

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

Dirceci de Souza Costa Amorim²

Marco Antônio da Cunha³

Berenice Mendonça Gonzalez⁴

Resumo

Os efeitos da temperatura de tratamento de envelhecimento entre passes durante a laminação a frio na estrutura, propriedades magnéticas e propriedades mecânicas em tração de um aço Fe-3%Si foram estudados. Para determinar as propriedades magnéticas, as amostras foram processadas em um único estágio de laminação a frio para 0,27mm de espessura, com e sem tratamento de envelhecimento entre passes. Para verificar as mudanças nas propriedades mecânicas, as amostras sofreram envelhecimento superposto, após pré-deformação por laminação, na mesma faixa de temperatura do envelhecimento entre passes e então foram submetidas a ensaio de tração. O efeito de envelhecimento após deformação é mais acentuado na espessura de 0,70mm e a maior variação no limite de escoamento das amostras ocorre para a temperatura de envelhecimento de 200°C nas três espessuras avaliadas. Nesta temperatura também foi observado a maior fração volumétrica da orientação {110}<001> após recristalização primária, assim como, o menor tamanho de grão após recristalização secundária e conseqüentemente melhor resultado de perda magnética. A indução magnética praticamente não apresentou alterações indicando que a textura não foi afetada pelo tratamento de envelhecimento entre passes de laminação.

Palavras-chave: Aço silício; Envelhecimento entre passes; Textura de Goss.

EFFECT OF INTER-PASS AGEING DURING COLD ROLLING ON MAGNETIC PROPERTIES OF HIGH PERMEABILITY GRAIN ORIENTED ELECTRICAL STEEL

Abstract

The effects of inter-pass ageing temperature during cold rolling on structure, magnetic properties and mechanical properties of Fe-3%Si alloy was studied. The samples were processed in a single-stage cold rolling to 0.27 mm thickness, without and with inter-pass ageing treatment in order to determine the magnetic properties. To determine the changes in mechanical properties, the samples underwent overlapped ageing, after pre-strain by rolling, under the same conditions of inter-pass ageing and then were subjected to tensile test. The effect of strain ageing was more pronounced in the thickness of 0.7 mm and the largest variation in yield strength was at 200 °C in all evaluated thicknesses. At this temperature the largest amount of {110}<001> orientation after primary recrystallization was also observed, as well as the lowest final grain size and consequently the best results of core loss. The magnetic induction had almost no alterations.

Key words: Grain oriented electrical steel; Inter-pass ageing treatment; Goss texture.

¹ *Contribuição técnica ao 68º Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Pesquisador, MSc., Aperam South America, Timóteo, MG, Brasil.*

³ *Professor, PhD, Unileste, Coronel Fabriciano, MG, Brasil.*

⁴ *Professor, Dra., Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

O aço silício de grão orientado é um material magnético macio que é utilizado principalmente na fabricação de núcleo de transformadores. Suas propriedades magnéticas estão relacionadas com a forte textura $\{110\}\langle 001\rangle$, chamada textura de Goss.

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

Em geral o aço silício de grão orientado é laminado a frio através de laminação reversível e mantido alguns minutos entre passes de laminação. O uso de pequenos tempos de tratamento de envelhecimento entre passes tem sido reportado por melhorar as propriedades magnéticas do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade aumentando a intensidade da componente $\{110\}\langle 001\rangle$ na textura de recristalização primária.^(1,2) Segundo Tanino et al.,⁽³⁾ o tratamento de envelhecimento entre passes também aumenta a intensidade da componente $\{012\}\langle 001\rangle$, na textura primária.

O envelhecimento entre passes, através dos efeitos de envelhecimento após deformação, exerce influência na deformação plástica devido ao ancoramento das deslocações geradas na laminação a frio por átomos de carbono e nitrogênio em solução.^(4,5) Este fato favorece a ocorrência de bandas de cisalhamento na laminação a frio.⁽⁶⁾

Grãos com orientação de Goss nucleiam em bandas de cisalhamento,^(7,8) o que faz com que aumente o desenvolvimento desta componente na textura de recristalização primária, refinando o tamanho de grão após recristalização secundária e assegurando alto desempenho do produto final, devido a diminuição da perda magnética.

