



INFLUÊNCIA DO ENVELHECIMENTO ENTRE PASSES NA TEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO PRIMÁRIA DE UM AÇO SÍLICIO HGO 3%Si¹

Priscila Soares de Miranda² Luiz Paulo Mendonça Brandão³ Marco Antônio da Cunha⁴

Resumo

Este artigo mostra a evolução da textura cristalográfica de um aço elétrico de grão orientado de alta permeabilidade magnética submetido a diferentes ciclos de descarbonetação. Os ciclos foram interrompidos em várias temperaturas, entre 547°C e 830°C, com intervalos de aproximadamente 20°C. O objetivo da interrupção dos ciclos é analisar a textura cristalográfica formada ao longo do recozimento de descarbonetação. Os resultados mostram que a orientação {111}<112>, esperada para estes materiais, somente aparece no material depois de recristalizado e primeiramente em amostras com envelhecimento. Na amostra submetida ao ciclo completo de descarbonetação é visível o efeito do envelhecimento na conservação da componente $(\overline{113})[\overline{110}]$. Em nenhuma das duas condições, sem e com envelhecimento, não foi visível a textura Goss por difração de raios X.

Palavras-chave: Textura cristalográfica; Aço silício; Envelhecimento entre passes; Recristalização primária.

INFLUENCE OF THE INTER-PASS AGING ON PRIMARY RECRYSTALLIZATION TEXTURE IN THE SILICON STEEL HGO 3%Si

Abstract

This paper shows the texture evolution of a high magnetic permeability grain-oriented electrical steel subjected to different cycles of decarburization. The cycles were interrupted at several temperatures of 547°C to 830°C, at intervals of about 20°C. The purpose of the interruption of the cycles is to analyze the crystallographic texture formed during the decarburization annealing. The results show that the orientation {111}<112>, expected for these materials, only appears in the fully recrystallized material and firstly in aged samples. In the samples submitted to full decarburization cycle the conservation of the component $(\overline{1}13)[\overline{110}]$ is visible, which can be explained as an aging effect. In neither of the conditions with and without aging, Goss component was visible by X-ray diffraction.

Key words: Crystallographic texture; Silicon steel; Inter-pass aging; Primary recrystallization.

¹ Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Mestranda, Instituto Militar de Engenharia (IME), Brasil.

³ Professor, Doutor, Instituto Militar de Engenharia (IME), Brasil.

⁴ Professor, PhD, Unileste-MG, Brasil.



1 INTRODUÇÃO

A crescente demanda por materiais de alta permeabilidade magnética, com baixas perdas e baixo custo, tem levado empresas siderúrgicas de aços elétricos a procurarem novos processos e estudar os fenômenos que ocorrem durante os processos convencionais.

Os aços elétricos de grão orientado (GO) são largamente utilizados em transformadores da rede de distribuição de energia elétrica, em que o fator crítico é a perda de potência na magnetização cíclica. O teor típico de silício nesses aços é de aproximadamente 3%. O silício aumenta a resistividade elétrica, porém em altos teores torna tais ligas mais frágeis, diminuindo a trabalhabilidade a frio.⁽¹⁾

Para estudar o processo de fabricação do aço elétrico de grão orientado é fundamental analisar sua textura cristalográfica. A presença do componente de textura (110)[001] (chamado de componente Goss) impacta significativamente no rendimento dos transformadores de transmissão de energia elétrica, pois proporciona uma grande amplificação do campo magnético desses materiais. Quanto maior a fração volumétrica de grãos com orientação Goss, em que a direção [001] é alinhada à direção do campo magnético, maior a permeabilidade e menores as perdas magnéticas.⁽²⁾

