

DETERMINAÇÃO EXPERIMENTAL DA FAIXA DE TEMPERATURA DE TRANSFORMAÇÃO DE FASE EM UM AÇO ELÉTRICO DE GRÃO ORIENTADO*

*José Rogério de Oliveira Junior¹
Sebastião da Costa Paolinelli²
Marco Antônio Cunha³
Débora Moreira Rocha⁴*

Resumo

Neste trabalho foi determinada a faixa de temperatura de austenitização (Ac1) do aço elétrico de grão orientado de alta permeabilidade. Com base na temperatura de início de formação da austenita prevista pelo software Thermo-Calc, amostras provenientes da laminação de tiras a quente (LTQ), com espessura de 2,3mm, microestrutura, composição química e dureza conhecidas foram tratadas por 10 minutos em um forno estacionário em temperaturas variadas de 700 até 900°C e resfriadas rapidamente em água à temperatura ambiente. As amostras foram ensaiadas no durômetro, avaliado o teor de carbono e realizada análise metalográfica antes e após o tratamento térmico. Nos tratamentos térmicos realizados em temperaturas iguais ou superiores a 800°C, percebeu-se uma alteração na inclinação da curva temperatura *versus* tempo próximo de 780°C, durante o aquecimento, podendo presumir que nesse ponto houve a transformação de fase. Na metalografia foi observada que a amostra tratada a 700°C apresentou esferoidização dos carbonetos e em 740 e 770°C houve coalescimento de carbonetos, preferencialmente nos contornos de grão. Nas temperaturas a partir de 800°C, a microestrutura era composta de uma matriz ferrítica com placas de martensita. Utilizando o método de contagem de pontos para análise quantitativa foi possível perceber o aumento da fração da martensita com o aumento da temperatura. Embora tenha se observado uma descarbonetação em todas as amostras recozidas, para os tratamentos térmicos realizados em temperaturas a partir de 800°C, a fração de martensita formada compensou o efeito da descarbonetação, promovendo um leve aumento na dureza. Os resultados experimentais, portanto, confirmaram que a transformação de fase ocorreu entre 770 e 800°C conforme previsto pelo software.

Palavras-chave: Temperatura de transformação; Diagrama de Fases; Aço Elétrico; Metalografia quantitativa.

DETERMINATION OF PHASE TRANSFORMATION TEMPERATURE IN ORIENTED GRAIN ELECTRIC STEEL

Abstract

In this work, the austenitization temperature range (Ac1) of the high permeability grain oriented silicon steel was determined. Based on the Ac1 temperature determined by Thermo-Calc software, hot rolled samples with 2.3mm thickness, with known microstructure, chemical composition and hardness were treated for 10 minutes in a stationary furnace at temperatures ranging from 700 to 900°C and rapidly cooled in the water at room temperature. It was determined the hardness of the samples, evaluated the carbon content and the metallographic analysis before and after the heat treatment. In heat treatments performed in the temperatures equal or above 800°C, a change in the slope of the heating curve near 780°C was observed,

presumably due a phase transformation. In the metallographic analysis it was observed that the sample treated at 700°C presented spheroidization of the carbides; at 740 and 770°C, the coalescence of carbides preferentially in the grain boundaries. In temperatures above 800°C it was observed ferritic matrix with martensite plates. Using the point counting technique for quantitative analysis, it was observed that the martensite fraction increases with the increase of the temperature. Although it was observed some decarburization in all the annealed samples, the increase of the martensite fraction have compensated the effect of decarburization for the treatments performed above 800°C, leading to an slight increase on the hardness. Therefore, the experimental results confirmed that the phase transformation occurred between 770 and 800°C, as predicted by the software.

Keywords: Transformation temperature; Phases diagram; Electrical Steel; Quantitative metallography.

- ¹ *Pesquisador, MSc., Aperam South America, Timóteo, MG, Brasil.*
- ² *Pesquisador, Dr., Aperam South America, Timóteo, MG, Brasil.*
- ³ *Consultor, PhD., Cunha Consultoria, Timóteo, MG, Brasil.*
- ⁴ *Engenheira Metalurgista, Timóteo, Minas Gerais, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

Os aços siliciosos são materiais empregados em núcleos de máquinas elétricas tais como motores e transformadores^(1,2). O aço silício de grão orientado (GO) apresenta excelentes propriedades magnéticas na direção de laminação devido a uma forte orientação preferencial, denominada orientação de Goss(110)[001]^(1,2). Essa textura favorável é desenvolvida devido ao crescimento anormal de grãos (recristalização secundária) e o desvio de orientação final dessa textura define o aço GO em dois tipos: regular e de alta permeabilidade⁽³⁾. A principal diferença está no desvio médio da orientação ideal de Goss, que foi melhorada de 7° para 3° nos aços de alta permeabilidade, favorecendo assim o aumento da indução magnética (B8) nessa classe de materiais^(1,2,3,4).