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

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para realização dos experimentos foram utilizadas amostras de aço silício de grão orientado de alta permeabilidade, após processamento industrial na laminação de tiras a quente, com espessura de 2,3mm, cuja composição química é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1 – Composição química do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade (% em peso)

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

O recozimento da amostra laminada a quente foi realizado em laboratório num forno estacionário a 1105°C durante 100s com resfriamento em água a temperatura de 90°C.

Após o recozimento inicial, as amostras foram decapadas utilizando uma solução de HCl 20% para remoção da carepa, antes de serem submetidas a laminação a frio. Na laminação a frio a espessura das amostras foi reduzida de 2,30 mm para 0,27mm, equivalendo a uma redução de 88%, num laminador piloto reversível do fabricante Fenn.

O tratamento de envelhecimento entre passes durante a laminação a frio foi realizado num forno tipo mufla, com aquecimento por resistência elétrica. As amostras foram envelhecidas nas espessuras intermediárias de 1,00 mm, 0,70 mm e 0,50 mm, por 10 minutos em temperaturas de 100°C a 300°C, com intervalo de 50°C. Também foi laminada uma amostra sem tratamento de envelhecimento entre passes.

Para possibilitar a determinação das propriedades magnéticas as amostras laminadas a frio foram submetidas ao recozimento para descarbonetação e recristalização primária, recobrimento com magnésia e recozimento final para recristalização secundária segundo a prática industrial.

Os testes magnéticos foram realizados no acessório chapa única do medidor de propriedades magnéticas MPG100D fabricado pela Brockhaus nas dimensões (305x30)mm com 8 testes para cada condição de tratamento de envelhecimento entre passes. Foram medidas a perda magnética a 1,7T / 50Hz e a indução magnética a 800A/m nas amostras do produto final. Considerou-se a média aritmética dos valores obtidos nos testes como sendo o valor da propriedade correspondente a cada condição experimental.

Para determinação das mudanças nas propriedades mecânicas devidas ao envelhecimento após deformação as amostras sofreram tratamento de envelhecimento superposto, após pré-deformação por laminação, nas mesmas condições do tratamento de envelhecimento entre passes e foram submetidas a ensaio de tração nas espessuras de 1,00 mm, 0,70 mm e 0,50 mm, representando 57%, 70% e 78% de redução, respectivamente. A tabela 2 mostra o esquema do tratamento de envelhecimento após deformação superposto. A variação no limite de escoamento ($\Delta\sigma_e$) foi calculada através da diferença do limite de escoamento médio das amostras com envelhecimento e sem envelhecimento nas três espessuras avaliadas.

Tabela 2 – Esquema para cálculo da variação no limite de escoamento

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

A textura de recristalização primária foi medida por difração de raios-X utilizando tubo de cobre e goniômetro para análise de textura ATC-3. Foram coletadas as figuras de polo (110), (200) e (211), a partir das quais foi construída a FDOC (Função de Distribuição de Orientações Cristalinas), possibilitando o cálculo da fração volumétrica das componentes de textura com o auxílio do programa MTM-

FHM (*Department of Metallurgy and Materials Engineering – Fast Harmonic Method*).

Para o ensaio de macrografia as amostras, após o recozimento final, foram decapadas com uma solução de HCl 20% à temperatura de 60°C. O tamanho de grão foi avaliado pelo método do diâmetro equivalente.⁽⁹⁾

3 RESULTADOS

A presença de finos carbonetos na amostra laminada a quente e recozida foi verificada por microscopia eletrônica de transmissão como mostra a Figura 1. As imagens mostram partículas na forma de bastonetes dispersas, com tamanho da ordem de 20 nm, que sob a análise química via EDS (*Energy Dispersive Spectrometer*), apresentaram somente teores de ferro, carbono e silício, sendo o silício proveniente da matriz.