O desenvolvimento do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade (HGO) proporcionou uma substancial redução das perdas de energia elétrica, já que ele é processado de maneira a ter uma forte componente de textura Goss, com grãos fortemente alinhados à direção [001], de mais fácil magnetização. Nestes, o desvio máximo dos grãos da direção [001] é de aproximadamente 3°. Esse grande alinhamento é alcançado com apenas uma etapa de laminação a frio e com a adição de nitreto de alumínio (AIN), juntamente com sulfeto de manganês, que ancoram os contornos de grãos da matriz recristalizada.⁽³⁾

O aço silício de alta permeabilidade magnética, além da complexidade da sua metalurgia, tem um processo altamente encadeado tornando cada etapa deste processo estritamente relevante para obtenção do produto final. Este processo é extenso e dividido em várias etapas: laminação a quente; aquecimento das placas; laminação a frio, recozimento de descarbonetação e recozimento em caixa. A laminação a quente é utilizada com o intuito de diminuir expressivamente a espessura, geralmente a espessura final é de 2,3 mm. Em seguida, o material é submetido a um recozimento com o objetivo de produzir os precipitados utilizados na ancoragem dos contornos e inibição do crescimento de grão da matriz primária. A laminação a frio deste processo se difere da convencional pelo fato de aplicar uma forte redução da espessura em uma etapa única.⁽⁴⁾ A descarbonetação é a etapa subseqüente à laminação a frio. Esta, almeja retirar o carbono do aço, antes essencial para dissolver os precipitados de AIN e MnS, pois dependendo da concentração de carbono no produto final pode ocorrer a precipitação de carbonetos que causam o envelhecimento magnético.⁽⁵⁾ A chapa de aço é então revestida com magnésia e posteriormente submetida a um recozimento final em forno tipo caixa a uma temperatura aproximada de 1.200°C. Esta etapa final é caracterizada por desenvolver a orientação preferencial Goss, remover impurezas e inclusões. Os inibidores de crescimento de grão são dissolvidos e absorvidos pelo filme de vidro formado na superfície pela ação da magnésia.⁽⁵⁾

A formação de textura durante a laminação dos metais cúbicos de corpo centrado (CCC) é extensivamente estudada devido ao grande interesse tecnológico do mercado siderúrgico. Em geral, os metais CCC apresentam uma orientação



preferencial na forma de fibras, sendo as fibras mais comuns: DL {hkl}<110> e DN ${111}<uvv>$.

Durante a deformação a frio grande parte da orientação Goss é perdida, pois os grãos com esta orientação sofrem uma rotação de 35º em torno da direção <110>, que é paralela a direção transversal, originando o componente {111}<112>.⁽⁶⁾

A textura de deformação é o substrato para textura de recristalização, podendo ser modificada, reforçada ou se tornar aleatória com o processo de recristalização. O reforço, a ausência e a mudança de textura dependem fortemente dos sítios de nucleação e da mobilidade dos contornos.⁽⁷⁾

Hutchinson⁽⁸⁾ apresenta esquematicamente o progresso da nucleação de novos grãos considerando a energia armazenada na deformação. A textura final pode ser dominada por núcleos que se formam rapidamente e em maior quantidade. A componente {111} e orientações aleatórias juntamente com uma pequena componente {110}, podem ser esperadas como sendo a textura final.

Haratani e colaboradores,⁽⁹⁾ utilizando monocristal (111)[112] e amostras retiradas do processo de fabricação de aço silício, avaliaram o efeito das bandas de cisalhamento na formação da textura Goss. Os autores concluíram que a existência de uma granulação grosseira abaixo da superfície da chapa antes da laminação é necessária pra o sucesso do desenvolvimento da textura Goss em um aço HGO, pois as bandas de cisalhamento são formadas nesses grãos durante a laminação a frio, e estas bandas são preferenciais para a nucleação de grãos Goss durante a recristalização primária. Estes autores,⁽⁹⁾ avaliaram o efeito do envelhecimento entre passes na laminação a frio de monocristais com orientação (111)[112] e observaram que esse envelhecimento estimulava a formação de bandas de cisalhamento. Com isso, espera-se que envelhecimento entre os passes da laminação a frio aumente a fração volumétrica de grãos com orientação (110)[001] na recristalização primária, pois estes grãos são potenciais núcleos para o desenvolvimento da forte textura Goss na recristalização secundária.