Almejando produzirem aços silício com menores perdas magnéticas, alguns autores^(2,3,5) têm estudado a influência do recozimento inicial sobre a microestrutura, buscando entender os fatores associados ao aumento da fração volumétrica de grãos com orientação preferencial de Goss^(6,7).

A microestrutura padrão da bobina laminada a quente (BQ) recozida do aço GO de alta permeabilidade é composta de uma matriz ferrítica com ilhas de perlita e placas de martensita. Mediante a temperatura de recozimento e as taxas de resfriamento praticadas, pode-se alterar as frações de perlita e martensita e essas alterações, por sua vez, podem interferir diretamente nas propriedades magnéticas no material final, logo, também se faz necessário o conhecimento da temperatura de transformação de fase ($\alpha + \text{Fe}_3\text{C} \rightarrow \gamma$).

Com conhecida composição química de um aço é possível determinar a temperatura de início de formação da austenita (Ac1) teórica através do software Thermo-Calc, e por meio do ensaio de dilatométrica determinar o valor experimental. A partir da observação da presença de martensita em uma microestrutura de um aço, após a realização de um tratamento térmico de austenitização seguido de tempera é possível saber de forma indireta que o aço foi austenitizado.

Esse trabalho, portanto, concentrou-se na verificação da faixa de temperatura de transformação de fase do aço GO, de forma indireta, através da avaliação da presença de martensita na microestrutura após um ciclo térmico de aquecimento, encharque e resfriamento rápido em temperaturas abaixo e acima da temperatura de austenitização previstas pelo Thermo-Calc.

2 DESENVOLVIMENTO

2.1 Amostras

Foram selecionadas sete amostras provenientes da laminação de tiras a quente (LTQ), com espessura de 2,3mm, dimensões de 330x110mm e composição química conhecida.

Uma das amostras foi encaminhada para análise metalográfica e determinação do teor de carbono. As outras amostras foram ensaiadas no durômetro antes de serem tratadas termicamente.

2.2 Tratamento Térmico

Na superfície das amostras foram soldados cliques de aço silício (12x10mm) para fixação do termopar. O ciclo térmico foi realizado nas temperaturas de 700, 740, 770, 800, 850 e 900°C por 10 minutos (aquecimento mais encharque) e as amostras foram então resfriadas rapidamente em água à temperatura ambiente.

Este ensaio utilizou o forno estacionário COMBUSTOL, dotado de resistência elétrica. O ensaio foi realizado ao ar e um termopar de contato com cabo de 15m acoplado no registrador de temperatura da YOKOGAWA. Ao lado do forno, estava posicionado um recipiente com água em temperatura ambiente e quantidade suficiente para a completa imersão das amostras.

2.3 Análise de Composição Química

Para análise do teor de carbono foi utilizada uma amostra de 50x50mm. Das sete amostras selecionadas, uma foi analisada antes do tratamento térmico. As demais foram tratadas nas temperaturas determinadas e então foram analisadas.

No laboratório de análise química o teor de C é determinado pelo equipamento LECO CS444 que consiste na fundição da amostra com a injeção de oxigênio e a formação do gás CO₂ é medido em uma célula de detectores infravermelhos (IR).

2.4 Análise das propriedades mecânicas

Antes do tratamento térmico, as sete amostras foram ensaiadas pelo durômetro WOLPERT do laboratório de ensaios mecânicos com penetrador de esfera de aço 1,16mm de diâmetro e 100kgf por 13 segundos em seis regiões aleatórias em cada amostra fornecendo resultados de Dureza Rockell na escala B (HRB).

As amostras foram ensaiadas com a superfície fixada na plataforma do durômetro. Após o tratamento térmico, as seis amostras tratadas foram novamente ensaiadas no durômetro WOLPERT utilizando o mesmo procedimento.

2.5 Análise Metalográfica

As amostras foram preparadas conforme norma ASTM E3-11 e procedimentos internos da empresa, analisadas na seção transversal a direção de laminação, embutidas em baquelites e atacadas com nital com 5% de concentração.

A identificação das amostras está descrita na tabela 1.

Tabela 1 - Identificação das amostras

Am1	Am4	Am5	Am6	Am7	Am8	Am9
Sem tratamento térmico	700°C	740°C	770°C	800°C	850°C	900°C

Utilizando o microscópio ótico Leica DMLM(MO), foram fotografados 4 campos por amostra. Todas imagens feitas pelo sistema Qview, com ampliações de 50 e 500x.

Com o microscópio eletrônico de varredura fieldemissiongun (MEV-FEG), queproporciona imagens de alta resolução com emissão de elétrons através de um canhão de aplicação de campo elétrico, buscou-se entender os fenômenos que aconteciam na microestrutura em cada temperatura.

Para essa análise os mesmos baquelites foram metalizados com carbono, ataque químico com nital 5%, e avaliadas no MEV-FEG do fabricante FEI de modelo: Quanta FEG 250. Utilizou-se o sistema do equipamento para realizar as fotografias nas ampliações de 4000 e 8000x.

