ADRIANO ALEX DE ALMEIDA

**Influência do envelhecimento nas perdas dos aços de grão não
orientado**

SÃO PAULO

2018

ADRIANO ALEX DE ALMEIDA

Influência do envelhecimento nas perdas dos aços de grão não orientado

Tese apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo para obtenção do
título de doutor em Ciências

Área de concentração: Engenharia Metalúrgica
e de Materiais.

Orientador:
Prof. Dr. Fernando José Gomes Landgraf

SÃO PAULO

2018

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, 31 de Agost de 2018

Assinatura do autor:

Assinatura do orientador:

Catálogo-na-publicação

de Almeida, Adriano Alex

Influência do envelhecimento nas perdas dos aços de grão não orientado / A. A. de Almeida -- versão corr. -- São Paulo, 2018.
133 p.

Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1.Aços elétricos 2.Envelhecimento 3.Perdas magnéticas 4.Frequência de excitação I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t.

AOS MEU PAIS, AOS MEUS
IRMÃOS E A MINHA ESPOSA, POR
TODO APOIO E COMPANHERISMO
OFERECIDO. PESSOAS SEM AS
QUAIS EU NÃO TERIA CHEGADO
AQUI.

AGRADECIMENTOS

Ao professor titular Dr. Fernando José Gomes Landgraf, orientador, consultor, entusiasta e incentivador deste trabalho.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES pelo apoio financeiro, bolsa de doutorado e doutorado sanduíche.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo – FAPESP- pelo fomento por meio do projeto 2015 15559-9.

Ao Instituto de Pesquisas Tecnológicas – IPT por gentilmente disponibilizar equipamentos para a realização de parte do procedimento experimental desse trabalho.

À Usiminas (Ipatinga MG) e à Aperam (Timóteo MG) pela doação de matéria prima para realização deste trabalho.

Aos funcionários do PMT, Lívio, Rafael e Veríssimo pelo apoio na execução de tarefas experimentais deste trabalho.

Aos companheiros e amigos Daniel, Luis, Dany, Guilherme, Anderson, André, Mário, Rafael e Thomas.

Ao grupo de “materiais magnéticos” e suas reuniões às sextas-feiras em uma hora e loca indeterminado.

À McGill university, ao professor Richard Chromik pela recepção e pela liberação de equipamento de microscopia.

RESUMO

A partir da hipótese de que carbonetos de ferro podem agir como fonte motora para nucleação de novos domínios magnéticos, o que tenderia a reduzir a taxa de crescimento da dissipação de energia anômala em função da frequência de excitação, três aços de grão não orientado com diferentes teores de carbono foram estudados. A amostra do aço totalmente processado continha 79 ppm de carbono e 2% silício, já o aço semiprocessado continha 340 ppm de carbono e a partir deste um terceiro conjunto foi produzido por descarbonetação contendo 110 ppm de carbono. As amostras foram envelhecidas consecutivamente em atmosfera inerte sob temperatura de 150 e 225 °C e tiveram suas propriedades magnéticas e microestruturais avaliadas em diferentes intervalos de tempos. Métodos, estes, que foram empregados com intuito de se estudar o efeito da precipitação de carbonetos na dissipação de energia anômala.

O envelhecimento mecânico do aço com 340 ppm de carbono foi evidenciado após 6 horas de envelhecimento em um único pico, já o aço com 79 ppm de carbono e 2% silício apresentou um pico de envelhecimento mecânico a 75 horas. Por sua vez o aço contendo 110 ppm de carbono apresentou um pico de dureza tardio, após 30 horas de envelhecimento sob 225 °C

Ficou evidenciado que o incremento do campo coercivo está ligado ao aumento do diâmetro da partícula. Essa tendência é verdadeira para carbonetos com faixa de tamanho de 0,5-0,65 μm para a liga com 79 ppm carbono e 2% silício e de 0,55-0,81 μm relativo à liga contendo 340 ppm de carbono. De maneira oposta, não foi identificada relação clara entre o tamanho dos carbonetos e a majoração de H_C nas amostras da liga contendo 110 ppm de carbono.

O envelhecimento magnético mostrou-se mais deletério às propriedades magnéticas dos aços semiprocessados e totalmente processados quando estas são mensuradas em baixas frequências ($f < 60\text{Hz}$). De maneira geral, foi

observado que o envelhecimento porcentual (IE%) decresce com o aumento da frequência de excitação para o mesmo tempo e temperatura de envelhecimento.

A respeito do emprego das amostras envelhecidas em altas frequências de excitação, a liga do aço totalmente processado apresentou menor dissipação de energia somente em frequência de excitação superiores a 1,5 kHz. Por sua vez, a liga semiprocessada contendo 340 ppm de carbono envelhecida por 6 e 12 horas mostrou-se menos dissipativa quando empregada sob indução de 1T, em frequências superiores a 640 e 900 Hz, respectivamente. O aço contendo 110 ppm de carbono apresentou os melhores resultados das ligas estudadas, como frequência de cruzamento abaixo dos 3 kHz e 700 Hz sob 1 e 1,5T, respectivamente. Elementos teóricos e empíricos dão conta de que o refinamento dos domínios magnéticos tende a ocorrer mais facilmente sob altas indução do que em baixas induções. O que implica em melhores resultados sob indução de 1,5T.

O aumento da densidade dos domínios magnéticos foi constatado pelas imagens realizadas com luz polarizadas nas amostras do aço totalmente processado (70 ppm C e 2%Si). Os domínios magnéticos da amostra contendo 110 ppm de carbono, observados pela mesma técnica, apresentaram morfologia mais refinada o que dificultou a sua quantificação.

Devido à precipitação dos carbonetos épsilon e cementita em planos de hábito na matriz ferrítica, é possível conjecturar que apenas 1/3 destes terão alta capacidade de ancoramento das paredes de domínios, uma vez que, apenas esta fração de precipitados terão seu menor eixo paralelo à direção de magnetização.

Palavras-chave: aço elétrico, envelhecimento, perdas, frequência de excitação.

ABSTRACT

Three non-oriented electrical steels with different carbon content has been studied based on the hypothesis that iron carbides can act as a source of nucleation of new magnetic domains, which would then lead to a reduction in the growth rate of the anomalous energy dissipation as a function of the excitation frequency. Samples of the fully processed steel contained 79 ppm of carbon and 2% silicon, while the semi-processed steel contained 340 ppm of carbon, and from this alloy a third alloy containing 110 ppm of carbon was produced by decarburization. The samples were consecutively aged under inert atmosphere and at temperatures of 150 and 225°C, as well as had their magnetic and microstructural properties evaluated at different time intervals. The mechanical aging of the steel containing 340 ppm of carbon was evidenced after 6 hours of aging in a single peak, the steel containing 79 ppm of carbon and 2% silicon presented even a mechanical aging peak at 75 hours. In turn, samples of the NOES containing 110 ppm of carbon showed a late hardness peak after 30 hours of aging at 225°C.

It was found that the increase in the coercive field is linked to the increase in the particle diameter. This trend is true for carbides with a size range of 0.5-0.65 μm for the alloy containing 79 ppm carbon and 2% silicon, and 0.55-0.81 μm for the alloy containing 340 ppm carbon. In contrast, no clear relationship was found between the carbide size and the coercive field increase in the samples of the NOES containing 110 ppm of carbon.

Magnetic aging has been shown to be less deleterious to the magnetic properties of semi-processed and fully processed steels when they are measured at high frequencies ($f > 60\text{Hz}$). Regarding the use of samples aged at high excitation frequencies, the alloy of the fully processed steel showed a lower energy dissipation only at excitation frequencies above 1.5 kHz. On the other hand, the steel containing with 340 ppm of carbon aged for 6 and 12 hours were less dissipative when employed under 1T induction at frequencies above 640 and 900 Hz, respectively. The NOES containing 110 ppm of carbon presented the best results of all the alloys studied, being able to be applied below 3 kHz and

700 Hz under 1 and 1.5T, respectively. Theoretical and empirical elements indicate that the magnetic domains refinement tends to occur more easily under high induction than under low inductions. This implies better results under and induction of 1.5T.

The increase in the density of the magnetic domains was verified by light polarized images of the samples of the fully processed steel (70 ppm carbon and 2% silicon). The magnetic domains of the NOES110 sample observed using the same technique presented more a refined morphology, which made it difficult to quantify them.

Due to the precipitation of the carbides epsilon and cementite in habit planes in the ferritic matrix, it is possible to conjecture that only a third of these will have a high anchoring capacity of the domain walls, since only this fraction of precipitate will have its smaller axis parallel to direction of magnetization.

Keywords: electric steel, aging, losses, frequency of excitation.

Índice de figuras

Figura 1. Adição de silício e evolução das perdas nos aços para fins eletromagnéticos GNO. Adaptada de [1].....	6
Figura 2. Efeito do P, Si, Al, Mn sobre a resistividade elétrica do Fe_α [24].....	6
Figura 3. Variação das componentes de perda total medidas 1,5T a 60Hz em função do teor de carbono para diferentes aços. Envelhecimento executado a 225 °C por 24 horas. Adaptada de [33].	8
Figura 4. Variação do índice de envelhecimento em função do teor de carbono para ligas envelhecidas por 24 horas a 210 °C, [36].....	9
Figura 5. Isotermas de envelhecimento obtidas por atrito interno do aço com 430 ppm C, 200 ppm Si, 610 ppm S, 200 ppm Al. Adaptada de [39].	10
Figura 6. Curva solvus para Fe_3C e carboneto ϵ no ferro e no Fe-1,2Si-0,7Al. Adaptada de [47].	12
Figura 7. Campo coercivo em função do tamanho médio da partícula. A espessura da parede de domínio (δ) pelo tamanho do precipitado. Adaptado de [46].	13
Figura 8. Aumento de H_c em função do tempo de envelhecimento para aço ao fósforo. Picos de envelhecimentos associados à cementita.	14
Figura 9. Percentual do aumento da perda total (dentro da figura) para temperaturas de 150 até 750 °C com diferentes tempos [47]. Adaptada pelo autor do trabalho	16
Figura 10. Efeito do Si na cinética de engrossamento do carboneto ϵ . Adaptado de [47].	17
Figura 11. Efeito do silício no tempo e temperatura de precipitação, e também no tamanho médio da cementita. Adaptado de [43].	19
Figura 12. Paredes de Bloch (a) e parede de Néel (b). Ambas com rotação de 180°.	21
Figura 13. Rotação do momento para uma parede de 180°, e sua compreensão de espessura.....	22
Figura 14. Origem do campo desmagnetizante no interior de partículas inseridas em domínios magnéticos.....	23

Figura 15. a) esferoide oblato, b) esferoide prolato. $v_3 = c$, $v_2 = b$ e $v_1 = a$	24
Figura 16. Histerese magnética dividida em áreas de baixo e alta indução.	27
Figura 17. Comportamento esperado curva 'b' e 'a'. Demais curvas obtidas pelas equações da Tabela I.....	29
Figura 18. Redistribuição dos dipolos magnéticos. Partícula com alta energia magnetostática (a), redistribuição (b) dos dipolos e decréscimo de energia magnetostática devido a presença da parede.....	30
Figura 19. Elevada energia magnetostática (a) levando à nucleação de domínios de fechamento (b). Adaptado de [61]. Durante a desmagnetização imposta no primeiro quadrante após alcance da indução máxima desejada.....	31
Figura 20. Notável redução da perda anômala em função da frequência e da constante de anisotropia (análogo à K_1). Adaptado de [65].	33
Figura 21. Comportamento das perdas em função da frequência de excitação para um aço GNO deformado. Adaptado de [15].	34
Figura 22. Comparação das perdas totais das ligas FeCo e FeSi, materiais com mesma espessura e mesma resistividade [67].....	35
Figura 23. Ciclo térmico do tratamento de descarbonetação do aço GNO110	41
Figura 24. Forno tubular com manta de vidro.....	42
Figura 25. Esquema ilustrativo a inserção das rolhas	42
Figura 26. Micrografia do aço semiprocessado GNO340 no estado como recebido. Direção de laminação perpendicular à escala.	45
Figura 27. Micrografia do aço totalmente processado GNO70 no estado como recebido.....	46
Figura 28. Temperatura de tratamento 700°C. Amostra 'a' 75 minutos, 'b' 170 minutos, 'c' 300 minutos. Direção de laminação transversal à linha da escala.	47
Figura 29. Microestrutura obtida após solubilização do aço GNO340.....	48
Figura 30. Micrografia do aço GNO110 após a descarbonetação e resfriamento.	49
Figura 31. Quantificação de carbonetos presente após diferentes tempos de envelhecimento a 150°C para o aço GNO70. Trata-se da fração volumétrica de carbonetos maiores do que 0,1 μm^2	51
Figura 32. Tamanho médio do carboneto em função do tempo de envelhecimento a 150°C.	51