Este trabalho tem como objetivo estudar a evolução da textura cristalográfica em ciclos interrompidos do recozimento de descarbonetação de um aço de alta permeabilidade (HGO) com 3% de Si, produzido pela empresa APERAM, bem como a influência do tratamento de envelhecimento entre passes na textura de recristalização primária.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho, utilizaram-se amostras de um aço silício de alta permeabilidade magnética de um lote industrial com composição descrita na Tabela 1.

С	Mn	Si	Al	N	Sn	S	Cu
0,0740	0,0596	3,1041	0,0243	0,0075	0,0823	0,0230	0,1081

As amostras foram retiradas de bobinas após laminação a quente, com espessura de 2,3 mm. Parte do material foi laminado a frio sob um tratamento de envelhecimento entre os passes da laminação, este tratamento foi realizado em um forno mufla, tipo túnel do fabricante EDG, sob uma temperatura de 250°C por 10 minutos nos passes de redução de 57%, 70% e 78%, respectivamente.

As amostras procedentes da laminação a frio foram direcionadas para o processo de descarbonetação. Esta etapa foi realizada em um forno estacionário tubular



Analógica AN1468, a uma temperatura de 850° C, em atmosfera de 50% de H₂ e 50% de N₂ e um ponto de orvalho de 60° C.

As amostras foram inseridas em duplicatas (uma amostra com envelhecimento e outra sem) e submetidas a diferentes ciclos de descarbonetação. Estes ciclos foram interrompidos em várias temperaturas, entre 547°C e 830°C, com intervalos de aproximadamente 20 °C. Quando o material atingiu uma temperatura próxima a do forno, a interrupção foi feita a partir do tempo de encharque, a cada 50 segundos. A rigor, o ciclo completo de descarbonetação foi realizado à uma temperatura de 830°C sob um tempo de encharque de 200 s.

As amostras foram selecionadas para o ensaio textura de acordo com imagens de microscopia ótica, em que foram identificadas em quais condições iniciaram e completaram a recristalização e a descarbonetação.

A caracterização das amostras foi realizada em um difratômetro de raios X PANalytical X'Pert Pro MRD. Os dados foram coletados utilizando uma geometria de feixe paralelo (foco pontual), radiação com tubo de Cobalto (λ = 1,79 A) e filtro de ferro. A voltagem e a corrente utilizada para emissão de raios X foram, respectivamente, 45 kV e 40 mA. Foram medidas três figuras de polo para caçulo da função distribuição de orientação cristalina (FDOC). Para calcular a FDOC foi utilizado o programa popLA, usando-se o pacote de ajuste por harmônicos esféricos. Normalmente, utilizam-se ábacos da FDOC, que esboça os planos e direções no espaço de Euler, a fim de facilitar o entendimento dos resultados (Figura 1).



Figura 1. Ábaco $\varphi_2 = 45^{\circ}$ para interpretar a função distribuição em notação de Roe. A preparação das amostras para análise de textura seguiu a seguinte rotina: corte de área de 30 x 30 mm; lixamento superficial em granulometrias de 300, 400 e 600 Mesh e por ultimo utilizou-se um polimento químico em uma solução de 5% de HF e 95% de H₂O₂ por 10 segundos.⁽¹⁰⁾

3 RESULTADOS

Através de imagens, obtidas por microscopia ótica, foi possível visualizar em quais condições (temperatura e tempo) o material estava recristalizado e descarbonetado e assim selecionar as amostras, nas condições mais favoráveis, para análise de textura. Os resultados apresentados a seguir mostram primeiramente a imagem por microscopia ótica das amostras mais relevantes ao estudo de evolução da textura de um aço HGO analisadas por difração de raios X.