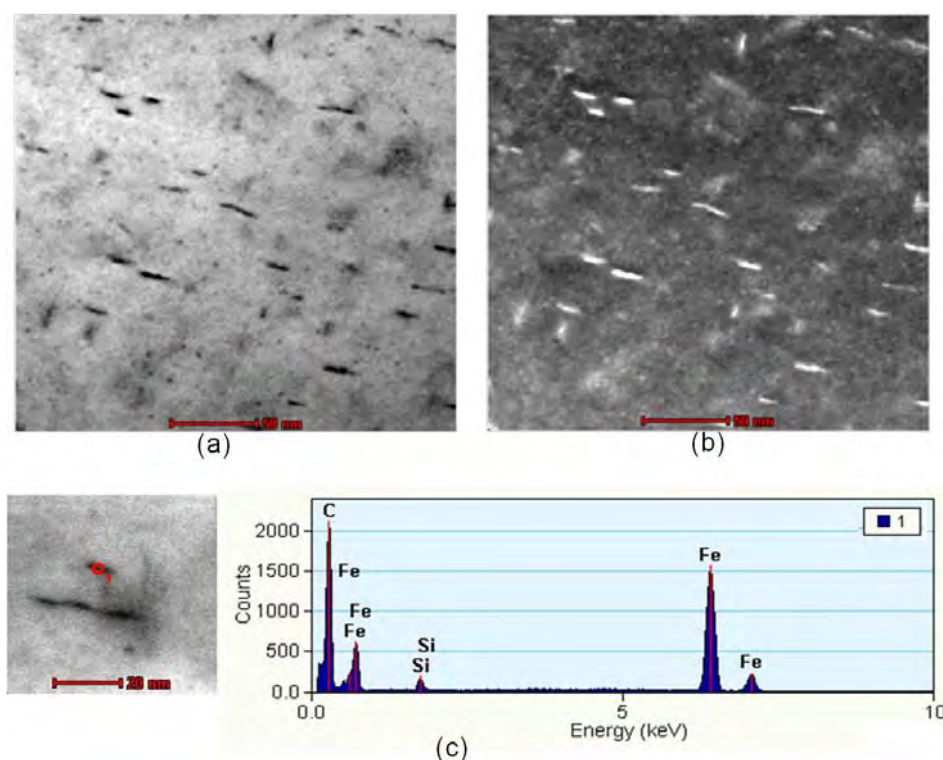


Figura 1- Análise via microscopia eletrônica de transmissão dos carbonetos dispersos na matriz (a) Imagem campo claro, (b) imagem campo escuro, e (c) análise química via EDS.

A Figura 2 mostra a variação no limite de escoamento ($\Delta\sigma_e$) induzido pelo envelhecimento após deformação em função da temperatura de envelhecimento entre passes de laminação e do grau de redução que as amostras sofreram. O erro relativo máximo das medidas foi de 1,39%.

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

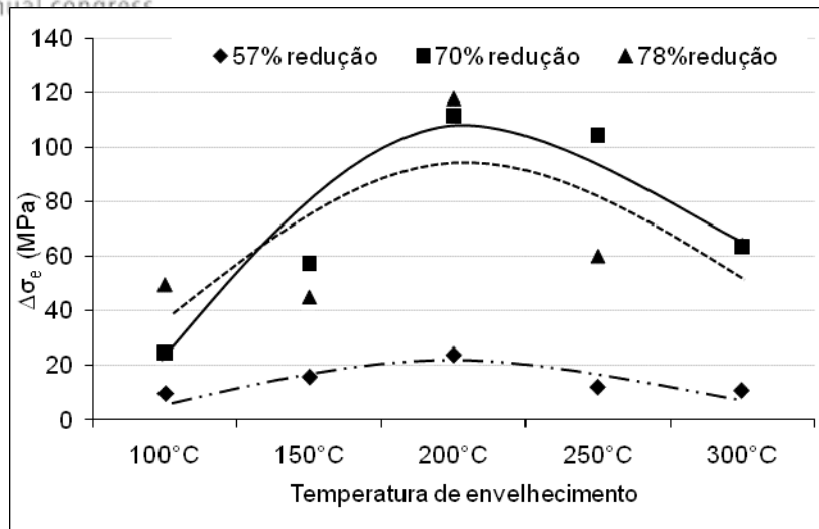


Figura 2 – Variação no limite de escoamento induzido pelo envelhecimento após deformação em função da temperatura de envelhecimento entre passes.