Figura 33. Quantificação de carbonetos presente após diferentes tempos de envelhecimento a 150°C para o aço GNO340.	52
Figura 34. Tamanho médio do carboneto em função do tempo de envelhecimento a 150°C	53
Figura 35. Quantificação de carbonetos presente após diferentes tempos de envelhecimento a 225°C para o aço GNO110.	54
Figura 36. Tamanho médio do carboneto da liga GNO110, em função do tempo de envelhecimento a 225°C.	54
Figura 37. Tamanho e distribuição dos precipitados para os tempos de 3, 75 e 175 horas de envelhecimento do aço GNO70 a 150°C.....	55
Figura 38. Tamanho e distribuição dos precipitados para os tempos de 6, 125 e 225 horas de envelhecimento do aço GNO340 a 150°C.....	55
Figura 39. Tamanho e distribuição dos precipitados para a liga GNO110, no tempo de 6, 130 e 352 horas de envelhecimento a 225°C. Notável a baixa densidade de precipitados, como foi observado no gráfico da Figura 35.....	56
Figura 40. Identificação dos carbonetos épsilon na amostra GNO70 envelhecida por 100 horas a 150 °C. Carbonetos precipitados nos planos de hábitos {100}.	58
Figura 41. Identificação dos carbonetos Fe ₃ C precipitados na amostra GNO340, envelhecida por 100 horas a 150 °C, nos planos de hábitos {101} com direção habitual de <111> [34].....	59
Figura 42. Medidas de dureza em função do tempo de envelhecimento consecutivo. Carga 0,5 kg aplicada por 15 segundos.	60
Figura 43. Incremento do Hc em função do tempo de envelhecimento a 150°C, , aço GNO340	62
Figura 44. Incremento do Hc em função do tempo de envelhecimento a 150°C , aço GNO70	62
Figura 45. Incremento do Hc em função do tempo de envelhecimento a 225°C, aço GNO110	63
Figura 46. Tamanho médio dos precipitados e do campo coercivo em função do tempo de envelhecimento, aço GNO70.	64
Figura 47. Tamanho médio dos precipitados e do campo coercivo em função do tempo de envelhecimento, aço GNO340.	65

Figura 48. Tamanho médio dos precipitados e do campo coercivo em função do tempo de envelhecimento, aço GNO110.	65
Figura 49. Índice de envelhecimento da dissipação de energia medido a 1,5 T em diferentes frequências de excitação em função do tempo de envelhecimento consecutivo.	67
Figura 50. Índice de envelhecimento medido a 1T em diferentes frequências de excitação em função do tempo de envelhecimento consecutivo.....	68
Figura 51. Índice de envelhecimento da dissipação calculado a partir da dissipação total menos a dissipação por correntes parasitas, 1,5T.	68
Figura 52. Índice de envelhecimento calculado a partir da dissipação da energia total menos a dissipação por correntes parasitas, 1T.	69
Figura 53. Dissipação de energia da perda anômala com diferentes tempos de envelhecimento consecutivo em função da frequência de excitação, medidas a 1 T.	70
Figura 54. Índice de envelhecimento da dissipação de energia anômala para quatro frequências de excitação com diferentes tempos de envelhecimento consecutivo, medidas a 1,5 T.....	71
Figura 55. Dissipação de energia total a 1T para aço GNO340 em diferentes frequências de excitação.....	72
Figura 56. Dissipação de energia total a 1,5T para aços GNO340 em diferentes frequências de excitação.....	72
Figura 57. Curvas hipotéticas. Coeficiente angular causando o cruzamento das curvas resultando em melhores resultados de dissipação em frequência de excitação elevada.....	73
Figura 58. Coeficiente angular e frequência de cruzamento indicando a Hz na qual o aço envelhecido passa a ser a melhor opção, sob indução de 1T. Valores de frequência de excitação extrapolados.	74
Figura 59. Coeficiente angular e frequência de cruzamento indicando a Hz na qual o aço envelhecido passa a ser a melhor opção, sob indução de 1,5T. Valores de frequência de excitação extrapolados.	75
Figura 60. Índice de envelhecimento da dissipação de energia total em diferentes frequências de excitação sob 1T. Amostra GNO70	76
Figura 61. Índice de envelhecimento da dissipação de energia total em diferentes frequências de excitação sob 1,5T. Amostra GNO70	76

Figura 62. Índice de envelhecimento da dissipação de energia anômala mais dissipação de energia histerética ($W_t - W_p$), mensuradas com indução de 1,5T.	77
Figura 63. Índice de envelhecimento dissipação de energia anômala mais dissipação de energia histerética ($W_t - W_p$), mensuradas com indução de 1T. .	77
Figura 64. Índice de envelhecimento da dissipação de energia anômala a 1T de indução.....	78
Figura 65. Índice de envelhecimento da perda anômala sob indução de 1,5T.	79
Figura 66. Dissipação de energia da perda total em função da frequência de excitação, sob indução de 1,5T.....	79
Figura 67. Coeficiente angular e frequência de cruzamento indicando a Hz na qual o aço envelhecido passa a ser a melhor opção, sob indução de 1.5T. Valores de frequência de excitação extrapolados.	80
Figura 68. Coeficiente angular e frequência de cruzamento indicando a Hz na qual o aço envelhecido passa a ser a melhor opção, sob indução de 1T. Valores de frequência de excitação extrapolados.	81
Figura 69. Índice de Envelhecimento da dissipação de energia total a 1T de indução máxima do aço GNO110	82
Figura 70. Índice de Envelhecimento da dissipação de energia total a 1,5T de indução máxima do aço GNO110.	82
Figura 71. IE% da dissipação de energia mensurado a 1T de indução máxima em função do tempo de envelhecimento.....	83
Figura 72. IE% da dissipação de energia anômala mensurado a 1T de indução máxima em função do tempo de envelhecimento.	84
Figura 73. Perda total do aço GNO110 envelhecido a 225 °C sob diferentes tempos de envelhecimento 1T.	85
Figura 74. Perda total do aço GNO110 envelhecido a 225 °C sob diferentes tempos de envelhecimento 1.5T.	85
Figura 75. Coeficientes angulares e F(Hz) de cruzamento sob indução de 1T. Valores de frequência de excitação extrapolados.....	86
Figura 76. Coeficientes angulares e F(Hz) de cruzamento sob indução de 1,5T. Valores de frequência de excitação extrapolados.....	86
Figura 77. Curvas de frequência de interceptação, a 1,5T, e o diâmetro médio de carbonetos em função do tempo de envelhecimento.	87

Figura 78. Curvas de frequência de interceptação, a 1T, e o diâmetro médio de carbonetos em função do tempo de envelhecimento.	88
Figura 79. Curvas de frequência de interceptação, a 1T, e o diâmetro médio de carbonetos em função do tempo de envelhecimento.	88
Figura 80. Curvas de frequência de interceptação, a 1.5T, e o diâmetro médio de carbonetos em função do tempo de envelhecimento.	89
Figura 81. Curvas de frequência de interceptação, a 1T, e o diâmetro médio de carbonetos em função do tempo de envelhecimento. Amostra descarbonetada, solubilizada e envelhecida.....	90
Figura 82. Curvas de frequência de interceptação, a 1,5T, e o diâmetro médio de carbonetos em função do tempo de envelhecimento. Amostra descarbonetada, solubilizada e envelhecida.....	90
Figura 83. Efeito da indução magnética na interseção das curvas de energia total, medidas sob 1 e 1,5T da liga GNO340 em seu estado como recebido, solubilizado e descarbonetado.	95
Figura 84. Evolução do processo de visualização dos domínios magnéticos por MOKE. Da esquerda para a direita, polimento até 1 μm , polimento até 0,5 μm e polimento até 0,3 μm	96
Figura 85. Domínios magnéticos da amostra solubilizada do aço GNO340, visualizado por MOKE.	96
Figura 86. Domínios magnéticos da amostra da amostra envelhecida por 100 horas do aço GNO340, visualizado por MOKE.	97
Figura 87. Micrografia dos domínios magnéticos da amostra solubilizada do aço GNO70, imagem obtida por MOKE.	97
Figura 88. Micrografia dos domínios magnéticos da amostra envelhecida por 100 horas do aço GNO70, obtida por MOKE.	98
Figura 89. Micrografia dos domínios magnéticos e textura das amostras do aço GNO70 solubilizada e envelhecida por 100 horas.	100
Figura 90. Micrografia dos domínios magnéticos e textura das amostras do aço GNO340 envelhecida por 100 horas, e micrografia da amostra solubilizada.	101
Figura 91. Imagem de domínios magnéticos fotografados de uma amostra do aço GNO110 após a descarbonetação/têmpera. Polimento em 4 horas na sílica coloidal.	102

Figura 92. Imagem de domínios magnético da amostra com 352 horas de envelhecimento sob temperatura de 225°C.	103
Figura 93. Carbonetos ϵ (a) em sua posição de hábito, os demais carbonetos foram suprimidos pois correspondem à posição recíproca da família de planos {100}. Na parte (b) é mostrado o carboneto cementita em seu plano de hábito {110} no formato de placas retangulares cujo maior eixo é perpendicular à direção de seu crescimento $\langle 111 \rangle$. A parede de domínio desenhada corresponde à uma de 180°.	105
Figura 94. Carbonetos épsilon à esquerda e cementita à direita separados por paredes de 180° e 90°.	105
Figura 95. Imagem de domínios magnéticos e precipitados de carbonetos de ferro, referentes a amostra GNO340 envelhecidas por 100 horas. Imagem obtida na universidade McGill em Montreal Canadá.	106
Figura 96. Imagem de domínios magnéticos e precipitados de carbonetos de ferro, referentes a amostra GNO340 envelhecidas por 100 horas. Imagem obtida na universidade McGill em Montreal Canadá.	107
Figura 97. Observação de domínios magnéticos nos contornos de grão, amostra GNO70 solubilizada.	108

SUMÁRIO

Sumário

1. INTRODUÇÃO.....	1
2. OBJETIVOS.....	4
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
3.1. Uma visão geral sobre aços para fins eletromagnéticos de grão não orientado	5
3.1.1. Sobre os elementos de liga dos aços GNO's	5
3.2. O envelhecimento magnético.....	7
3.3. Carboneto de ferro	10
3.3.1 Cinética de precipitação do carboneto de ferro	14
3.3.2 Influência de elementos substitucionais na precipitação do carboneto de ferro	17
3.4 Domínios magnéticos.....	20
3.5 O campo desmagnetizante e o fator desmagnetizante	22
3.6 Mecanismos de dissipação de energia	25
3.6.1 Dissipação de energia por movimentação de paredes de domínios.	25
3.6.2 Efeito dos precipitados nos mecanismos de dissipação de energia	27
3.6.3 O refinamento dos domínios magnéticos.....	32
4. MATERIAIS E MÉTODOS	36
4.1 Introdução	36
4.2 Materiais	37
4.3 Métodos	38
4.3.1 Caracterização microestrutural	38
4.3.2 Observação de domínios por efeito Kerr	39
4.3.3 Descarbonetação.....	40
4.3.3 Tratamentos térmicos	41
4.3.4 Caracterização magnética	43
5. Resultados discussão	45
5.1 Microestrutura	45
5.2 Envelhecimento.....	49
5.2.1 Quantificação dos carbonetos precipitados	49
5.2.2 Envelhecimento mecânico	59

5.2.3 Envelhecimento magnético	61
5.2.4 O envelhecimento magnético e as perdas magnéticas.....	67
5.3 Indução magnética, perdas anômalas e um bocado de ideias	91
5.4 Observação dos domínios magnéticos	95
5.5 Domínios magnéticos e carbonetos	103
6. CONCLUSÕES.....	109
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	111

1. INTRODUÇÃO

Os aços para fins eletromagnéticos de grão não orientado, *GNO*, têm tido suas perdas de energia, em magnetização sob campo alternado, significativamente reduzidas ao longo dos anos, devido à ajuste de parâmetros microestruturais e composicionais [1]. Todavia, estes ajustes têm sido feitos com base na redução da dissipação de energia de motores elétricos aplicado em frequências de excitação de 50 e 60 Hz. No entanto, faz-se agora necessário o desenvolvimento de aços que tenham melhor desempenho em frequências elevadas, como 400 Hz, frequência mais representativa da utilizada em carros elétricos e híbridos devido ao fato de que a rotação deste motor é proporcional à frequência de excitação.

