo da Silva Teixeira, pós-doutorando e doutorando, respectivamente, do Instituto Militar de Engenharia, que muito contribuíram para a elaboração deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- 1 LANDGRAF, Fernando José Gomes. Propriedades Magnéticas de Aços para fins Elétricos. 2001. In: BOTT, Ivani; RIOS, Paulo; PARANHOS, Ronaldo (Org.). **Aços: perspectivas para os próximos 10 anos**. 1 ed. Rio de Janeiro, 2002, p. 109-128.
- 2 XIA, Z. et al. Developments in the Production of Grain-Oriented Electrical Steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 2008.
- 3 LEE et al., US Patent 6451128, 2002.
- 4 LIAO, Chun-Chih; HOU, Chun-Kan. Effect of nitriding time on secondary recrystallization behaviors and magnetic properties of grain-oriented electrical steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 2009.
- 5 BERNIER, Nicolas. et al. Structure analysis of aluminium silicon manganese nitride precipitates formed in grain-oriented electrical steels. **Materials Characterization**, 2013.