2.5.1 Método de Contagem de Pontos

Com posse das micrografias retiradas pelo MO na ampliação de 500x foi possível utilizar o método de contagem de pontos em todas as sete amostras trabalhadas.

O método Contagem de Pontos descrito por Padilha⁽⁸⁾ e pela ASTM E562 consiste em quantificar a fase desejada através da determinação da fração de área, ou seja, a soma das áreas selecionadas em relação a uma área total de referência.

As micrografias foram analisadas de forma manual com uma matriz quadriculada (15,20 x 15,20mm). A matriz era composta de 10 linhas verticais e 10 horizontais, totalizando 100 nós e cada nó da matriz representava 1% da área total.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Caracterização das amostras de partida

A dureza médiadas amostras antes do tratamento térmico foi de $95,11 \pm 0,82$ HRB. Conforme esperado não houve uma variação significativa entre os valores de dureza nas amostras antes do tratamento térmico, uma vez que todas eram provenientes da mesma bobina, o que demonstra que as amostras partiram de uma mesma condição inicial.

A análise metalográfica da amostra antes do tratamento térmico (Am1) está apresentada na figura 1.

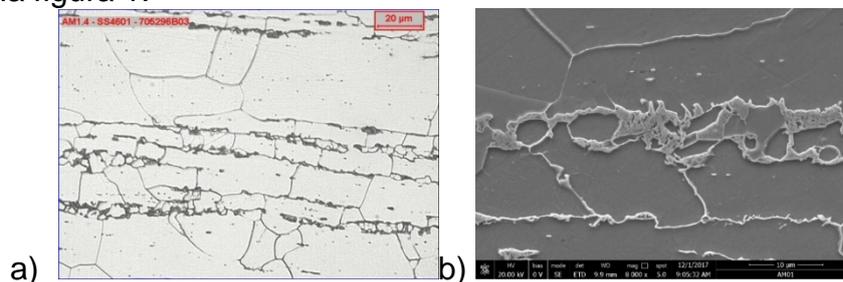


Figura 1 - Microestrutura na condição de partida. a) via MO, 500x b) via MEV-FEG, 8000x ataque nital 5%

Na figura 1a) é possível observar que a microestrutura de partida era constituída de uma matriz ferrítica com ilhas de perlita. Em 1b) podemos perceber as lamelas de ferrita e cementita que constituem a perlita. Ambas as imagens foram feitas da região central da amostra.

3.2 Diagrama de fases

A análise do diagrama de fases obtido pelo Thermo-Calc, mostrou que a formação do campo austenítico (Ac1) ocorre aproximadamente em 780°C , conforme ilustrado pela seta em vermelho na figura 2.

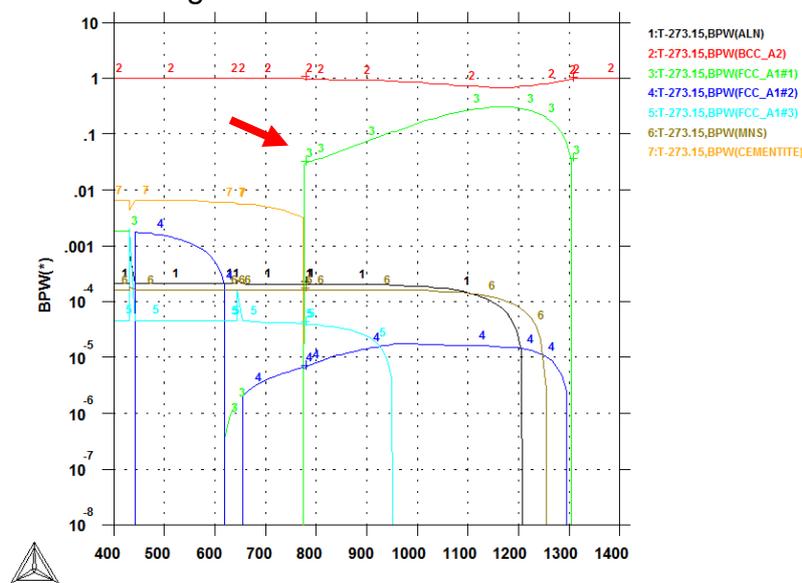


Figura 2 – Diagrama de fases previsto pelo Thermo-Calc

Após o tratamento térmico, os dados fornecidos pelo registrador de temperatura foram plotados em um gráfico para análise, gravados a cada 0,5s, para elaborar a curva de tempo *versus* temperatura conforme apresentada na figura 3.