A análise de textura por difração de raios-X foi realizada para determinar a fração volumétrica das componentes $(110)[001]$ e $\{012\}\langle 001 \rangle$, com tolerância de 11° , nas amostras após laminação a frio com tratamento de envelhecimento entre passes. Considerando que ambas, as orientações $(110)[001]$ e $\{012\}\langle 001 \rangle$ podem coalescer para Goss na recristalização podemos somar a fração volumétrica destas orientações. A Figura 3 mostra a fração volumétrica da orientação $(110)[001]$ somada à orientação $\{012\}\langle 001 \rangle$ em função da temperatura de tratamento de envelhecimento entre passes na laminação a frio.

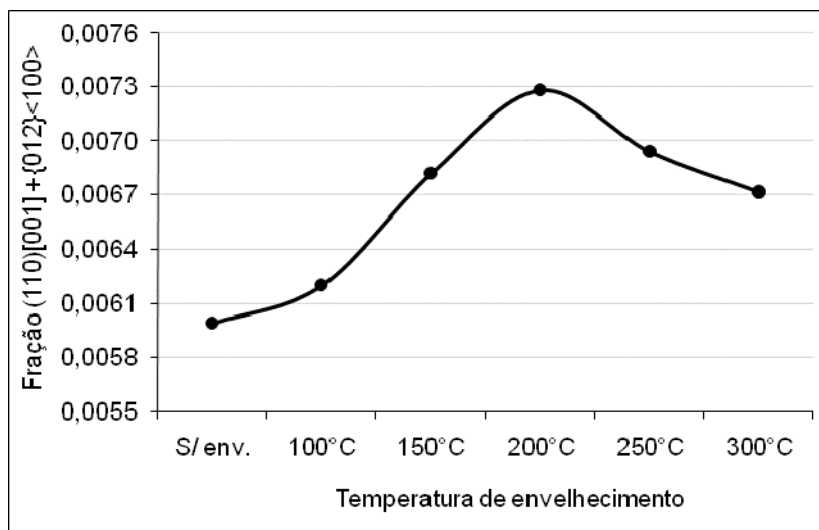


Figura 3 – Textura de laminação a frio em função da temperatura de envelhecimento entre passes.

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

A Figura 4 exibe a variação na textura de recristalização primária com a temperatura de envelhecimento entre passes. A fração volumétrica das orientações $(110)[001]$ e

{012}<001> determinadas por difração de raios-x, com um ângulo de tolerância de 11 °, e fração volumétrica das orientações {554}<225̄> e {111}<112̄>, determinada com um ângulo de tolerância de 15 ° para cada condição de envelhecimento podem ser verificadas.