As orientações mais intensas no material deformado estão mostradas na Figura 2. A componente $(\overline{2}23)[\overline{11}0]$ é a mais intensa no material deformado, esta orientação está a aproximadamente a 8° da orientação $(\overline{1}12)[\overline{11}0]$, que pertence a fibra α .







Figura 2. Intensidade das orientações presentes no material deformado.

O envelhecimento entre passe não casou mudança significativa na textura do material deformado, apenas espalhou levemente a fibra γ , como pode ser observado nas FDOC's da Figura 3.



Figura 3. Função distribuição de um aço HGO laminado a frio com redução de 88%. (a) amostra sem envelhecimentos e (b) amostra com envelhecimento após deformação. Ambos visualizados na seção $\varphi_2 = 45^\circ$, notação de Roe.

Os principais componentes da textura no material no inicio da recristalização estão apontados na figura 4. Vê-se que houve formação da orientação $(\overline{1}13)[\overline{11}0]$, que é a de maior intensidade e está localizada a aproximadamente 10° da orientação $(\overline{1}12)[\overline{11}0]$. As orientações cubo rodado e $(\overline{2}23)[\overline{11}0]$ perdem a intensidade em relação ao material deformado.A textura da amostra com envelhecimento é a mesma da sem o tratamento, em intensidade e orientação.







Figura 4. Intensidade das orientações presentes no inicio da recristalização.

O material sem envelhecimento recristalizou a 640°C, já o com envelhecimento recristalizou a 660°C (Figura 5).



Figura 5. Microestrutura de um aço HGO recristalizado, porem não descarbonetado.

A Figura 6 mostra que as componentes $(\overline{2}23)[\overline{3}62]$, $(001)[\overline{13}0]$, $(\overline{2}21)[\overline{11}0]$ e $(\overline{1}11)[\overline{1}12]$, apareceram nas amostras recristalizadas. Sendo que, a orientação $(\overline{1}11)[\overline{1}12]$,que é uma textura típica de recristalização de uma aço elétrico de grão orientado, apenas surgiu no material recristalizado com envelhecimento. As orientações $(\overline{1}13)[\overline{11}0]$, $(\overline{2}23)[\overline{11}0]$ e cubo rodado, diminuíram suas intensidades em relação as amostras do inicio da recristalização (Figura 6).



Figura 6. Intensidade das orientações presentes no recristalizado.



Em 820°C, o material apresenta-se visualmente descarbonetado. A textura é estabilizada e a componente $(\overline{1}11)[\overline{1}12]$ se torna mais intensa em relação ao material apenas recristalizado (Figura 7). A amostra com envelhecimento possui orientações com intensidades menores que a amostra sem tratamento. Observa-se ainda a ausência da orientação cubo rodado.



Figura 7. Intensidade das orientações presentes no material descarbonetado.

A Figura 8 apresenta duas imagens de microscopia ótica de amostras sem interrupção do ciclo de descarbonetação, ou seja, do ciclo completo. Estas amostras apresentaram textura bem semelhante a do material descarbonetado. Sendo que sendo que a componente $(\overline{113})[\overline{110}]$ permanece apenas no material envelhecido (Figura 9).

O envelhecimento promoveu a dispersão da fibra γ no material submetido ao ciclo completo como pode ser visualizado na Figura 10.



(a) sem envelhecimento

(b) com envelhecimento

Figura 8. Microestrutura de um aço HGO submetido a um ciclo completo de descabonetação – 830°C por 200 segundos.



ISSN 1516-392X



Figura 9. Intensidade das orientações presentes no material percorrido pelo ciclo completo de recozimento.



Figura 10. Função distribuição de orientação (FDO) um aço HGO recozido a 830° C por 200 segundos. (a) amostra sem envelhecimentos e (b) amostra com envelhecimento após deformação. Ambos visualizados na seção $\varphi_2 = 45^{\circ}$, notação de Roe.