A maior parte da redução das perdas dos aços comercialmente produzidos se dá pelo ajuste microestrutural e adição de elementos de liga. O silício e o alumínio são elementos largamente utilizados, o primeiro em maior quantidade, e têm como resultado o aumento da resistividade elétrica. Quanto à característica microestrutural, o efeito do tamanho de grão tem sido largamente estudado [2]–[5] [7] –[16], assim, é sabido que há um tamanho de grão ótimo, em torno de 150 μm [5]. Contudo, este tamanho ótimo depende da indução magnética e frequência de excitação (f) [6]. Outra componente microestrutural intensamente estudada é a textura cristalográfica destes aços [7], [8]. Melhoras notáveis na textura têm sido obtida com a redução do teor de alumínio [9] e o aumento do tempo de recozimento da bobina a quente que, por sua vez, tende a favorecer a nucleação de componente Goss.

A dissipação de energia que ocorre nos aços para fins eletromagnéticos é resultado de dois fenômenos dissipativos. O primeiro fenômeno, que é a causa da perda parasita, provem de macro correntes de *Foucault* geradas no condutor quando este está sujeito ao fluxo magnético variável. O segundo fenômeno, as microcorrentes, são responsáveis pelas perdas histerética e anômala, e são geradas pela restrição e velocidade de movimentação das paredes de domínio [10].

Para o melhor entendimento da relação entre microestrutura e dissipação de energia, tem-se aplicado o modelo de separação de perdas, que é bastante difundido e utilizado há décadas [11]. Nele é considerado que a energia dissipada é a soma das parcelas de perda parasita, histerética e anômala, Equação 1. Ainda que haja na literatura tentativas de dar sentido físico à cada expoente e constantes que o compõem, o modelo é estritamente fenomenológico. Portanto, não há garantias de sua exatidão em extrapolação ou interpolação para condições diferentes daquelas na qual ele foi criado.

$$P_t = P_h + P_a + P_p \quad \left(\frac{W}{Kg} \text{ ou } \frac{W}{m^3} \right)^* \quad (1)$$

*Quando em unidade de J/m³ ou J/kg as perdas serão nomeadas de dissipação

A perda parasita, P_p , pode ser calculada pela equação de J.J, Thompson [12], essa componente é reduzida com o aumento da resistividade elétrica, diminuição da espessura da chapa e varia com a frequência de excitação na forma de (dissipação de energia) $W_p \propto f \left(\frac{J}{Kg} \text{ ou } \frac{J}{m^3} \right)$. Já a parcela de energia dissipada pela perda histerética, W_h , é função do inverso do tamanho de grão [13], também varia com a textura [14], deformação [15], inclusões/precipitados [6], [16] e independe de f . Por fim, a parcela anômala, W_a , aumenta com o tamanho de grão com expoente de 1,62 mostrado por Almeida [17]. Esta componente é reduzida com o aumento da deformação [15], e é proporcional à frequência de excitação na forma de $W_a \propto f^{0,5} \left(\frac{J}{Kg} \text{ ou } \frac{J}{m^3} \right)$.

Dos fatores e das características microestruturais citadas, tomaremos o efeito dos carbonetos de ferro nas perdas de potência como objeto de estudo do presente trabalho. O efeito destes nas perdas de potência em altas frequências de excitação ainda não foi discutido na literatura dos GNO's.

Durante o processo de magnetização e desmagnetização as partículas de segunda fase, sejam elas carbonetos ou inclusões, tendem a ancorar as paredes

de domínio durante seu movimento [18]. Segundo a literatura, este efeito é mais efetivo quando as partículas têm tamanho próximo aos da espessura da parede de domínio, que é em torno de 0,1 a 1 μm [19], [20]. A restrição desta movimentação é consequência da diminuição da energia magnetostática e da energia da parede quando ela intercepta uma partícula.

É possível levantar hipóteses a respeito do resultado da interação entre os carbonetos e paredes de domínios nas perdas magnéticas. É esperado que, durante o ciclo de histerese, o sistema acumule energia quando as paredes de domínios estão ancoradas, e depois uma parte desta energia será dissipada quando a parede é liberada e a outra parte será consumida pela nucleação de novas paredes de domínio que possibilitaram a continuidade do processo de magnetização. Dependendo da frequência de excitação do processo, haverá, então, aumento da densidade das paredes de domínio por unidade de volume, o que pode ser compreendido como refino dos domínios magnéticos. Nesta condição, a velocidade de movimentação de uma parede é menor do que em uma situação sem a presença de carbonetos. Portanto, devido à redução de velocidade das paredes, é esperado que haja redução na taxa com que a P_a aumenta com a frequência de excitação.

Este projeto tem como objetivo estudar o efeito dos carbonetos precipitados durante o tratamento térmico de envelhecimento forçado, nas perdas magnéticas do aço GNO aplicado em altas frequências de excitação. Bem como testar a hipótese de que na presença do envelhecimento haverá redução na taxa de aumento da perda anômala com o aumento da frequência de excitação.

2. OBJETIVOS

Esta tese tem os seguintes objetivos:

Estudar o efeito dos carbonetos precipitados durante o tratamento térmico de envelhecimento forçado, nas perdas magnéticas do aço GNO aplicado em altas frequências de excitação;

Testar a hipótese de que a presença de carbonetos de ferro possa promover o refino dos domínios magnético e por consequência provocar a redução das perdas anômalas do material envelhecido quando aplicado em altas frequências de excitação.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Uma visão geral sobre aços para fins eletromagnéticos de grão não orientado

Os aços para fins eletromagnéticos de grão não orientado, GNO, constituem uma pequena fatia do mercado de aços laminados do país. São considerados uma solução econômica e viável para diversas aplicações como, motores elétricos, geradores, reatores de potência, etc. Possuem a capacidade de amplificar em milhares de vezes o campo magnético criado por corrente elétrica, graças a sua alta permeabilidade.

Em geral, os aços usados em motores elétricos são classificados em: aço totalmente processado, que constitui um material pronto para uso e sem qualquer necessidade de tratamento térmico; aço semiprocessado, que por sua vez, são comercializados com encruamento, e demandam recozimento posterior. Têm sido comercializados nas espessuras de 1 a 0,35 mm, com perdas que variam de 8 até 1,95 W/kg (1,5T-50Hz), respectivamente [21].

Quanto a sua textura, não possuem uma pronunciada. Há sim, uma textura desejada ($(100)\langle 0vw \rangle$), contudo, o processo para obtê-la ainda não foi alcançado. Alguns processos têm sido desenvolvidos objetivando o aumento na intensidade de texturas mais favoráveis à magnetização. Como exemplo pode ser citado o recozimento da bobina a quente, BQ. O aumento do tempo de recozimento da BQ favorece o crescimento de grão, que na deformação plástica cria bandas de deformação que serão fonte de nucleação para a componente Goss durante o recozimento final [22].

3.1.1. Sobre os elementos de liga dos aços GNO's

A adição do silício ocorreu em meados de 1900, sendo considerada essa a data do início dos aços GNO. Artigos e patente desta época dão conta que de fato, a utilização do silício era novidade na fabricação dos aços para fins eletromagnéticos, como pode ser visto em [23]. O efeito da presença do Si pode

ser visto na Figura 1, [1]. A sua adição promove o aumento da resistividade elétrica, ρ , reduzindo diretamente a perda parasita. Vale ressaltar que, outros elementos como alumínio, fósforo e manganês são também capazes de aumentar a resistividade elétrica, vide Figura 2 de [24].

Figura 1. Adição de silício e evolução das perdas nos aços para fins eletromagnéticos GNO. Adaptada de [1].

Figura 2. Efeito do P, Si, Al, Mn sobre a resistividade elétrica do Fe_α [24].

O alumínio tem, do ponto de vista magnético, efeito semelhante ao do silício nos aços elétricos. Entretanto, ao formar nitreto de alumínio, ele tende a ancorar o crescimento de grão, causando deterioração na textura e assim redução da permeabilidade magnética [25], [26]. A partir de 2008 têm sido desenvolvido aços elétricos com baixo teor Al, estes aços apresentam maior pureza, melhora na permeabilidade magnética e melhora na textura cristalográfica [9].

O efeito do Mn é estudado seja em conjunto com o efeito do enxofre, devido a formação de sulfetos, seja em solução sólida na matriz ferrítica. Baixos teores de manganês, entre 0,25 a 0,65 %, promovem melhora da permeabilidade magnética [27], [28], já teores acima de 1 % dificultam o crescimento de grão, portanto, causa efeito deletério nas propriedades magnéticas. Apesar do intenso aumento da resistividade promovido pelo fósforo, ele também terá efeito deletério, pois trata-se de um elemento fragilizante e refinador de tamanho de grão [29] [30].

3.2. O envelhecimento magnético

O envelhecimento magnético se dá devido à nucleação de precipitados que causam piora das propriedades magnéticas. Este fenômeno pode ocorrer durante as condições de uso do material. É resultado da combinação de tempo prolongado e da temperatura de trabalho, que em muitos motores pode estar entre 80 e 100 °C. Segundo a NBR 5161, o envelhecimento magnético é quantificado pelo índice de envelhecimento, IE%, que é a variação relativa da perda de potência magnética total provocada pelo fenômeno, Equação 2 [31]. A norma citada não está mais em vigor, foi substituída pela NBR-NM71 [32].

$$IE\% = \frac{P_{Te} - P_T}{P_T} \times 100\% \quad (2)$$

Em que:

P_T = perda total do aço sem envelhecimento.

P_{Te} = perda total do aço com envelhecimento.

Nesta equação as perdas podem ser substituídas por dissipação de energia (W) em J/kg ou J/m³.

Nos aços para fins eletromagnéticos, o envelhecimento causa forte aumento no campo coercivo, H_c , por consequência, aumenta a perda histeréticas que pode ser estimada pela relação $W_h = 4\Delta H_c * B_{max}$ dada em [11]. Por sua vez, o efeito do envelhecimento magnético nas perdas anômalas não tem sido discutido na literatura, o resultado mais próximo à este comportamento pode ser visto na Figura 3 [33]. Vale destacar que, neste caso, o aumento do teor de carbono em aços envelhecido é que promoveu a redução da perda anômala, e não o envelhecimento propriamente dito. Na perda parasita não há ocorrência de qualquer modificação, pois o fenômeno não altera a resistividade elétrica medida na temperatura ambiente.

Figura 3. Variação das componentes de perda total medidas 1,5T a 60Hz em função do teor de carbono para diferentes aços. Envelhecimento executado a 225 °C por 24 horas. Adaptada de [33].

O carbono é reportado como o principal causador do envelhecimento. A fim de se evitar essa ocorrência, o GNO tem seu teor de carbono reduzido por meio do tratamento termoquímico de decarbonetação. Contudo, deve ser salientado que, quantidades de carbono maiores que 20 ppm são suficientes

para promoção do envelhecimento [34], uma vez que a solubilidade do C no Fe_α a CNTP é $8,5 \times 10^{-12} \%$ [35]. A variação do IE com o teor de carbono pode ser observada na Figura 4, tratamento realizado por 24 horas a 210 °C [36].

Figura 4. Variação do índice de envelhecimento em função do teor de carbono para ligas envelhecidas por 24 horas a 210 °C, [36]

Segundo a norma NBR-NM 71 - (NM – Norma Mercosul) –, em vigor a partir de 2000, é admitido um percentual máximo de 5 % de IE. Todavia, na indústria brasileira tem se admitido suscetibilidade ao fenômeno de até 10 % [37]. O campo coercivo, H_c , até o fim dos anos 80 configurava como parâmetro mais utilizado para indicar o envelhecimento. O motivo pelo qual caiu em desuso é desconhecido.