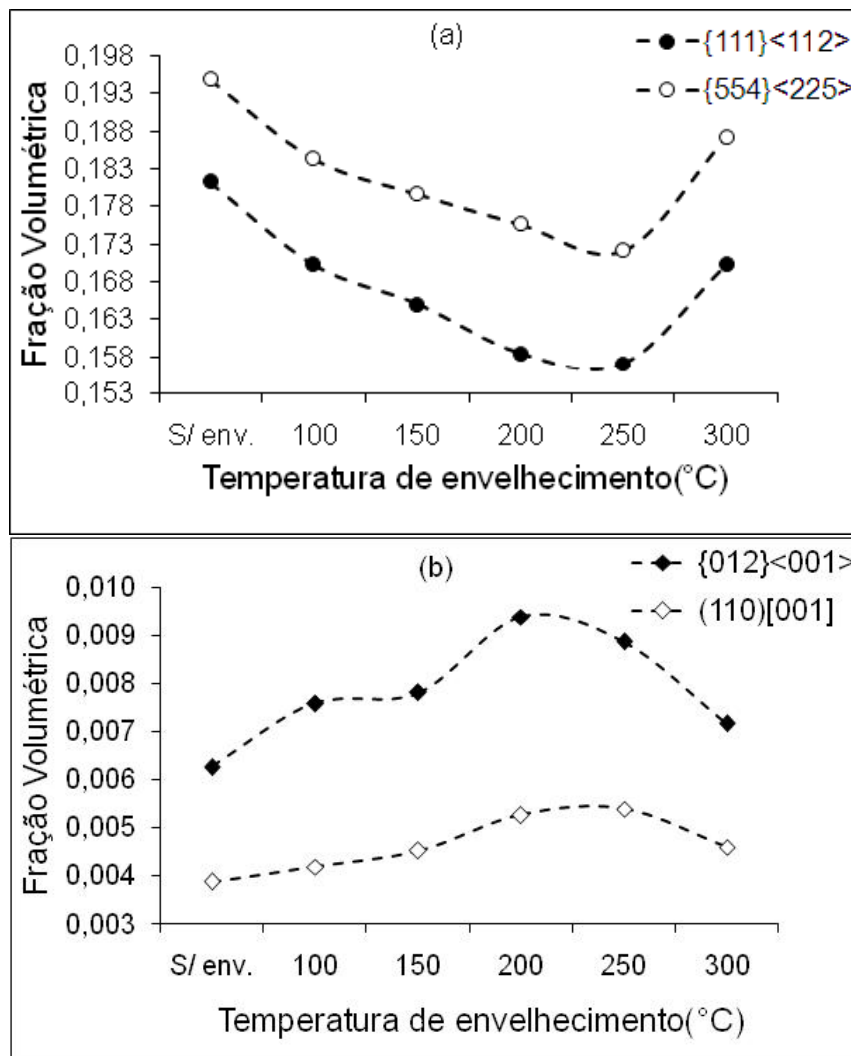


Figura 4 – Textura de recristalização primária em função da temperatura de envelhecimento entre passes de laminação a frio (a) {111}<112> e {554}<225>; (b) {012}<001> e {110}<001>.

A principal mudança na textura de recristalização primária associada ao tratamento de envelhecimento entre passes é a redução nas frações das componentes {554}<225̄> e {111}<112̄> e o aumento nas frações das componentes (110)[001] e {012}<001>.

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

A fração das componentes {111}<112̄> e {554}<225̄> apresenta o seguinte comportamento: reduzem com a temperatura de envelhecimento até 250 °C, apresentando um acréscimo em 300 °C.

A Figura 5 exibe a macrografia das amostras para todas as temperaturas de tratamento de envelhecimento entre passes. A recristalização secundária foi completa em todas as condições. O efeito de redução do tamanho de grão é bastante acentuado comparando a amostra processada sem envelhecimento entre passes de laminação com as demais. Contudo observa-se que o diâmetro do grão diminui com a temperatura de envelhecimento, atingindo o menor tamanho na temperatura de 200°C e depois cresce ligeiramente nas temperaturas de 250°C e 300°C. Esta observação também é confirmada na Figura 6 que apresenta o diâmetro médio do grão final em função das condições de envelhecimento entre passes de laminação a frio.