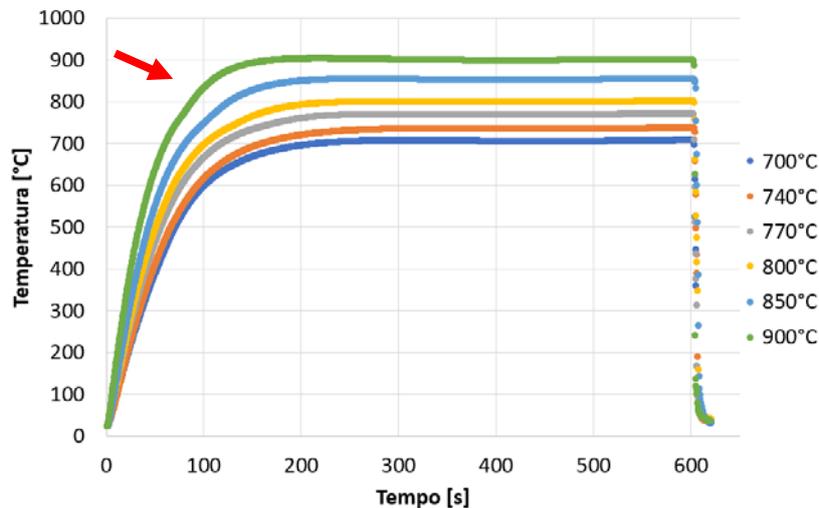


Figura 3 - Curva temperatura versus tempo

Observou-se que para o tratamento térmico realizado em temperaturas iguais ou superiores à 800°C, houve uma alteração na inclinação da curva temperatura *versus* tempo próxima de 780°C durante o aquecimento. Essa alteração não ocorreu nas curvas das amostras tratadas com as temperaturas de 700, 740 e 770°C. Logo, estima-se que nesta temperatura houve uma possível transformação de fase, pois a transformação ferrita (α) + Fe_3C \rightarrow austenita (γ) é endotérmica ocasionando a inflexão na curva.

3.3 Composição Química

Na tabela 2 estão apresentados os resultados da análise de carbono antes e depois do tratamento térmico.

Tabela 2 – Teor de carbono antes e após o tratamento térmico (% em peso)

	Inicial	700°C	740°C	770°C	800°C	850°C	900°C
C	0,0461	0,042	0,0409	0,0387	0,0362	0,0391	0,0376

Conforme observa-se na tabela acima houve uma descarbonetação nos tratamentos térmicos realizados decorrente da atmosfera do forno (ar) e do longo tempo de tratamento térmico adotado (10 minutos).

3.4 Propriedades Mecânicas

Com posse dos resultados de dureza obtidos, foi avaliada a variação da dureza (Δ dureza) em função das temperaturas de tratamento, conforme apresentado na figura 4.

Vários fatores podem ter provocado o amaciamento do material, após o tratamento térmico de recozimento entre as temperaturas de 700 e 850°C, como por exemplo a descarbonetação, recuperação, algum crescimento de grão, esferoidização e mesmo o coalescimento da cementita. Uma vez que a dureza é avaliada superficialmente, o aumento da espessura da camada descarbonetada pode ter influenciado diretamente nos resultados.

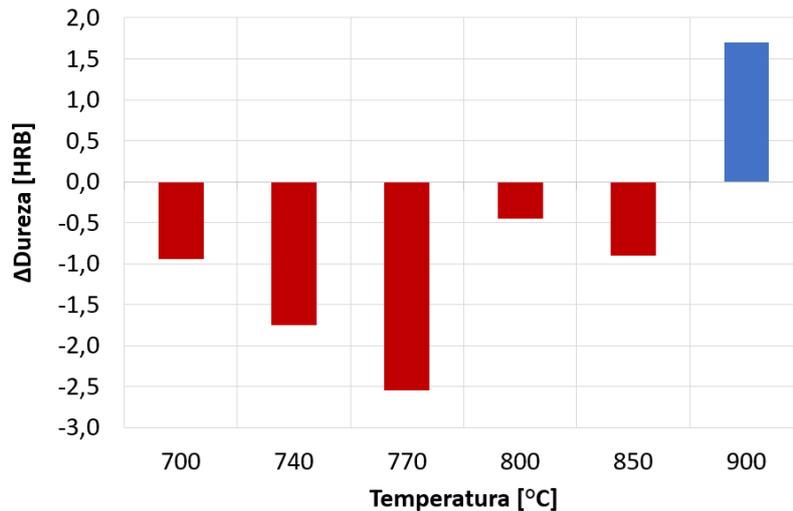


Figura 4 – Δ Dureza

Nas amostras tratadas a 800 e 850°C, a redução de dureza foi inferior comparando-as com as amostras tratadas a 700, 740 e 770°C e em 900°C houve um aumento na dureza, mesmo com a descarbonetação. Presumidamente nessas temperaturas a formação da martensita compensou a redução do teor de carbono.

Com posse dos resultados, foi analisada a previsão da variação dureza em função da temperatura após o tratamento térmico, conforme mostrado na figura 5.