Apesar de o carbono ter sido exposto como o único causador do envelhecimento magnético, ele não o é. Elementos como nitrogênio e enxofre são capazes de precipitar juntamente com o ferro e promover a deterioração das propriedades. A precipitação de partículas de FeS e F_4N tem sido reportado pela literatura como potenciais para aumento das perdas durante o envelhecimento magnético [38]. A precipitação de F_4N é favorecida pela baixa solubilidade do N no Fe_α (1 ppm - CNTP), alta difusividade em função da distância, 10 μm a 200 °C em 24 horas, e pela sua baixa energia livre de formação, 2 KJ/mol a 200°C [38]. Por sua vez, o FeS requer elevada energia livre de formação, 26 KJ/mol a 200°C e possui baixa mobilidade difusional na matriz do Fe_α .

Apesar das condições termodinâmicas favoráveis à nucleação do F_4N , ensaios de atrito interno realizados a 200 °C/24h para aço semiprocessados

contendo 34 ppm N, não evidenciaram sua precipitação. Os teores do elemento em solução sólida e intersticial se mantiveram estáveis, devido à presença de Al [37].

3.3. Carboneto de ferro

Como consequência da instabilidade do carbono em uma matriz supersaturada, três precipitados podem ser nucleados. Em temperaturas abaixo de 70°C tem sido evidenciado um carboneto de baixa temperatura (*LTC*), no intervalo de 70 a 200°C o carboneto ϵ e acima deste valor a cementita, como pode ser observado na Figura 5 [39]. Nesta mesma figura, o nó observado em todas as curvas marca a transição entre *LTC* e ϵ .

Figura 5. Isotermas de envelhecimento obtidas por atrito interno do aço com 430 ppm C, 200 ppm Si, 610 ppm S, 200 ppm Al. Adaptada de [39].

Os carbonetos formados em baixas temperaturas, conhecidos em inglês como *low temperature carbide* (*LTC*), possuem tamanho da ordem de dezenas de nanômetros e são metaestáveis, descompõe-se com o tempo como mostrado na Figura 5. Possivelmente foram observados por Leslie [40] em envelhecimento da liga Fe - 140 ppm C - 0,45 % a 60 °C/500 min. O autor o descreve com

tamanho de 200 Å e de plano de hábito indeterminável, todavia, não o atribuiu a nomenclatura de LTC.

Devido ao seu tamanho e sua faixa de temperatura de precipitação torna-se demasiado conjecturar que, o LTC provoque envelhecimento magnético. De fato, os precipitados que são nocivos às propriedades magnéticas devem ter tamanho da ordem da espessura da parede de domínio, como é o caso do carboneto metaestável, ϵ , e o carboneto estável cementita.

O carboneto metaestável, ϵ , de fórmula $\text{Fe}_{2,4}\text{C}$, precipita na forma de discos, segundo Leslie [41]. Para ligas Fe-C, tem sua precipitação iniciada a partir de 70°C [41]. Com relação à morfologia, o carboneto ϵ pode precipitar na forma de disco para aços com adição de Si, ou na forma de dendrita para aços sem adição de elementos de liga e possui estrutura cristalina hexagonal [41], [42]. Tem como plano de hábito a família de planos {100} da ferrita. Sua faixa de tamanho médio é 0,1 a 0,4 μm [43][44]. Contudo esse tamanho é função da presença de elementos substitucionais, do tempo e da temperatura de envelhecimento.

A cementita, Fe_3C , tem plano de hábito {110} na ferrita [45], aparecem normalmente como plaquetas dispostas formando dendrita. Apresentou tamanho médio de até 1,6 μm para aços com 0,13 % Si e 130 ppm C envelhecido por 250°C/2,7h [45]. Apesar de ferromagnética na temperatura ambiente, e com ponto de Curie de 210 °C, quando dispersa na forma de partículas a cementita, a cementita não exibe qualquer propriedades do ferromagnetismo [46][20].

A temperatura de transição entre o carboneto metaestável e cementita é dada em função do teor de carbono, Figura 6, [47]. A partir da figura pode ser observado que, o silício e alumínio quando presentes tendem a elevar a temperatura de transição dos carbonetos metaestáveis à Fe_3C . As causas deste fenômeno têm sido baseada nas hipóteses de que a presença de Si e/ou Al modificam a atividade do carbono, a taxa de nucleação do precipitado e a cinética de engrossamento [40].

Figura 6. Curva solvus para Fe_3C e carboneto ϵ no ferro e no Fe-1,2Si-0,7Al. Adaptada de [47].

Baseado no tamanho médio do carboneto ϵ e nos estudos de Dijkstra e Wert [46] é possível prever que sua dimensão é nociva às propriedades magnéticas. A curva da Figura 7 representa o pico de incremento de H_c causado por carbonetos com a faixa de tamanho do carboneto ϵ , curva obtida teoricamente [46]. Neste caso a curva representa o aumento esperado de energia causado pela restrição do movimento da parede de domínio devido ao efeito magnetostático. Este efeito será ampliado mais adiante.

Figura 7. Campo coercivo em função do tamanho médio da partícula. A espessura da parede de domínio (δ) pelo tamanho do precipitado. Adaptado de [46].

Resultados de medida de envelhecimento causados por carboneto ϵ foram mensurados por diversos pesquisadores. Ray e Mohanty [20] estudaram quatro tipos de aços com teores de Si de 0,3 a 1,52 % e 130 a 200 ppm C, e mostraram a baixa nocividade no carboneto em questão, quando comparado com a cementita. Leslie e Rauch [40] mostraram que a presença de ϵ , estabilizado pelo Al, retardou tanto o envelhecimento magnético quanto o envelhecimento mecânico, quando comparado com liga de mesmo teor de carbono.

O efeito mais severo do envelhecimento nas perdas magnéticas é associado à precipitação da F_3C , devido ao seu tamanho médio, em geral, 1 a 5 vezes o tamanho da parede. O efeito do carboneto estável pode ser previsto pela Figura 7. Ray e colaboradores [48] mostraram claramente a influência da cementita no aumento do campo coercivo, Figura 8. Ainda na mesma figura, é importante destacar que, com o aumento da temperatura a precipitação da cementita é acelerada, adiantando também o aumento de H_c .

Figura 8. Aumento de H_c em função do tempo de envelhecimento para aço ao fósforo. Picos de envelhecimentos associados à cementita.

3.3.1 Cinética de precipitação do carboneto de ferro

A cinética de precipitação dos carbonetos nos aços baixo carbono pode ser tratada pelo modelo de Avrami, dado pela equação 3.

$$f = 1 - e^{-Kt^n} \quad (3)$$

Em que:

f = fração de precipitados.

k = constante cinética da reação.

n = expoente do tempo.

t = Tempo.

As constantes k e n podem ser encontradas aplicando as propriedades do logaritmo ($\ln$), sendo reescrita como $\ln \ln \left(\frac{1}{1-f} \right) = \ln k + n \ln t$. Portanto, $\ln k$ é dado como interseção da reta e n é a inclinação.

A partir da constante cinética da reação de precipitação, pode ser obtido a energia de ativação da precipitação (Q), equação 4. Reescrevendo, tem-se como $\ln K = \ln k_0 - \frac{Q}{R} \frac{1}{T}$, é possível com duas ou mais temperaturas (T) obter a energia de ativação (Q). Como o presente trabalho realizou o envelhecimento em uma única temperatura para cada liga a tarefa não será abordada.

$$K = K_0 e^{-Q/RT} \quad (4)$$

Valores para o expoente n tem sido mostrado pela literatura. Segundo Neife e colaboradores [39], magnitudes de n entre 1 a 1,5 são características de reação que cresceram de pequenas dimensões e que não haverá mais nucleações. Ainda segundo Neife, os altos valores de n em temperaturas abaixo de 75°C estão ligados a precipitação LTC e acima deste valor estão relacionados à nucleação de ϵ e cementita.

Corroborando com os resultados de Neife [39] Vandeputte e Cooman [49] encontraram expoente de [0,58 - 0,70] para temperaturas abaixo de 77°C, associando-o ao carboneto de baixa temperatura, e [0,42 - 0,48] em temperaturas de 77 °C, sendo o início da precipitação de carbonetos ϵ .

Ainda que a energia de ativação de precipitação Q não seja obtida pela prática experimental deste presente trabalho, vale destacar alguns resultados proveniente da literatura. Para a precipitação de LTC e ϵ Vandeputte *et. al.* [49] obtiveram os valores de 85,6 e 74 KJ/mol, respectivamente. Por sua vez, Leslie e colaboradores [41] encontraram 84 KJ/mol para a cementita.

Não é impreterível que a cinética do envelhecimento seja tratada em função da fração de precipitação, equação 3 e 4. É possível e admissível que propriedades sensíveis à precipitação possam ser correlacionadas ao tempo de envelhecimento para se determinar a cinética em função da propriedade. Como exemplo, o tempo de envelhecimento pode ser relacionado ao %IE, à variação

de H_c , ao limite de escoamento e à dureza. Contudo, o expoente n e a energia de ativação não podem ser obtidos por este tratamento.

Como exemplo da condição supracitada, Gary e Slane [47] trabalharam com aços contendo Si, Al e 90 ppm de C e tomaram como base de avaliação cinética o índice de envelhecimento. Na Figura 9, o “nariz” da curva mostra o início do envelhecimento magnético, o que corresponde ao IE >1%. Pode ser notado ainda que, o maior envelhecimento percentual não corresponde ao “nariz” da curva. Portanto, a temperatura e o tempo no qual o fenômeno se inicia não corresponde ao tempo/ temperatura que levará à maior deterioração.

Figura 9. Percentual do aumento da perda total (dentro da figura) para temperaturas de 150 até 750 °C com diferentes tempos [47]. Adaptada pelo autor do trabalho

Por se tratar do capítulo de cinética, é importante destacar que a presença do Si reduz a taxa de crescimento/engrossamento do carboneto ϵ . Gary e Slane [47] mostraram que após a partícula atingir um determinado tamanho, não ocorre mais crescimento com o aumento do tempo de envelhecimento para ligas com a presença de Si, Figura 10. Portanto, no caso destes aços, a temperatura terá maior força na promoção do pico de envelhecimento do que o tempo.

Figura 10. Efeito do Si na cinética de engrossamento do carboneto ϵ . Adaptado de [47].

Neste ponto é importante destacar que: para aços, o envelhecimento das propriedades mecânicas ocorre mais rapidamente do que o envelhecimento das propriedades magnéticas. Essa diferença é justificada pelo fato de que o tamanho do precipitado para conter uma discordância, que tem espessura de um átomo, é bem menor do que o precipitado que ancorará uma parede de domínio, com espessura de centenas de átomos. Corroborando com o exposto, Leslie e Rauch [40] mostraram que para um aço com 230 ppm C envelhecido a 150°C, o tempo do pico de envelhecimento mecânico é 100 vezes menor que o magnético.

3.3.2 Influência de elementos substitucionais na precipitação do carboneto de ferro

Os elementos substitucionais são adicionados nos aços para fins eletromagnéticos intencionalmente, com intuito de melhorar suas propriedades magnéticas e mecânicas. Dentre estes, podem ser citados o silício, alumínio, manganês. Contudo, há ainda, elementos que são provenientes dos processos de refino do aço, como enxofre, fósforo e titânio. O teor no qual eles estão presentes nos aços GNO tem sido reduzido ao longo dos anos.

Solutos substitucionais podem afetar a precipitação de carbonetos a partir do Fe_α supersaturado. Esta influência é dada pela modificação de diversos fatores como taxa de precipitação, coeficiente de atividade do carbono, temperatura de transição entre os tipos de carbonetos. É provável que tais fatores possam ser refletidos em única propriedade, a difusividade.

O efeito dos solutos substitucionais no envelhecimento pode ser discutido com base na solubilidade. Caso o elemento tenha maior solubilidade nos carbonetos do que na ferrita, é provável que ele não afete sua taxa de crescimento, não obstante, ele poderá influir na estrutura, na taxa de nucleação e nos sítios de nucleação desse carboneto. Caso contrário, em que o elemento substitucional é insolúvel no precipitado, ele será capaz de modificar a taxa de precipitação do carboneto, de acordo com Leslie e Rauch [40].