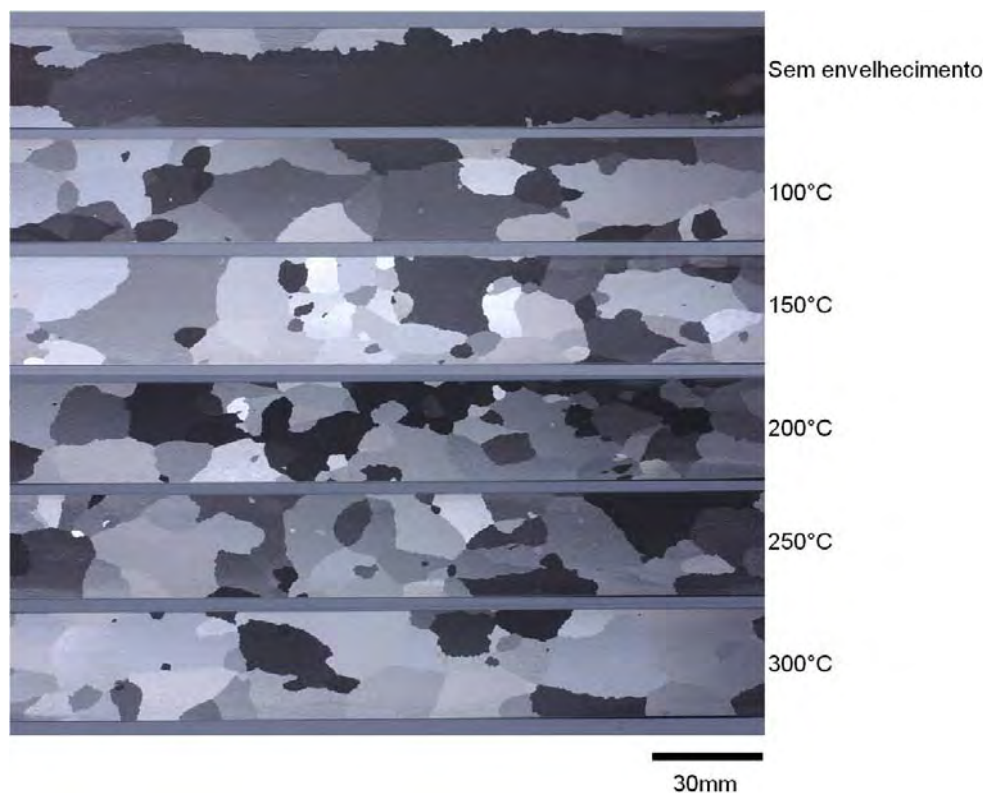


Figura 5 – Macroestrutura das amostras após recristalização secundária.

Os resultados de perda e indução magnética, em função das temperaturas de tratamento de envelhecimento entre passes de laminação estão apresentados na Figura 7.

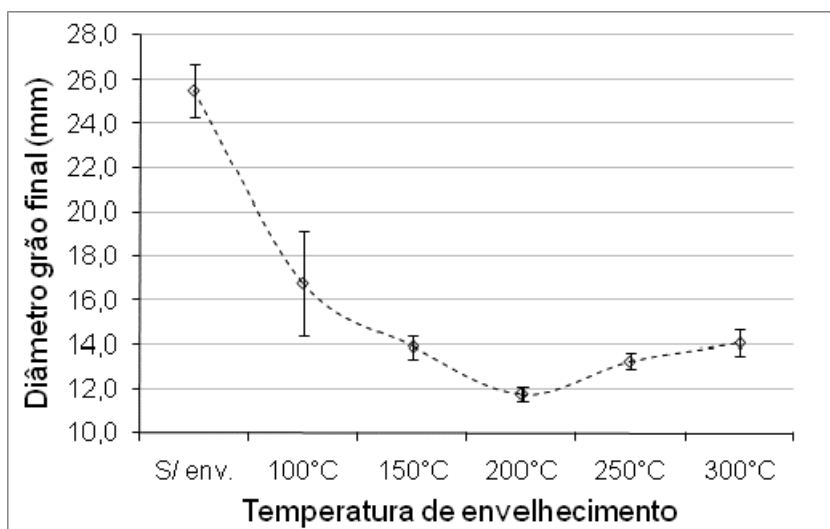


Figura 6 – Tamanho de Grão após recristalização secundária em função da temperatura de envelhecimento entre passes.