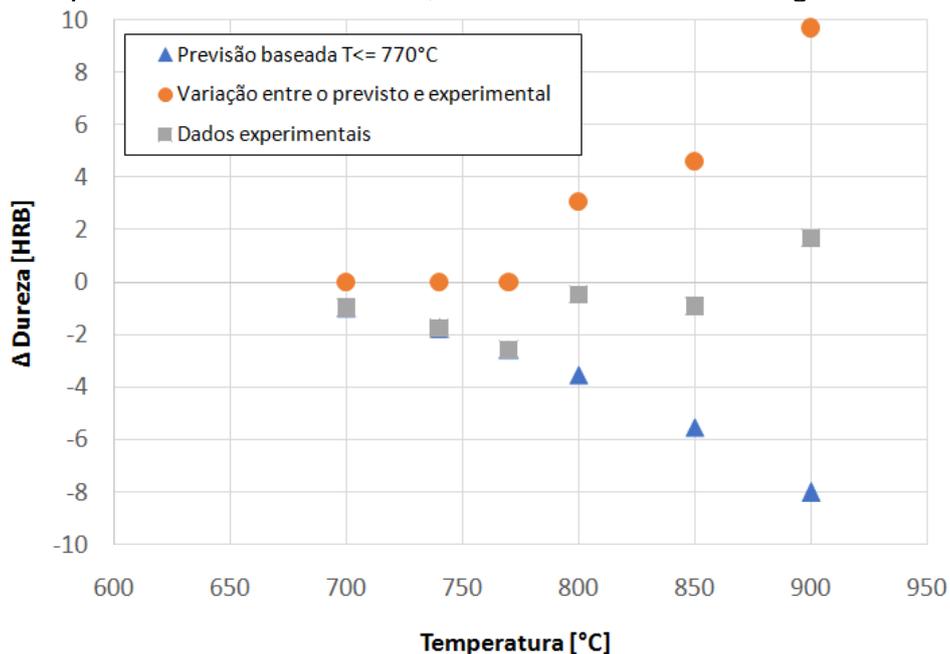


Figura 5 – Δ Dureza x Temperatura

Assumindo que a variação da dureza tenha um comportamento quadrático em relação a temperatura, observamos que a variação da dureza nas amostras tratadas a 800, 850 e 900°C foi bem superior aos valores previstos considerando apenas o teor de carbono das amostras. Portanto, pode-se presumir que o incremento de dureza em relação ao previsto se deu pela formação da martensita.

3.5 Metalografia

Avaliando as micrografias é possível afirmar que de uma maneira geral, o aumento da camada descarbonetada foi proporcional a redução do teor de carbono e ao aumento da temperatura de tratamento térmico conforme observado na figura 6.

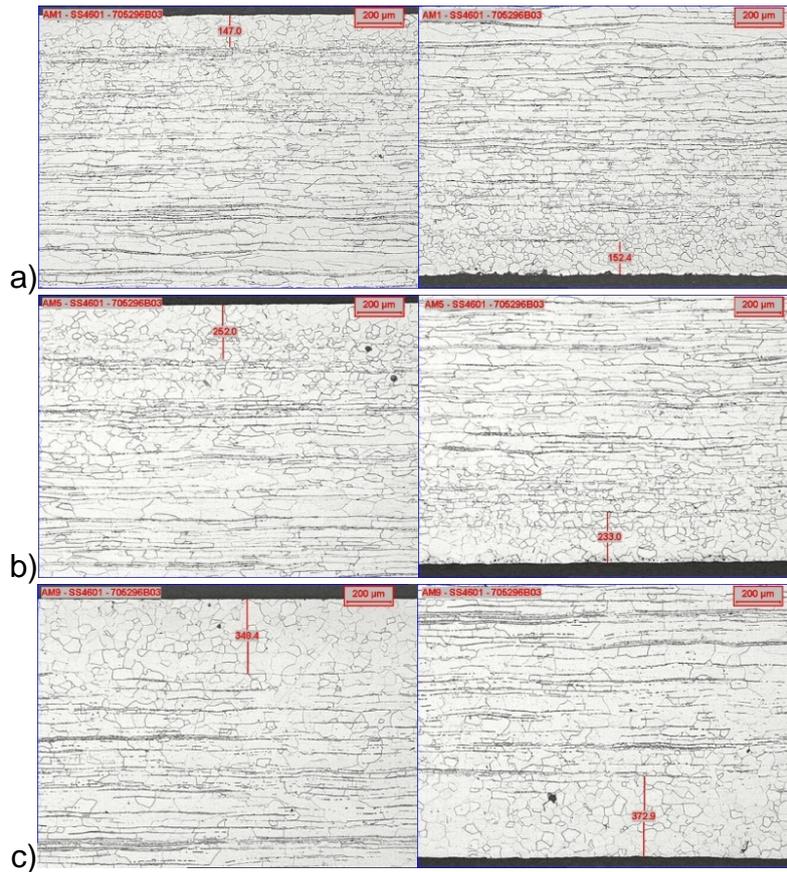


Figura 61 – Espessura da camada descarbonetada, via MO, 50x ataque nital 5% a) amostra sem tratamento térmico b) amostra tratada a 740°C c) amostra tratada a 900°C

Na figura 7 podemos ver algumas imagens via MO das microestruturas das amostras: sem tratamento térmico, 740°C e 900°C.