Uma ótima introdução e síntese sobre o assunto foi feita por Ray [50] no seu trabalho sobre o efeito do fósforo na precipitação de carbonetos de ferro. Segundo o autor, a ação dos solutos Si, Mn e Al na temperatura de transição $\epsilon/\text{cementita}$ não pode ser explicada apenas levando em conta a modificação do coeficiente de atividade do C no Fe_α . Por sua vez, a estabilidade do carboneto tem sido dada como o principal aspecto de interferência na temperatura de transição.

A estabilidade da cementita é maximizada pelo Mn, o que provoca a redução de sua temperatura de iniciação de precipitação. No sentido oposto, Al e Si reduzem a estabilidade da cementita, diminuindo a temperatura/tempo de transição $\epsilon/\text{cementita}$ [40]. Este resultado foi confirmado para o Si, por Ray e Mohanty [43], vide Figura 11. Nota-se que, para o mesmo período e temperatura de envelhecimento, a liga com menor teor de Si apresentou a presença da cementita.

O trabalho de Gary e Alane [47] corroboraram com as conclusões a respeito da influência do silício na estabilidade dos carbonetos. Os autores estudaram a estabilidade do carboneto ϵ e mostraram que a temperatura de transição de $\epsilon/\text{cementita}$ foi aumentada devido a presença de Si.

Figura 11. Efeito do silício no tempo e temperatura de precipitação, e também no tamanho médio da cementita. Adaptado de [43].

Com relação ao Mn, pode ser dito que sua presença tende a aumentar o índice de envelhecimento, uma vez que ele favorece o surgimento de cementita, como confirmado pelos resultados de Chang [51]. A razão da estabilização da cementita está ligada ao fato de o manganês formar uma forte ligação com o ferro [52].

O fósforo tem comportamento oposto ao do Mn. Quando em temperatura favorável, na qual possa se difundir, o P tende a segregar em interfaces do tipo contorno de grão e precipitado matriz. Esse comportamento impede que haja transporte de carbono para o precipitado, dificultando seu crescimento/engrossamento. Ray [50] mostrou que, mesmo sob temperatura de 300°C a presença de 0,2%P retardou o engrossamento da cementita, e que o resultado pode ser interpretado como consequência de uma reação controlada pela 'reação de interface'.

Como fechamento do capítulo, pode ser trazido à tona o que foi relatado por Marra [37] em seu trabalho de doutorado. Segundo o autor, transcrito aqui

de forma indireta - não há ainda consenso do efeito determinado de cada soluto na temperatura de transição, na atividade do carbono e na taxa de crescimento do carboneto -.

3.4 Domínios magnéticos

Domínios magnéticos são regiões magnetizadas espontaneamente até a saturação. Dentro dos domínios, os momentos magnéticos atômicos de cada átomo estão alinhados na mesma direção. Este paralelismo é forçado pela energia de troca, E_T . A direção de magnetização espontânea do domínio magnético é sempre a direção de fácil magnetização do sistema cristalino nos aços GNO, devido à redução da energia de anisotropia magnetocristalina, E_K .

A presença de um único domínio, nos materiais ferromagnéticos, sem a aplicação de um campo magnético externo, é inviável, pois geraria forte energia magnetostática, E_M , devida ao campo desmagnetizante. A fim de evitá-la, ocorrerá a subdivisão dos domínios, fechando, portanto, o fluxo do campo magnético.

Os domínios vizinhos são separados por fronteiras, chamadas de paredes de domínio. Na parede de domínio ocorre a transição gradual da direção do momento magnético atômico, até a direção do domínio adjacente.

Duas formas de rotação do momento magnético dentro da parede de domínio são possíveis, Figura 12 [53]. Na primeira, chamada de paredes de Néel, o vetor magnetização gira perpendicularmente à parede. No segundo caso, quando a rotação do momento magnético ocorre paralelamente a parede tem-se uma parede de Bloch.

Com relação aos domínios adjacentes, no caso do ferro, as paredes podem separar domínios de 90° ou de 180° . Em um sistema cristalino cúbico, a energia de uma parede de 90° e 180° podem ser calculadas por meio das equações 5 e 6, respectivamente.

$$\sigma_{90^\circ} = 2\sqrt{AK_1} \quad (5)$$

$$\sigma_{180^\circ} = 4\sqrt{AK_1} \quad (6)$$

Em que:

K_1 = a constante de anisotropia magnetocristalina de primeira ordem.

A = constante de troca.

Figura 12. Paredes de Bloch (a) e parede de Néel (b). Ambas com rotação de 180°.

A espessura de uma parede, δ , pode ser estimada pela equação 5. Ela depende do equilíbrio das energias de anisotropia magnetocristalina e de troca. Na Figura 13 é ilustrado como é compreendido a espessura de uma parede de 180°.

$$\delta = \pi \sqrt{A/K_1} \quad (5)$$

Diversos autores têm proposto diferentes medidas de δ , alguns o fazem por meio de cálculos, equação 5, outros por meio do tamanho efetivo de partículas que causam o maior efeito nocivo. A partir da equação 5, Cullity [54] propôs uma espessura de 0,04 μm para uma parede de 90°. Segundo Bozorth [55], o tamanho é de 0,1 μm . Dijkstra e Wert [46] considerando que, o máximo efeito causado pelo envelhecimento no H_c é dado quando o diâmetro do precipitado é aproximado a δ , propuseram o tamanho de 0,12 μm . A espessura de parede medindo 0,1 μm parecer ser bem difundida na literatura,

principalmente nos estudos que envolve precipitação de carbonetos, como o trabalho de Ray e Mohanty [20].

Figura 13. Rotação do momento para uma parede de 180° , e sua compreensão de espessura.

O desacordo mostrado com relação à δ pode advir das diferentes equações para o determinado cálculo e das considerações realizadas por Dijkstra *et. al* [46]. Os autores consideram que o aumento máximo de H_c será observado quando a partícula tiver diâmetro próximo à espessura da parede. No entanto, os resultados mais deletérios serão observados quando houver a “melhor” combinação entre tamanho médio da partícula e fração volumétrica/densidade de partículas.

3.5 O campo desmagnetizante e o fator desmagnetizante

Partículas inseridas dentro de domínios magnéticos podem produzir polos norte e sul, assim como os ímãs permanentes o fazem. O surgimento destes polos é ocasionado pelo próprio sentido do fluxo do campo magnético do domínio, H_{ex} , sendo este, convencionalmente, saindo do polo sul em direção ao norte. No interior desta partícula existe também um fluxo de campo magnético induzido pelos polos em suas extremidades. No entanto, este campo magnético interno terá sentido oposto ao campo externo e é chamado de campo desmagnetizante, H_d , Figura 14.

Figura 14. Origem do campo desmagnetizante no interior de partículas inseridas em domínios magnéticos.

O campo desmagnetizante dará origem à energia magnetostática, E_M . Esta energia será a principal causa do ancoramento de paredes de domínios, quando estes interceptarem partículas de diâmetro da ordem de sua espessura.

A magnitude de H_d pode ser obtido pela relação $H_d = -N_a M$. Contudo, obtenção de N_a , conhecido como fator desmagnetizante, é onerosa. Este fator depende da direção (X, Y e Z) na qual o corpo recebe o campo externo, e sua soma nas três direções deve ser igual a 1 (no SI). Para o caso de esferas, o fator desmagnetizante será $N_x = N_y = N_z = 1/3$.

A determinação do fator magnetizante pode ser realizada para elipsoides, sendo necessário conhecer seu eixo perpendicular ao campo desmagnetizante e as componentes deste campo nos demais eixos [64]. Para um elipsoide de eixos a , b e c , é possível determinar o fator desmagnetizante para diferentes relações entre seus eixos. Todavia, os casos mais trabalhados pela literatura são para esferoides prolatos (formato de charuto) em que os eixos $a = b < c$ (Figura 15b), e para o esferoide oblato (formato de lentilha) em que os eixos $a < b = c$ (Figura 15a). Os equacionamentos para ambos os formatos são descritos por Cullity [54] baseado no trabalho de J.A. Osborn [64], equação 9 para oblato e

equação 10 para prolato. Estas equações levam em consideração que o eixo c do esferoide é muito maior que o eixo a (cerca de 40x para carbonetos).

Figura 15. a) esferoide oblato, b) esferoide prolato. $v_3 = c$, $v_2 = b$ e $v_1 = a$.

$$N_c = N_b \approx \frac{\pi}{4^{c/a}} \quad (9a)$$

$$N_a \approx 1 - \frac{\pi}{2^{c/a}} \quad (9b)$$

$$N_c \approx \frac{1}{c/a} \left(\ln \left(2 \frac{c}{a} \right) - 1 \right) \quad (10a)$$

$$N_a = N_b \approx \frac{1}{2} \quad (10b)$$

A respeito das equações pode ser observado que: na geometria oblata, quando o eixo c ou b é bem maior que o eixo a, o fator desmagnetizante de $N_c = N_b$ tendem a zero, em contra partida, N_a tende à 1, sendo este, o valor máximo. Nas formas prolatas, os maiores fatores desmagnetizantes serão obtidos para as direções a e b ($N_a = N_b$), quando eixo c é bem maior que o eixo a ou b, seu valor tende a 0. Assim, pode ser sintetizado que, partículas longas que possuem seu maior eixo longitudinal à direção do campo de magnetização, tendem a sofrer pouco campo magnetostático, de forma oposta, partículas cujo eixo mais

longo se encontram perpendicular a direção H , seus menores eixos experimentaram maior efeito desmagnetizante.

Vale destacar ainda que, o esferoide oblato é uma forma geométrica que se aproxima do carboneto épsilon (ϵ). Este constituinte teve sua morfologia revelado por Leslie e colaboradores [42]. Da mesma forma, o carboneto Fe_3C pode ser considerado geometricamente próximo ao esferoide prolato. Tais considerações serão úteis para a discussão sobre o efeito do campo desmagnetizante como energia para ancoramento de partículas. As diferenciações entre as morfologias apresentados pelos carbonetos são importantes uma vez que a literatura tem tratado apenas de campo desmagnetizante em partículas esféricas.

3.6 Mecanismos de dissipação de energia

Os mecanismos de dissipação de energia nos aços estão relacionados à movimentação, nucleação/aniquilação e à rotação irreversível das paredes de domínio [56]. E também, às não menos importantes, correntes parasitas, que circulam em torno do material e dissipam energia por efeito Joule. Assim, neste capítulo serão abordados apenas os mecanismos dissipativos relacionados à dinâmica das paredes de domínios magnéticos.

3.6.1 Dissipação de energia por movimentação de paredes de domínios

A movimentação das paredes de domínios decorre da aplicação do campo magnético externo, H_E . Forças magnetostáticas levam à expansão de domínios magnéticos que possuam sentido próximo ao do H_E aplicado. Este crescimento se dá pela movimentação das paredes de domínio. Na hipótese de o campo aplicado ser forte o suficiente, ocorrerá a saturação magnética, ou seja, situação de monodomínio.

Quando campo magnético externo é aplicado com a frequência tendendo a zero, a velocidade de movimentação da parede de domínio será desencadeada pelo campo aplicado [57]. Durante seu deslocamento, as paredes serão ancoradas por obstáculos como contornos de grão, discordâncias e partículas de segunda fase. Neste momento estacionário da parede, o campo magnético crescente ocasionará o aumento da energia magnetostática, fazendo com que ela volte a se mover. Esse desprendimento será abrupto, e levará à dissipação de energia, conhecida como perda histeréticas, P_h .

A velocidade de deslocamento de uma parede pode ser proporcional à frequência de excitação, devido à variação do campo em função do tempo de cada ciclo de histerese, equação 6 [58]. Na ausência de um impedimento, a velocidade será crescente, provocando microcorrentes de Foucault em torno da parede. Tem-se então, a dissipação de energia que dá origem à perda anômala. Vale ressaltar que, a velocidade da movimentação de uma parede de domínio não dependerá pura e exclusivamente da razão mostrada na equação 6, haverá uma constante microestrutural relativa à dificuldade desta parede se mover (β), e implicará, portanto, em sua velocidade de deslocamento, equação 7.

$$\frac{dH_E}{dt} \propto f \quad (6)$$

$$f \frac{1}{\beta} \propto V_{DW*} \quad (7)$$

$V_{DW*} = \text{velocidade a parer de domínios em condição real.}$

A dinâmica dissipativa descrita acima deriva do ciclo da histerese magnética. Durante o ciclo, alguns fenômenos dissipativos sucedem preferencialmente em determinados trechos da curva de histerese. Na parte hachurada, Figura 16, ocorre, em maior proporção, a dissipação de energia relacionada a velocidade das paredes de domínio [59]. Desta forma, neste trecho da histerese está presente a perda anômala.