4 DISCUSSÃO

4.1 Material Deformado

No estado deformado, as orientações $(\overline{2}23)[\overline{11}0] e (\overline{1}11)[0\overline{1}1]$ são pertencentes as fibras $\alpha e \gamma$, respectivamente. Como já discutido, estas fibras são típicas da textura de deformação dos materiais CCC. Logo as orientações mostradas na Figura 3 estão em concordância com a literatura. O envelhecimento proporcionou uma dispersão tanto da fibra γ , quanto da fibra α (figura 3). Isto é um indicativo que este tratamento provocou alterações na microestrutura do material possibilitando uma pequena mudança dos sistemas de deslizamentos devido à interação das discordâncias com os átomos intersticiais de carbono e nitrogênio que foram redistribuídos com envelhecimento.

A textura no inicio da recristalização não é muito diferente da textura do material deformado a não ser pela presença da orientação $(\overline{1}13)[\overline{110}]$ e o desaparecimento da componente $(\overline{1}11)[0\overline{1}1]$, causando um espalhamento da fibra γ , pois ambas as orientações são componentes desta fibra. A orientação $(\overline{1}11)[\overline{1}12]$,que é uma textura típica de recristalização de uma aço elétrico de grão orientado, só surgiu no material recristalizado com envelhecimento. Isto é um indicativo de que o envelhecimento entre passes proporcionou uma alteração da microestrutura do material deformado e conseqüentemente dos sítios de nucleação.





A presença das componentes $(001)[\overline{130}], (\overline{223})[\overline{362}], (\overline{221})[\overline{110}] e (\overline{111})[\overline{112}]$ no material completamente recristalizado, pode ser explicada pela diferença de energia armazenada na deformação pelos grãos devido a orientação, que varia de acordo com a seguinte relação : $E_{110} > E_{111} > E_{112} > E_{100}$.⁽¹⁾ O surgimento da componente de textura ($\overline{223}$)[$\overline{362}$] pode ser explicado pela rotação de 25°, de grãos com orientação ($\overline{223}$)[$\overline{110}$], em torno da direção [$\overline{110}$]. As componentes ($\overline{111}$)[$\overline{112}$] e ($\overline{223}$)[$\overline{362}$], só apareceram no material com envelhecimento, o que pode ser explicado pelo tempo necessário para que essas orientações apareçam, já que o material envelhecido recristalizou a aproximadamente 6 segundos depois do material sem envelhecimento.

As orientações $(001)[\overline{13}0], (\overline{2}21)[\overline{11}0]$ e cubo rodado, desapareceram após a descarbonetação. Esse fenômeno pode ser atribuído ao crescimento preferencial dos grãos com orientações $(\overline{2}23)[\overline{3}62], (\overline{1}11)[\overline{1}12]$ e $(\overline{1}13)[\overline{11}0]$ em detrimento aos grãos com orientação $(001)[\overline{13}0], (\overline{2}21)[\overline{11}0]$ e cubo rodado. O envelhecimento praticamente não interfere na formação de textura nesta etapa do recozimento.

Nos instantes iniciais do tempo de encharque (830°C a 0 segundos) do recozimento, a orientação $(\overline{1}13)[\overline{110}]$ se torna ausente no material sem envelhecimento. Isto é um indicativo de que o envelhecimento entre passes influenciou na formação de textura de recristalização primária, que pode ser explicado pela interação dos átomos de carbono e nitrogênio com as discordância causando uma alteração nas rotações da rede cristalina. As outras orientações presentes nesta etapa foram praticamente mantidas, mesmo após 288 segundos. Conforme Samajdar e colaboradores,⁽⁹⁾ pode ser verificado que a fibra γ é fortalecida ao longo do processo de recozimento em detrimento da fibra α .