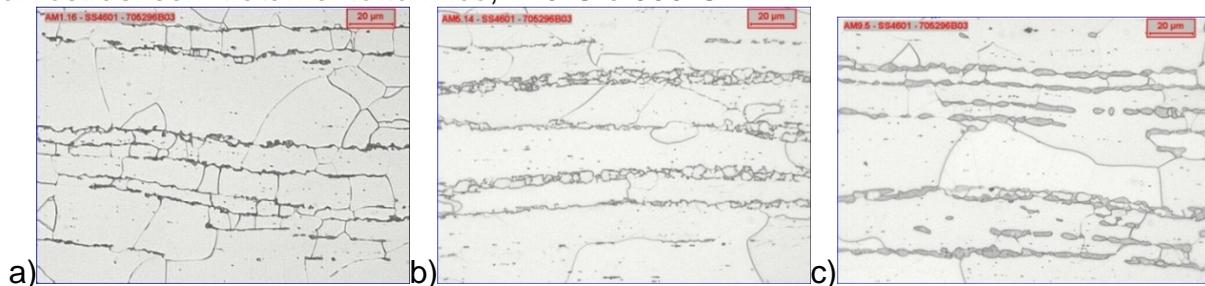


Figura 7 – Micrografia, via MO, 500x ataque nital 5% a) amostra sem tratamento térmico b) amostra tratada a 740°C c) amostra tratada a 900°C

Observou-se que nas áreas analisadas provenientes das amostras tratadas a 700, 740 e 770°C não houve indícios de formação da martensita. Em 800°C, no entanto, observou-se, pelo método de contagem de pontos, que 3,77% da amostra era constituída de martensita. Em 850 e 900°C a quantidade de martensita foi crescente apresentando 4,46% e 6,23% de martensita, respectivamente.

Para certificar-se dos resultados uma nova análise no Thermo-Calc foi realizada com o menor valor de carbono encontrado, afim de verificar qual a fração volumétrica de austenita esperada para cada temperatura. Na figura 8 estão apresentados os resultados, em fração volumétrica, pelo método manual da %martensita e pela análise do Thermo-Calc da %austenita.

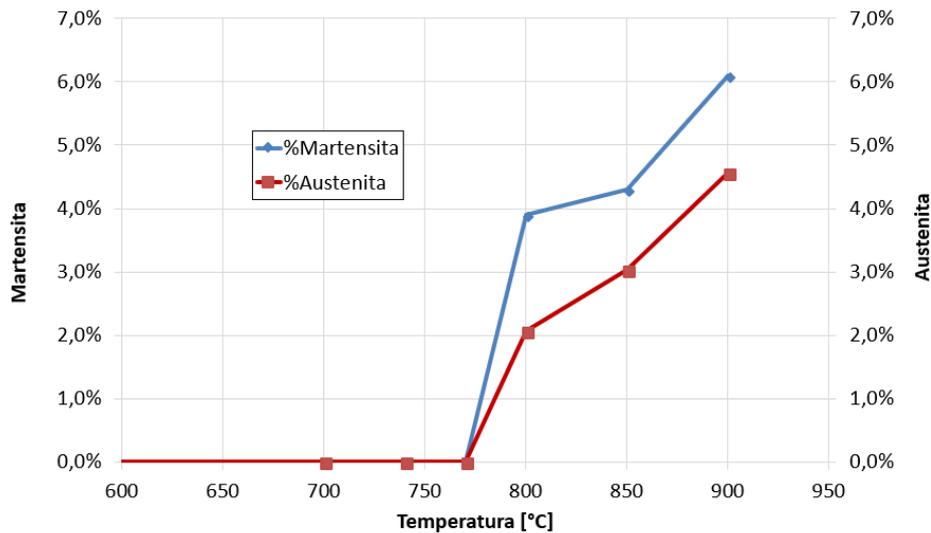
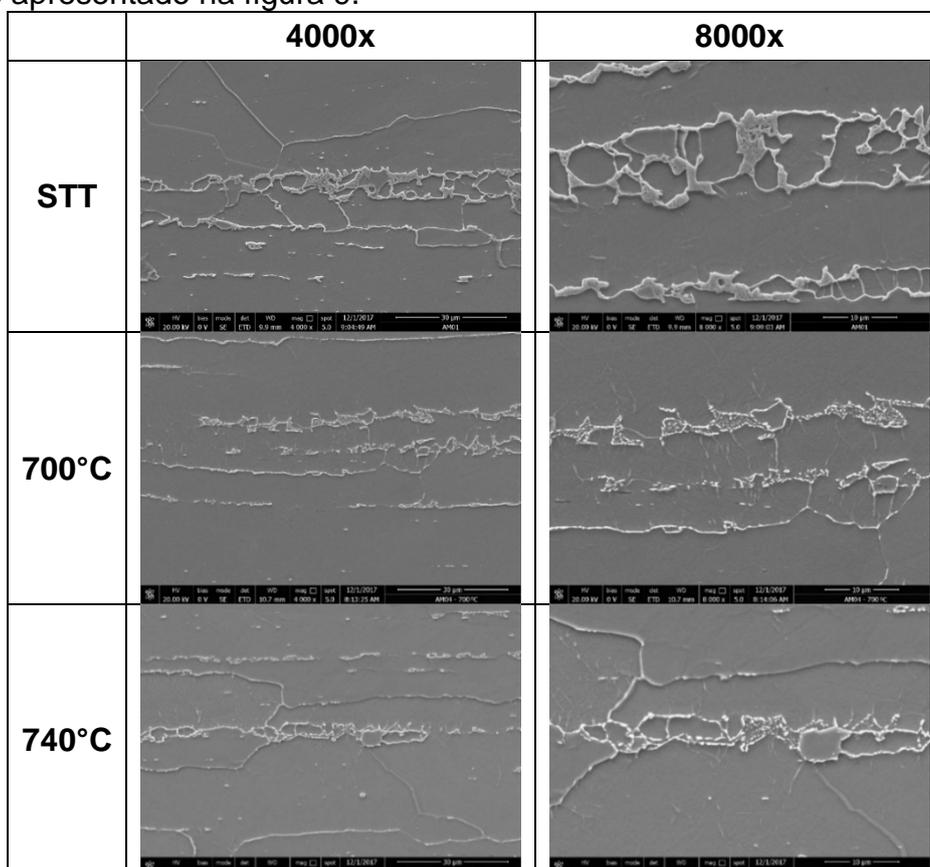