Nos trechos de alta indução, que compreendem as regiões acima da permeabilidade máxima, a ocorrência da perda anômala tende a diminuir. A partir

deste ponto, a velocidade de deslocamento das paredes é reduzida. Por consequência, a aniquilação/nucleação e rotação irreversível tomam lugar, e passam a ser responsáveis por maior parte da dissipação de energia [60]. Em geral, é aceito que tais fenômenos são pouco contributivos à perda anômala [59].

Tanto a movimentação das paredes como, a nucleação/aniquilação e rotação irreversível geram perdas histeréticas. À vista disso, o trecho de alta indução é responsável em sua maior parte pela perda histeréticas.

Por fim, o ciclo de histerese é realizado, principalmente, pela movimentação das paredes de domínio de 180° . As paredes de 90° , são, em resumo, paredes de fechamento, e atuarão em trechos de alta indução. Durante este ciclo, e principalmente nas partes de alta indução magnética, defeitos cristalinos, partículas e contornos de grão poderão agir como sítios de nucleação de domínios de magnetização reverter [61].

Figura 16. Histerese magnética dividida em áreas de baixo e alta indução.

3.6.2 Efeito dos precipitados nos mecanismos de dissipação de energia

Antes da exposição das interações entre precipitados e paredes de domínio, é importante destacar que os carbonetos aqui discutidos serão considerados não magnéticos. Essa consideração é sustentada pelos experimentos realizados Dijkstra *et. al.* [46]. Medidas de campo coercivo em função da temperatura, para além da temperatura de Curie da cementita, não evidenciaram nenhuma modificação de H_c . Os resultados levaram os autores a concluir que, apesar das propriedades ferromagnéticas da cementita, o precipitado se comportou como uma partícula não magnética.

O primeiro sinal do encontro das paredes de domínios e precipitados, do ponto de vista magnético, é dado pelo aumento do campo coercivo. O que, em suma, leva ao aumento da perda histeréticas, equação 7 (uma relação simplificada).

$$W_h = 4\Delta H_c * B_{max} \quad (7)$$

A interação entre as partículas e as paredes de domínios podem ser estudadas pelo diâmetro médio das partículas, d , com relação à espessuras das paredes, δ , vide tabela I [46]. Dois tipos de interação são capazes de ancorar uma parede de domínio. Elas serão originárias da redução da energia da parede, σ , ou pela redução da energia magnetostática E_M .

- ***Interação causada pela redução da energia da parede***

A energia de uma parede de domínio é proporcional ao seu volume por meio da constante de troca, vide equação 5. Uma parede ao interceptar um precipitado, terá seu volume reduzido, por conseguinte, diminuirá sua energia global. Neste momento, se estabelece uma relação de equilíbrio entre parede e precipitado. Para que a parede volte a se mover, deverá ser criado um volume de parede que até então era ocupado pelo precipitado. Tem-se aí, portanto, o dispêndio de energia que será incrementado ao H_c .

As equações usadas por Dijkstra e colaboradores [46] estimam a variação do campo coercivo em função do diâmetro médio dos precipitados, d .

Considerando os termos adicionais das equações como constantes, adotando neste caso, que a única variável será o diâmetro médio, é apresentado na Tabela I a relações de proporcionalidade de H_C com d .

Tabela I. Tamanho de precipitados e equações para diferentes efeitos [46].

Relação d e δ	Redução de energia por redução de volume		Redução campo magnetostático	
$d \gg \delta$	$H_C \propto d$	(10)	$H_C \propto d^2$	(13)
$d \ll \delta$	$H_C \propto d^3$	(11)	$H_C \propto d^5$	(14)
$d \approx \delta$	$H_C \propto d^{3/2}$	(12)		(15)

Na Figura 17 estão as curvas que correspondem ao efeito do diâmetro da partícula em relação à H_C . A curva “a” concerne ao aumento previsto do campo coercivo pela redução de energia de volume das paredes, a curva “b” diz respeito ao incremento esperado de H_C devido ao efeito atenuante do campo magnetostático. Por sua vez, as curvas “a1” e “a2” foram obtidas pelas equações que deram origem às relações 11 e 10 da Tabela I, respectivamente. Concomitantemente a curva “b1” deriva da equação que deu origem à relação 14, e o ponto “B” da equação relativa à relação 15, ambas na Tabela I.

Figura 17. Comportamento esperado curva ‘b’ e ‘a’. Demais curvas obtidas pelas equações da Tabela I.

- **Interação causada pela redução da energia magnetostática**

A presença de uma partícula não magnética dentro de um domínio será percebida por ele com um vazio. Haverá, desta forma, a criação de polos magnéticos livres, como mostrado pela Figura 18a. Quando a parede de domínio interceptar este precipitado ocorrerá a redistribuição dos polos livres Figura 18b, minimizando a energia do campo desmagnetizante (energia magnetostática), E_M , equação 8 [46].

É importante acentuar que, quando a presença da partícula causar aumento exacerbado da E_M poderão nuclear domínios de fechamento (90°) em torno de si, Figura 18 (a) (b) e Figura 19. Em contrapartida, partículas com tamanho próximo ao da espessura da parede de domínios magnéticos e com magnetização de saturação próximas à da ferrita não serão capazes de criar tais domínios [20] [61].

Figura 18. Redistribuição dos dipolos magnéticos. Partícula com alta energia magnetostática (a), redistribuição (b) dos dipolos e decréscimo de energia magnetostática devido a presença da parede.

$$E_M = \frac{1}{2} [N_d] J^2 \therefore E_M = \frac{1}{2} [1/3] J^2 V \quad (8)$$

N_d = fator desmagnetizante e vale 1/3 para partículas esféricas.

V = Volume da partícula.

J = saturação magnética.

Figura 19. Elevada energia magnetostática (a) levando à nucleação de domínios de fechamento (b). Adaptado de [61]. Durante a desmagnetização imposta no primeiro quadrante após alcance da indução máxima desejada.

Nota-se que, a curva “b” da Figura 17 apresenta um pico de aumento de H_c , que é para $d \approx \delta$. A partir da curva de comportamento esperado, b, a faixa de tamanho de 1 a 4 vezes a espessura da parede tem efeito mais nocivo.

Com o aumento da partícula o H_c diminui, indicando uma menor efetividade do precipitado em ancorar a parede. Segundo Dijkstra [46], para precipitados cujo $d \gg \delta$ a E_M é quase completamente satisfeita pela nucleação de domínios de 90° ao redor do precipitado. As curvas das equações 13 e 14 constam na mesma figura.

Vale a pena observar os últimos quatro parágrafos, pois parecem exibir uma contradição. Se o efeito mais deletério será aquele em que domínios de fechamento nucleiam em torno da partícula, deve ser esperado que partículas com $d \gg \delta$ tenham maior energia magnetostática e, portanto, favorecendo ao aparecimento destes domínios. Assim para que essa parede possa se mover, deverá haver movimentação/aniquilação destes domínios de fechamento, aumentando ainda mais a energia gasta. Neste ponto as literaturas, [20], [61] e [46] não parecem convergir para um consenso.

Quando a partícula tem diâmetro menor ou igual à $1/5$ da parede, o seu efeito magnetostático é desprezível. A partir deste tamanho o efeito do volume da partícula é sobreposto pelo efeito do campo magnetostático, Figura 17 curvas “a” e “b”.

Considerando a espessura da parede medindo $0,1\ \mu\text{m}$, Ray e Mohanty [62] mostraram que o pico no H_c é presente para tamanhos de carbonetos a partir de 3 vezes esse tamanho, já Dijkstra e colaboradores [46] obtiveram H_c máximo com tamanho de 1,2 vezes a espessura da parede. Marra [63] denota uma faixa de tamanho de partícula de $0,1$ a $1\ \mu\text{m}$. Nenhum dos autores levaram em conta qual seria o efeito de interação entre partícula/parede domínio.

3.6.3 O refinamento dos domínios magnéticos

O refino dos domínios magnéticos pode ser compreendido como o aumento da densidade de paredes de domínio no material. O principal objetivo do refinamento é reduzir a velocidade médias do deslocamento da parede durante o ciclo de histerese. Essa redução tem efeito direto na minimização da perda anômala.

Algumas técnicas para o aumento da densidade de domínios podem ser destacadas, como é o caso do refinamento provocado pela redução da constante magnetocristalina. A redução de K_1 levará à diminuição da energia de parede, como pode ser notado nas equações 5 e 6. Como a energia da parede é decrescida, torna-se menos dispendioso nuclear uma nova parede do que movê-la perante a um obstáculo. Assim, durante o ciclo de histerese, a nucleação de novas paredes será mais intensa com o incremento da frequência, reduzindo substancialmente a perda anômala [65].

A título de ilustração e fomentação da compreensão, pode ser citado o trabalho de Flohrer e colaboradores [65]. O artigo teve como objetivo o refinamento de domínios em fitas nanocristalinas. Os autores observaram que, a redução de K_u (propriedade análoga à K_1) provoca o refinamento das paredes com o aumento da frequência. O resultado do refinamento nas perdas para diferentes constantes de anisotropia pode ser visto na Figura 20.

Figura 20. Notável redução da perda anômala em função da frequência e da constante de anisotropia (análogo à K_1). Adaptado de [65].

Modificações significativas da constante magnetocristalina nos aços GNO não foram alcançadas. Alguma redução pode ser obtida pela adição de Si ou Al, no entanto, o teor no qual os elementos são adicionados não provocam mudanças relevantes da energia de parede.

Outra forma de se alcançar o refino dos domínios tem sido executada com sucesso, como é o caso da deformação de encruamento seguida de recozimento de recuperação [15]. A deformação ocasiona, nos aços ferríticos (alta EFE), a formação de subgrãos, ou células de discordâncias. Após a recuperação, essas células terão contorno mais definidos e de baixo ângulo, devido à poligonização das discordâncias. Portanto, a nova microestrutura formada é composta de domínios refinados, ou seja, com menor distância entre as paredes.

Os resultados de Rodrigues-Jr e colaboradores [15], que estão na Figura 21, mostram as consequências do emprego desta técnica. A perda anômala, que sempre cresce com $f^{0,5}$, surpreendentemente se manteve praticamente em zero durante o incremento da frequência de excitação. Esse comportamento sui generis é explicado pelo intenso refinamento dos domínios magnéticos.

Figura 21. Comportamento das perdas em função da frequência de excitação para um aço GNO deformado. Adaptado de [15].

A previsão do refinamento de domínios devido à presença de subgrão, pode ser obtida matematicamente a partir do trabalho de Shilling e Houze [66]. Os autores propuseram que a energia total, E_T , de domínios de 180° pode ser dada pela soma da energia magnetostática mais a energia de parede, equação 11. Fazendo a derivação (dE_T/dD) chega-se à equação 12.

$$E_M + \sigma_{180^\circ} = E_T = \frac{\beta \mu_0 M_s^2 D}{\ell} + \frac{\sigma}{D} \quad (11)$$

$$D = \sqrt{\frac{\sigma \ell}{\beta \mu_0 M_s^2}} \quad (12)$$

ℓ = tamanho de grão.

β = constante dependente da configuração dos domínios.

D = Espessura do domínio magnético.

Por consequência, pode ser inferido que, a distância entre domínios é proporcional a raiz quadrada do tamanho de grão ($D \propto \sqrt{\ell}$).

O resultado do aumento da densidade dos domínios observados em frequências de excitação usuais, 50 e 60 Hz, não são nada promissores para os

aços GNO, pois não trazem qualquer redução às perdas. Esta constatação é o resultado do antagonismo apresentado pela perda histerética e anômala. No entanto, em frequências de excitação elevadas os efeitos da redução da perda anômala começam a suplantam a dissipação histerética. Assim, a perda anômala, uma das parcelas que mais contribuíam com o aumento da perda total em altas frequência, passa a dissipar menos energia. Pois neste caso, terá uma menor taxa de crescimento com a frequência de excitação.