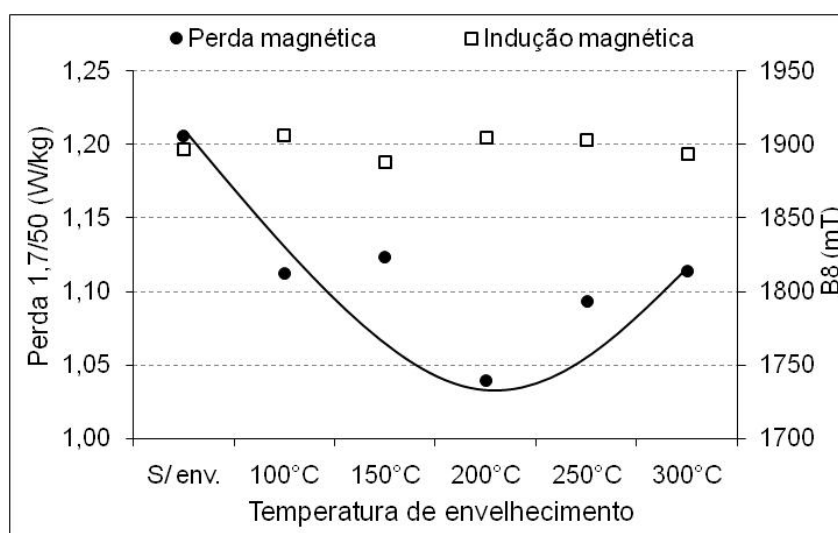


Figura 7 – Efeitos do tratamento de envelhecimento entre passes nas propriedades magnéticas

4 DISCUSSÃO

A presença dos carbonetos dispersos na matriz após recozimento inicial, figura 1, está de acordo com a afirmação de Yoshitomi e Arai⁽⁴⁾ e Matsuo⁽⁶⁾ de que a têmpera em água quente favorece a formação de finos carbonetos dispersos na matriz, para tornar o envelhecimento entre passes mais efetivo através da liberação de carbono para ancorar o movimento das deslocações durante a laminação a frio.

Carbonetos com tamanho da ordem de 20 nm, conforme os observados na amostra após recozimento inicial podem ser parcialmente dissolvidos (decomposição induzida por deformação) aumentando o teor de carbono em solução durante a laminação a frio. Segundo Abe, Suzuki e Takagi⁽¹⁰⁾ e Toge et al.,⁽¹¹⁾ o carbono dissolvido migra para as deslocações, sob efeito do campo de tensão, formando atmosferas em torno das deslocações, produzindo um efeito de envelhecimento após deformação no material. Esse fato pode ser confirmado pela variação observada no limite de escoamento quando as amostras foram avaliadas separadamente em cada etapa do processo de envelhecimento entre passes (Figura 2).

De acordo com Hong e Han⁽²⁾ o envelhecimento entre passes dificulta a laminação devido ao aumento do limite de escoamento do material. Como a deformação é imposta pela laminação o material tende a formar bandas de cisalhamento. Se o material ficou mais resistente quando foi tratado entre passes de laminação na temperatura de 200 °C (Figura 2), é coerente o fato da maior fração volumétrica das orientações em torno do exato Goss (Figura 3), também ser maior para a temperatura de envelhecimento de 200 °C no material após laminação a frio.

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

O efeito do envelhecimento entre passes na recristalização primária com respeito à formação de grãos que irão crescer anormalmente para recristalização secundária pode ser avaliado através da figura 4. A maior intensidade das orientações (110)[001] e {012}<001> continua sendo na temperatura de 200 °C, após recristalização primária, em concordância com o que foi discutido para as propriedades mecânicas e também esta coerente com o menor tamanho de grão após recristalização secundária observado na amostra que foi processada com tratamento de envelhecimento entre passes de laminação nesta temperatura (Figuras 5 e 6).

Os resultados mostram um efeito benéfico da elevação da temperatura de envelhecimento entre passes de laminação a frio, sobre a perda magnética. Observa-se que a perda diminui com a temperatura de envelhecimento alcançando o melhor resultado em 200°C, temperatura na qual a redução na perda é de aproximadamente 14%. Nas temperaturas de 250°C e 300°C a perda volta a subir, porém continua apresentando resultados melhores que no material processado sem tratamento de envelhecimento. Nota-se que os valores de indução magnética praticamente não sofreram alterações demonstrando que o envelhecimento entre passes não afeta esta propriedade. Entretanto alguns autores^(1,2,4) afirmam que envelhecimento entre passes de laminação melhora a indução magnética.