Figura 8 – %Austenita x %Martensita

Podemos perceber que a fração de martensita determinada experimentalmente foi muito próxima da fração de austenita prevista pelo Thermo-Calc, o que valida o cálculo teórico. Baseado no tratamento térmico realizado, toda austenita formada deveria ser transformada em martensita e a diferença observada pode ser atribuída a distribuição do carbono ao longo da amostra, concentrando-se principalmente na região central.

Com base nas micrografias e na proporção das fases encontradas, observou-se que houve austenitização a 800°C e, portanto, presume-se que a temperatura de transformação de fase está entre 770 e 800°C.

Utilizando o microscópio MEV-FEG, foi analisado ainda a morfologia das fases conforme apresentado na figura 9.



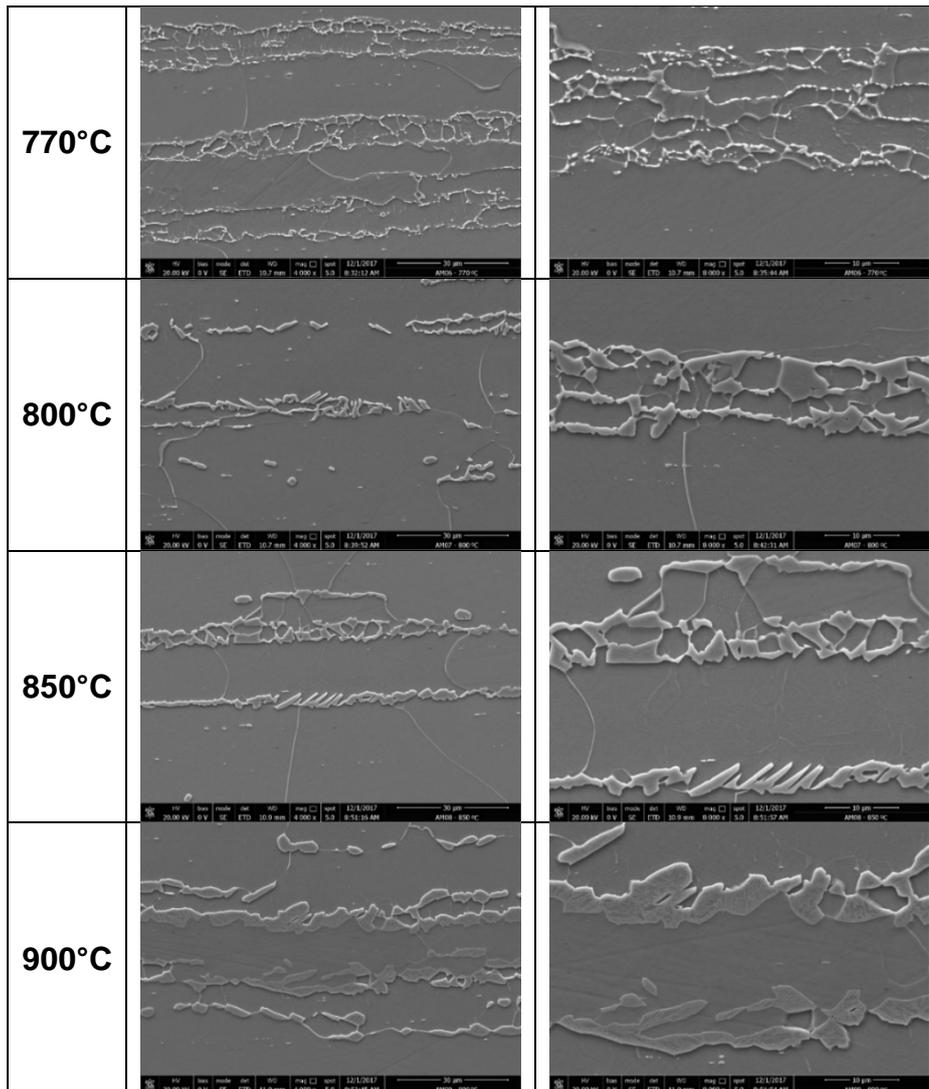


Figura 9 – Micrografia, via MEV-FEG, 4000 e 8000x ataque nital 5%

Com posse dos resultados do MEV-FEG, percebeu-se que as amostras sem tratamento térmico apresentaram microestrutura padrão de LTQ (ferrita + perlita). Enquanto que em 700°C houve a esferoidização dos carbonetos da perlita. Nas amostras tratadas a 740 e 770°C observou-se o coalescimento dos carbonetos, preferencialmente nos contornos de grão. O surgimento das placas de martensita aconteceu somente nas amostras tratadas em temperaturas iguais ou acima de 800°C e foi possível perceber o aumento da fração de martensita nas amostras tratadas a 850 e 900°C.

4 CONCLUSÃO

O diagrama de fases gerado pelo software Thermo-Calc mostrou que a temperatura de início de transformação da austenita era da ordem de 780°C. Nas curvas de tratamento térmico observou-se uma alteração na inclinação da curva de aquecimento, iniciando aproximadamente à 770°C e finalizando aproximadamente em 790°C, para amostras as quais a temperatura do tratamento térmico foi igual ou superior a 800°C.

Além disso, no microscópio ótico foi possível observar a redução dos carbonetos nas amostras de 700, 740 e 770°C e o aumento da quantidade de martensita nas amostras de 800, 850 e 900°C. Através das micrografias obtidas no MEV-FEG foi possível flagrar a esferoidização a 700°C, o coalescimento em 740 e 770°C e a

transformação e aumento da fração de martensita nas temperaturas acima de 800°C.