A demonstração do efeito descrito pode ser visto na Figura 22 para duas ligas com mesma resistividade elétrica [67]. Nota-se que em baixas frequências, a liga GNO apresenta melhores resultados. A partir de $f > 8$ Hz, a liga CoFe, que possui domínios mais refinados, passar a dissipar menos energia devido à redução da perda anômala. Assim as curvas se cruzam, caracterizando a liga de CoFe como um material mais adequado às aplicações em altas frequências de excitação.

Figura 22. Comparação das perdas totais das ligas FeCo e FeSi, materiais com mesma espessura e mesma resistividade [67].

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Introdução

A partir de agora serão apresentados os materiais e os métodos executados para alcançar os objetivos almejados. Estes, por sua vez incluem: envelhecimento magnético e o tratamento termoquímico de descarbonetação seguido de envelhecimento.

É importante destacar que este projeto foi apoiado financeiramente pela FAPESP, por meio do projeto de número 2015 15559-9 submetido pelo autor desta tese e pelo seu professor orientador.

Os materiais necessários para a execução deste trabalho, como proposto no objetivo, são aços para fins eletromagnéticos com teor de carbono maior que 30 ppm C, considerando que, a partir desta concentração, o efeito do envelhecimento possa ser notado [63], avaliado e testado na hipótese estabelecida.

Das duas ligas obtidas foram retiradas lâminas Epstein. As amostras foram caracterizadas, magneticamente e microestruturalmente, na condição de como recebido e após tratamento térmico de solubilização e envelhecimento e descarbonetação e envelhecimento consecutivo.

Os tratamentos térmicos de envelhecimento magnético foram realizados em forno tubular adaptado pelo autor deste trabalho. Essa adaptação teve como objetivo a otimização dos tratamentos térmicos e melhor homogeneidade de temperatura da zona quente do forno.

O tratamento termoquímico de descarbonetação foi executado em forno de atmosfera controlada a 750 °C, por meio de gás verde (90%N₂-10%H₂) umidificado. Consecutivamente a esta etapa a liga foi envelhecida.

4.2 Materiais

Neste trabalho utilizou-se dois aços de grão não orientado. O primeiro material, GNO70, foi obtido de corrida experimental realizada na empresa Aperam South America, localizada em Timóteo MG. Sua composição química está na Tabela II. O material em questão será tratado como um aço GNO totalmente processado, apesar de não ser comercializado. As características microestruturais e físicas estão dispostas na Tabela III.

O segundo aço empregado neste trabalho é denominado GNO340. Trata-se de uma liga GNO semiprocessada com alto teor de carbono, como pode ser visto na Tabela II. Possui tamanho de grão bem reduzido e apresenta encruamento, como mostrado na Tabela III.

A partir da liga GNO340, após a descarbonetação foi obtida a liga GNO110, cujo número se refere ao teor de carbono em ppm, tabela II. As propriedades microestruturais e físicas estão dispostas na tabela III.

Tabela II. Composição química das ligas GNO70, GNO340e GNO110.

Aço	% em peso						
	Si	C	N	S	P	Mn	Al
GNO70	2,04	0,0079	0,0038	0,0002	0,020	0,427	0,010
GNO340	0,41	0,034	0,0026	0,012	0,014	0,31	0,032
GNO110	0,41	0,011	0,0026	0,012	0,014	0,31	0,032

Tabela III. Propriedades microestruturas e físicas.

Aço	Tamanho de grão t (μm)	Espessura e (mm)	Deformação (%)	Densidade (Kg/m^3)	Resistividade ρ ($\mu\Omega\text{cm}$)
GNO70	62	0.53	0	7716	40
GNO340	55	0,62	4*	7830	18,3
GNO110	115	0,62	0	7830	18,6

*Deformação antes do recozimento.

Os aços GNO70 e GNO340 foram recebidos no formato de chapas, de onde foram extraídos três conjuntos de 15 lâminas, com dimensão de $e \times 30 \times 300$ mm. As amostras foram cortadas em uma guilhotina, mantendo-se o maior comprimento das lâminas no sentido longitudinal de laminação.

Os materiais tiveram sua densidade medida por método hidrostático, Tabela III. A espessura foi mensurada por micrômetro, medindo-se três pontos para cada lâmina.

4.3 Métodos

O propósito das seções que serão expandidas neste capítulo são:

- Promoção do envelhecimento magnético;
- Descarbonetação e envelhecimento magnético;
- Acompanhamento da precipitação dos carbonetos;
- Determinação do envelhecimento mecânico por medição da dureza;
- Permitir a avaliação do efeito da precipitação de carbonetos no campo coercivo, H_c ;
- Possibilitar o estudo do efeito da presença de carbonetos nas perdas magnéticas em altas frequências.

As seções a seguir não serão apresentadas conforme a sequência descrita, mas sim, de acordo com que foram executadas.

4.3.1 Caracterização microestrutural

As amostras foram cortadas e embutidas e por meio da politriz foram lixadas na sequência de 600 e 1200 MESH. O polimento foi realizado por pasta de diamante como abrasivo, com granulometria até $1\mu\text{m}$ e álcool etílico absoluto como lubrificante. Após o polimento, as amostras foram atacadas com Nital 2% para revelar os contornos de grão e carbonetos. Toda a etapa metalográfica foi conduzida em concordância com a norma ASTM E3-11 [68].

Posteriormente, as amostras foram analisadas no microscópio ótico Olympus BX60M como câmera digital acoplada, modelo Opticam 5MP para contagem do tamanho de grão, em consonância com ASTM E112 [69].

As amostras embutidas na seção longitudinal foram embutidas e polidas para medição da dureza Vicker e contagem da fração volumétrica de precipitados. Ambos os ensaios foram repetidos para cada tempo de envelhecimento.

A medição da dureza foi feita por meio do microdurômetro com carga de 0,5 Kgf aplicada por 20 segundos. A medida da endentação é tomada através do software acoplado ao microdurômetro. O resultado da dureza foi obtido da média de 15 endentações para cada amostra.

A contagem de precipitados seguiu a norma ASTM E-562-11 [70], utilizou-se uma malha quadrada medindo $40 \mu\text{m}^2$. Cada amostra foi fotografada em 13 campos escolhidos aleatoriamente, com aumento de 2500 a 5 mil vezes, em microscópio eletrônico de varredura modelo Philips XL-30.

Além disso, a estimativa da densidade dos carbonetos foi também realizada com software imageJ. Neste caso, foram utilizados filtros que possibilitaram medir a quantidade e tamanho dos carbonetos diretamente.

Em ambos os métodos, os resultados foram obtidos e interpretados considerando o teorema geral da estereologia que assume que a fração de área é igual a fração volumétrica.

4.3.2 Observação de domínios por efeito Kerr

A preparação metalográfica para observação de domínios magnéticos exige etapas adicionais de polimento, que vão além das etapas exigidas por EBSD (*Electron backscatter diffraction*). As amostras foram polidas na sequência

tradicional, como descrito na seção anterior, e adicionalmente polidas em solução de alumina com granulometria de 0,5 e 0,3 μm e sílica coloidal de 0,01 μm .

O polimento com a solução abrasiva, sílica coloidal, foi executado em politriz semiautomática, Minimet 100. O tempo utilizado foi de 9 minutos a 4 horas com carga de 5 N. Após o término do polimento, a amostra é lavada em água deionizada com auxílio de detergente doméstico.

As etapas adicionais são justificadas pela alta sensibilidade à rugosidade apresentada pela técnica de observação por luz polarizada. A susceptibilidade do EBSD às características superficiais das amostras é, de fato, menor que a observação por efeito Kerr. Portanto, os corpos de prova preparados pelos passos descritos foram utilizados para observação em ambas as técnicas.

4.3.3 Descarbonetação

O tratamento térmico de descarbonetação foi conduzido em forno de atmosfera controlada e câmara interna de aço inoxidável. 15 lâminas Epstein do aço GNO340 foram amarradas por arame de forma que houvesse fresta entre elas, a fim de facilitar a penetração do gás descarbonetante, e introduzidas no forno. Em sequência, foi efetuado o processo de vácuo e purga do gás argônio. Em seguida o forno foi aquecido até a temperatura de 750 °C, Figura 23.

O gás utilizado para a descarbonetação é composto de 90% de N_2 e 10% de H_2 (em massa). Essa mistura foi borbulhada em água destilada aquecida a 45 °C contida em um recipiente Kitassato. Adiante, o gás umidificado era retirado por mangueira e passava por um bulbo de inox que era continuamente resfriado até que fossem formadas as primeiras gotas de orvalho, determinava-se então, a temperatura do ponto de orvalho, 26 °C (+/- 2 °C). A mistura foi injetada no forno sob pressão de 1,5 kgf/cm² com a vazão de 0,9 m³/h. Esta etapa do processo teve duração de 1 hora, Figura 23.

Após a descarbonetação as amostras foram deixadas sob atmosfera inerte por 3 horas a 750 °C para completa recristalização e aumento do tamanho de grão, posteriormente resfriadas a fluxo forçado de nitrogênio com taxa de resfriamento de 60°C/minutos.

Figura 23. Ciclo térmico do tratamento de descarbonetação do aço GNO110

4.3.3 Tratamentos térmicos

Devido à dimensão das lâminas Epstein e a necessidade de atmosfera controlada, os fornos disponíveis no hall tecnológico não puderam ser utilizados. A solução para este empecilho foi obtida com a utilização do forno tubular de nitretação, constituído de sistema elétrico da Lindberg e controlador de temperatura da Eurotherm, Figura 24

Todavia, este forno, que teve sua concepção baseada em tratamentos térmicos de nitretação, necessitou ser adaptado para melhorar homogeneidade da temperatura da câmara de aquecimento. Foram utilizadas duas rolhas de refratário, inseridas no interior do tubo e posicionadas no início e no fim da resistência elétrica, Figura 25.

Figura 24. Forno tubular com manta de vidro.

Antes dos tratamentos térmicos o forno teve sua câmara interna limpa. Com o auxílio da bomba de vácuo, três ciclos de purga foram efetuados, antes e depois de colocar as amostras. Durante o curso do tratamento, a atmosfera do forno foi mantida em pressão positiva de argônio ultrapuro (5.0), para evitar a descarbonetação e oxidação das amostras.

Figura 25. Esquema ilustrativo a inserção das rolhas

A temperatura de solubilização das amostras foi de 700 °C, como consta na tabela IV. O conjunto de 15 lâminas do aço GNO70 foi submetido ao tratamento por 2 horas, a fim de se obter a solubilização do carbono na matriz. Já o conjunto de 15 lâminas de GNO340 permaneceu no forno por 5 horas, com intuito de promover a recristalização, aumento do tamanho de grão e solubilização do carbono na matriz.

Após fim o tempo de tratamento, as amostras foram retiradas do forno com fluxo de positivo de argônio. O pacote de amostras foi disposto sobre superfície refratária e resfriado por fluxo contínuo de nitrogênio a uma taxa aproxima de 60 °C/minutos.

As etapas de envelhecimento foram conduzidas em temperaturas de 150 e 225°C seguindo a normal ASTM A340 [71]. O tempo de envelhecimento do GNO340, GNO70 e GNO110 estão na Tabela IV.

Tabela IV. Tempo de envelhecimento para cada aço incluindo amostras descarbonetadas.

Material	Tempo de solubilização (h) a 700°C (750°C*)	Tempo de envelhecimento consecutivo (h) Temperatura 150°C (225°C*)												
		3	6	12	18	25	50	75	100	125	175	225	275	365
GNO 70	2													
GNO340	5	6	12	25	50	75	100	125	175	225	275	347		
GNO110*	3	6	30	60	130	275	352							

4.3.4 Caracterização magnética

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Metrologia Elétrica – IPT. Para determinação das perdas magnéticas foi utilizado o quadro de Epstein. Este equipamento é constituído de dois enrolamentos e quatro bobinas ligadas em série para cada enrolamento. A bobina primária é responsável pela excitação do material e a secundária faz a medição da densidade de fluxo induzido. Neste método a indução, B, varia com o tempo, t.

As lâminas são introduzidas no interior do enrolamento formando um circuito magnético fechado, evitando assim o campo de desmagnetização. O ensaio foi conduzido em consonância com a norma ABNT-NBR 5161 [31].