A perda magnética é influenciada principalmente pelo tamanho de grão e pela indução magnética. Eliminando a influência da indução magnética, ou seja, considerando um valor constante de B₈, igual a 1900 mT, podemos observar na figura 8 que a perda magnética diminui com a redução do tamanho de grão após recristalização secundária. Essa mesma tendência também foi observada por Flowers e Wright.⁽¹⁾

5 CONCLUSÕES

- O tratamento de envelhecimento entre passes realizado a 200°C durante a laminação a frio reduz o tamanho de grão do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade após recristalização secundária e melhora sua perda magnética.
- O tratamento de envelhecimento entre passes de laminação não afeta os valores de indução magnética do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade.
- A maior variação no limite de escoamento das amostras envelhecidas ocorreu na temperatura de 200 °C nas três espessuras avaliadas, mostrando que o envelhecimento após deformação é mais efetivo nesta temperatura.
- O efeito de envelhecimento após deformação é mais acentuado na espessura de 0,70mm, 70% de redução.

- O tratamento de envelhecimento entre passes provoca a redução das componentes $\{554\}\langle 22\bar{5} \rangle$ e $\{111\}\langle 11\bar{2} \rangle$ e aumenta as frações das componentes $(110)[001]$ e $\{012\}\langle 001 \rangle$ na textura de recristalização primária.
- A soma das frações volumétrica das componentes de textura $(110)[001]$ e $\{012\}\langle 001 \rangle$ na microestrutura deformada atinge o máximo na temperatura de envelhecimento de 200°C, em concordância com o maior efeito do envelhecimento após deformação nesta temperatura.

REFERÊNCIAS

- 1 FLOWERS, J. W. and WRIGHT, W. S. Primary textures of a high permeability silicon steel cold rolled with interpass aging. *Journal of applied physics*. American Institute of physics, v. 57, p. 4217- 19, 1985.
- 2 HONG, B. D.; HAN, K. S. Effect of inter-pass aging on recrystallization texture in 3% Si grain-oriented electrical steels. *Materials Science Forum*, v. 408-412, p. 1245 – 50, 2002.
- 3 TANINO, M. et al. Effects of the inter-pass aging on the texture formation in a high permeability grain-oriented silicon steel. 6th International Conference on Texture of Materials. *ISIJ International*, v. 2, p. 928 – 37, 1981.
- 4 YOSHITOMI, Y.; ARAI, S. Process for producing a grain-oriented electrical steel sheet having superior magnetic characteristic. *European Patent Application* n° 0393508. April, 12, 1990.
- 5 YOSHITOMI, Y. et al. Influence of annealing before first cold rolling on secondary recrystallization of Fe-3%Si alloy. *Materials Transactions, JIM*, v. 35, n° 10, p. 679-88, 1994.
- 6 MATSUO, M. Texture control in the production of grain oriented silicon steels. *ISIJ International*, v.29 (10), p. 809 – 827, 1989.
- 7 HARATANI, W. B. et al. Contribution of shear banding to origin of goss texture in silicon iron. *Metal Science*, v.18, p.64, 1984.
- 8 DORNER, D.; ZAEFFERER, S.; LAHN, L. and RAABE, D. Overview of microstructure and microtexture development in grain-oriented silicon steel. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 304, p. 183 – 6, 2006.
- 9 METALS HANDBOOK. *Metallography and Microstructures*. 9 ed. Materials park: ASM International, v.9, 775p, 1985.
- 10 ABE, H.; SUZUKI, T.; TAKAGI, K. Effects of the size and morphology of cementite particles on the annealing texture in low- carbon aluminium-killed steel. *Transactions ISIJ*, v. 21, p. 100 – 08, 1981.
- 11 TOGE, T.; MURAKI, M.; KOMATSUBARA, M. and OBARA, T. Origin of recrystallization texture evolution and active slip systems in cold rolled 3% Si-Fe (100)(011) single crystal. *ISIJ International*, v. 38, n° 6, p. 524 – 30, 1998.