Os gráficos das Figuras 11, 12 e 13 mostram a evolução dos componentes de textura cubo rodado, {111}<112> e $(\overline{1}13)[\overline{110}]$, respectivamente. Nelas nota-se que a orientação {111}<112> aumentou durante a evolução do processo de recozimento a partir do material no estado deformado. O componente $(\overline{1}13)[\overline{110}]$ também se desenvolveu de forma similar aumentando com a evolução da recristalização. O componente cubo rodado evoluiu de forma diferente dos anteriores, pois desapareceu ao longo do processo.

Ao longo do recozimento não foi constatado a presença da orientação Goss, que é essencial para formação da textura final de um aço elétrico HGO. A rigor a fração volumétrica dessa orientação é muito pequena, aproximadamente de 1%, para ser detectada pela análise de difração de raios X.



Figura 11. Evolução da orientação cubo rodado, {001}<110>, ao longo do recozimento.



ISSN 1516-392X







Figura 13. Evolução da componente $(\overline{1}13)[\overline{11}0]$ ao longo da formação da textura de recristalização primária.

5 CONCLUSÕES

- As orientações cubo rodado, (223)[110] e (111)[011], presentes no material deformado estão condizentes com a literatura.
- a componente (113)[110], que surge nos instantes iniciais da interrupção do ciclo, permanece praticamente constante ao longo do recozimento. Exceto para as amostras sem envelhecimento.
- o tratamento de envelhecimento influenciou diretamente na evolução da componente $(\overline{1}13)[\overline{11}0]$ tornando-a constante ao longo do tempo de encharque.
- a orientação (111)[112] surgiu primeiramente no material recristalizado com envelhecimento.
- a fibra γ foi fortalecida ao longo do processo de descarbonetação.
- as fibras $\gamma \in \alpha$ foram mais espalhadas para amostras envelhecidas.
- o envelhecimento entre passes da laminação a frio influenciou significadamente na evolução da textura de recristalização primária de um aço HGO.





Agradecimentos

Os autores agradecem à Aperam e ao IME pelo apoio de laboratório e financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. Recrystallization and Related Annealing Phenomena. Oxford, UK: Elsevier, 2004.
- 2 ENGLER, Olaf; RANDLE, Valerie. Introduction to texture analysis: Macrotexture, microtexture and orientation mapping. Boca Raton, FL, EUA: CRC Press, 2010.
- 3 SAKAI, T.; MATSUO, M.; TANINO, M.; SHINDO, T.; SHIOZAKI, M. Secondary Recrystallization Process of High Permeability Grain Oriented Silicon Steel. In: ICOTOM 6,v.2, p.938-947. Out. 1981.
- 4 XIA, Z.; KANG, Y.; WANG, Q. Developments in the production of grain-oriented electrical steel. In: Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v.320, p3229 3233. Jul.2008.
- 5 MATSUO, M. Texture Control in the production of grain oriented silicon steels. In: ISIJ International, v.29, p. 809-827. 1989
- 6 DORNER, D.; ZAEFFERER, S.; RAABE, D. Retention of Goss orientation between microbands during cold rolling of an Fe3%Si single crystal. In: Acta Materialia, v.55, p.2519-2530. 2007.
- 7 LIMA, Nelson B.; LIMA, Liana M.G.;PADILHA, Ângelo F. Textura de recristalização. In: WORKSHOP SOBRE TEXTURA E RELAÇÕES DE ORIENTAÇÃO: Deformação plástica, recristalização, crescimento de grão. São Paulo: EPUSP, 2001. 18 p.
- 8 HUTCHINSON, W. B. Development and control of annealing textures in low-carbon steels. In: International Metals Reviews, v.29, p.25-42. 1984.
- 9 HARATANI, T.; HUTCHINSON, W. D.; DILLAMORE, I. L.; BATE, P. Contribution of shear banding to origin of Goss texture in silicon steel. In: Metal Science, v.18, p.57-65. Feb. 1984.
- 10 DAVIES, G.J.; GOODWILL, D.J.; KALLEND, J. S. Charts for analysing crystallite distribution function plots for cubic materials. In: J. Appl. Cryst., v.4, p.67-69.1971.