Entretanto, os resultados do ensaio de dureza após o tratamento térmico, no geral, foram menores do que a dureza inicial principalmente devido adescarbonetação, comprovado pela análise após o tratamento térmico. Para as amostras tratadas acima de 800°C a redução da dureza foi menor comparada as amostras tratadas em temperaturas menores e em 900°C a dureza foi maior. Entende-se que a martensita formada nas amostras compensou a redução do teor de carbono.

Portanto, pode-se concluir que a faixa de temperatura de início de formação da austenita para o aço estudado está entre 770 e 800°C.

Agradecimentos

A Aperam South America pelo incentivo e disponibilidade de recursos necessários para o desenvolvimento desse trabalho.

REFERÊNCIAS

- 1 PARK NJ, LEE EJ, JOO HD, e PARK JT. **Evolution of Goss Orientation during Rapid Heating for Primary Recrystallization in Grain-oriented Electrical Steel.** ISIJ International, Vol. 51 (2011), No. 6, pp. 975-981.
- 2 ALCÂNTARA FL e CUNHA MA. **Estudo da recristalização secundária do aço silício de grão orientado.** Tecnologia em Metalurgia e Materiais, São Paulo, v.2, n.3, p.32-36, 2006.
- 3 AMORIM DSC. **Efeito do envelhecimento entre passes durante a laminação a frio sobre as propriedades magnéticas do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade.** Dissertação para obtenção do título de Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas. Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, setembro, 2012.
- 4 TSAI MC, HWANG YS. **The quenching effects of hot band annealing on grain-oriented electrical steel.** Journal of Magnetism and Magnetic Materials 322 (2010) 2690–2695.
- 5 KONONOV A, NAUMOV A. **Austenite-ferrite transformation in Grain-Oriented Electrical Steel during hot rolling.** Metal, May 21st – 23rd 2014, Brno, Czech Republic, EU.
- 6 MIRANDA PS. **Evolução microestrutural de um aço HGO 3% Si ao longo do recozimento de descarbonetação.** Dissertação para obtenção do título de Mestrado em Ciência dos Materiais. Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2012
- 7 XIA, Z.; KANG, Y.; WANG, Q. Developments in the production of grain-oriented electrical steel. In: **Journal of magnetism and magnetic materials**, v. 320, p. 3229-3233. Jul. 2008.
- 8 PADILHA AF. **Técnicas de Análise Microestrutural.** 1991, Hemus Editora Limitada. São Paulo. C.5 p.127.