Perdas magnéticas totais foram medidas em induções de 1 e 1,5 T, em frequência de excitação de 30, 50, 60, 100, 120, 150, 180 Hz. A dissipação de

energia a 1,5 T a frequência de 180 Hz não pode ser alcançada pela fonte de corrente elétrica do equipamento. Portanto, todos os resultados de perda total em frequências de excitação superiores aos valores medidos são provenientes de extrapolação.

Curvas de magnetização foram obtidas em duas etapas: a primeira compreende a variação de campo magnético de 10 a 1500 A/m; a segunda parte da curva consiste no intervalo de 1500 a 5500 A/m. A partir das curvas são identificados o campo magnético responsável por resultar na indução escolhida para medição da perda magnética, $H-B_x$. Este valor é utilizado como indicativo da corrente necessária à fonte para realizar as medidas de perdas histeréticas.

A dissipação de energia por perda histeréticas é medida com a configuração do quadro de Epstein no modo quase-estático, a frequência de excitação imposta é 5 mHz. Neste *set up*, três curvas de histerese serão traçadas pelo programa. A energia total dissipada é dada pela média da integração das áreas das curvas. Os resultados obtidos da medição no quadro de Epstein são da perda histerética quando ao aço é submetido a uma frequência de excitação de 60 Hz. No presente trabalho a P_h foi medida para induções de 1 e 1,5T, sendo seu valor coletado em W/kg.

Os procedimentos para medição da perda total, curva de magnetização e perda histeréticas foram executados com as amostras na condição de 'como recebido', após a solubilização e após cada etapa de envelhecimento, que estão descritos na Tabela IV.

5. Resultados discussão

Terá início nesta seção a apresentação dos resultados que serão discutidos com o intuito de sustentar a hipótese apresentada na seção dos objetivos. Todas as micrografias apresentadas neste trabalho são provenientes da superfície da tira e a direção de laminação está perpendicular à escala, salvo observação em contrário.

5.1 Microestrutura

Tanto o aço GNO70 quanto o GNO340 foram caracterizados microestruturalmente antes de serem submetidos ao tratamento térmico de solubilização/descarbonetação. Na Figura 26 é apresentada a microestrutura do aço GNO340 na condição de como recebido. A amostra apresenta tamanho de grão médio de 10 μm e encruamento de 4%, apesar de, visualmente, não apresentar nenhuma evidência deste. É possível notar também a presença de cementita, possivelmente nucleada no período de resfriamento lento após a laminação.

Figura 26. Micrografia do aço semiprocessado GNO340 no estado como recebido. Direção de laminação perpendicular à escala.

A Figura 27 traz a micrografia do aço GNO70, é importante destacar que por ser um aço totalmente processado este material não continha deformação de encruamento. Em observações por microscopia ótica e eletrônica não foi possível constatar a presença de carbonetos na condição como recebido.

Figura 27. Micrografia do aço totalmente processado GNO70 no estado como recebido.

A escolha do tempo de solubilização do aço GNO340 foi feita com base no tempo necessário para o fim da recristalização a 700°C. Amostras, como mostrado na Figura 28, foram tratadas na mesma temperatura em diferentes tempos. Na amostra 'a' é notável a recristalização incompleta caracterizada por ilhas de grãos não recristalizados presentes no centro na seção longitudinal de laminação. A micrografia da amostra 'b' revela a presença de poucos grãos não recristalizados. A recristalização completa foi obtida na microestrutura das amostras tratada por 300 minutos, amostra 'c' da Figura 28. Experimentos realizados com amostra aquecida por 12 horas não evidenciaram aumento do tamanho de grão para além do que foi observado nas amostras tratadas por 5 horas.

Figura 28. Temperatura de tratamento 700°C. Amostra 'a' 75 minutos, 'b' 170 minutos, 'c' 300 minutos. Direção de laminação transversal à linha da escala.

Durante a deformação de encruamento do aço GNO340, a cementita presente na temperatura ambiente, possivelmente atuou como centro de acúmulo de deformação, aumentando, assim, a taxa de nucleação durante a recristalização [72][73], resultando em um tamanho de grão menor. Já a cementita presente durante a solubilização retardou o aumento do tamanho de grão por recristalização [73], alterando a cinética de crescimento do grão por recristalização.

Após 5 horas de solubilização o aço GNO340 apresentou tamanho de grão de 55 μm , micrografia mostrada na Figura 29. É possível observar, na referida figura, a presença de carbonetos dispersos nos grãos, mesmo após o resfriamento acelerado, o que era esperado pelo teor de carbono

A ocorrência da precipitação, ainda que sob resfriamento acelerado, está relacionada ao elevado teor de carbono (340 ppm) na matriz ferrítica. Na temperatura de solubilização empregada, 700 °C, a solubilidade do carbono na matriz ferrítica é de aproximadamente 190 ppm [74]. Assim, mesmo que a taxa de resfriamento seja veloz o suficiente para evitar a precipitação do conteúdo solubilizado, ainda restariam 150 ppm de carbono insolúvel. A Figura 6 mostra a temperatura de equilíbrio entre Fe_3C e ferrita [47], indicando que a temperatura na qual a amostra foi solubilizada, essas duas fases coexistem.

Figura 29. Microestrutura obtida após solubilização do aço GNO340.

A microestrutura do aço GNO70 após o tratamento térmico de solubilização não foi alterada. A única modificação apresentada neste ponto foi a queda das perdas magnéticas após o tratamento térmico devido ao alívio de tensão gerada na etapa de corte das lâminas.

As amostras da liga GNO110, descarbonetada a partir do aço GNO340, apresentaram tamanho de grão superior ao das demais ligas, 115 μm , obtido devido à redução do teor de carbono e à permanência no forno por 3 horas após a descarbonetação. Com relação ao aspecto visual micrográfico desta liga, é possível notar a presença de pontos que possivelmente podem ser carbonetos, frutos da deficiência do resfriamento pós solubilização. A respeito dos grãos, é possível observar contornos de grão facetados, indicando crescimento de grão Figura 30.

Figura 30. Micrografia do aço GNO110 após a descarbonetação e resfriamento.

5.2 Envelhecimento

O envelhecimento magnético foi realizado em duas temperaturas, 150 e 225 °C. Estas temperaturas foram escolhidas por estarem expressas na norma ASTM A340 e NBR5161, respectivamente [31], [71]. Ademais, não se buscou aqui levantar a cinética de envelhecimento, e sim, o sustento da hipótese de que a presença de carbonetos poderia ser benéfica ao aço utilizado em altas frequência, por meio do refinamento de domínios magnéticos.

5.2.1 Quantificação dos carbonetos precipitados

As divergências dos estudiosos com relação à espessura da parede de domínio e no que concerne o tamanho do precipitado mais deletério, levou o autor deste trabalho atentar às medidas de tamanho médio e densidade de precipitados (quantidade de precipitados por μm^2). Como descrito nos capítulos de revisão bibliográfica, o tamanho do precipitado mais nocivo às propriedades magnéticas parece ser uma combinação de sua distribuição com seu tamanho médio.

Os resultados de fração volumétrica aqui apresentados foram obtidos pelo método das grades, em consonância com a norma ASTM E-562 [70]. Já a

densidade média de partículas (μm^{-2}) foi mensurada por meio do software ImageJ®.

A partir da massa específica do precipitado e do teor de carbono é possível estimar o valor máximo teórico da fração volumétrica para cada aço. Considerando uma liga contendo apenas o teor de carbono descrito na Tabela II e seu conteúdo restando como sendo ferro, estimou-se a fração mássica de carboneto e ferro para cada liga, em seguida foi obtido a fração volumétrica calculada de cada precipitado. A fim de simplificar, foi considerado como sendo Fe_3C o carboneto precipitado em todas as ligas. Neste sentido, é ponderado também que, na liga haja somente ferro e carbono no teor no qual queira se estimar tal fração. Para o aço GNO340 a fração volumétrica máxima de referência foi de 0,51%, GNO70 0,12% e GNO110 0,17%. É importante clarificar que, tais valores são apenas referências e norteiam a análise crítica dos valores medidos nas ligas.

Na Figura 31 estão representados os resultados da quantificação dos carbonetos presentes no aço GNO70 para diferentes tempos de envelhecimento. A fração volumétrica cresce de fato até 200 horas de envelhecimento. O valor máximo de Fv (0,18%) é superior ao valor de referência (0,12%), indicando a contagem de artefatos, como por exemplo, pites de corrosão ou até mesmo inclusões.

O tamanho médio do carboneto, o que se trata de seu diâmetro obtido por meio de sua área medida no ImageJ, aumenta de forma lenta até 275 horas onde apresenta o tamanho máximo 0,9, Figura 32. O aumento do tamanho do precipitado seguido pela queda da fração volumétrica pode indicar seu engrossamento.

Figura 31. Quantificação de carbonetos presente após diferentes tempos de envelhecimento a 150°C para o aço GNO70. Trata-se da fração volumétrica de carbonetos maiores do que 0,1 μm^2 .

Figura 32. Tamanho médio do carboneto em função do tempo de envelhecimento a 150°C.

A observação da Figura 32, isoladamente, pode levar à interpretação de que o tamanho médio dos carbonetos não aumentou apreciavelmente. Logo, é importante interpretá-la concomitantemente com a Figura 31. Ao fazê-lo, nota-se que a ocorrência de partículas em tempos inferiores a 50 horas é muito baixa. Tal apreciação, conduz à conclusão de que a medição do diâmetro médio neste

intervalo de tempo (entre 3 a 50 horas) foi influenciada por inclusões ou carbonetos provenientes do resfriamento de solubilização.

O diâmetro médio de $0,65\ \mu\text{m}$ encontrado em 225 horas de envelhecimento a 150°C está próximo aos resultados apresentados por Gary e Slane [47]. Os autores reportaram carbonetos ϵ , visualizados por meio de microscopia eletrônica, com tamanho médio de $0,5\ \mu\text{m}$ para um aço com 2,3 %Si com 50 ppm C envelhecido por 277 horas a 150°C .

A fração volumétrica apresentada pelo aço GNO340 ficou abaixo do esperado, como pode ser visto na Figura 33. A liga apresentou uma fração volumétrica máxima de 0,22% abaixo do valor de 0,51% estabelecido. Essa comparação indica que nem todos os precipitados foram contados, havendo, portanto, uma subestimação.

Figura 33. Quantificação de carbonetos presente após diferentes tempos de envelhecimento a 150°C para o aço GNO340.

O diâmetro médio dos carbonetos mensurados nas amostras do GNO340 estão entre $0,5$ a $1,6\ \mu\text{m}$. O tamanho elevado dos precipitados quantificados em temperaturas inferiores a 25 horas indica influência de precipitados nucleados

no resfriamento a partir da temperatura de solubilização e também pela presença de inclusões e artefatos.

A liga GNO110 exibiu crescimento de fração volumétrica em função do tempo de envelhecimento. Já a densidade de partículas contáveis decresce com o passar do tempo. Pode ser constatado que o incremento do campo coercivo ocorre a partir do engrossamento dos precipitados, evidenciado pela redução de sua densidade, Figura 35 e Figura 45. O tamanho médio dos carbonetos para tal liga foi mensurado tomando seu comprimento como diâmetro médio, uma vez que eram mais alongados do que os observados nas demais ligas, Figura 36.

Figura 34. Tamanho médio do carboneto em função do tempo de envelhecimento a 150°C

Figura 35. Quantificação de carbonetos presente após diferentes tempos de envelhecimento a 225°C para o aço GNO110.

Figura 36. Tamanho médio do carboneto da liga GNO110, em função do tempo de envelhecimento a 225°C.

Como o diâmetro médio do carbonetos das Figura 32, Figura 34 e Figura 36 , foram mensurados a partir da área medida no ImageJ, portanto não sendo considerados como bastonetes, o comprimento da maior aresta do carboneto observado nas das Figura 37, Figura 38 e Figura 39 são maiores que este diâmetro calculado a partir da área.

Figura 37. Tamanho e distribuição dos precipitados para os tempos de 3, 75 e 175 horas de envelhecimento do aço GNO70 a 150°C.

Figura 38. Tamanho e distribuição dos precipitados para os tempos de 6, 125 e 225 horas de envelhecimento do aço GNO340 a 150°C.

Figura 39. Tamanho de distribuição dos precipitados para a liga GNO110, no tempo de 6, 130 e 352 horas de envelhecimento a 225°C. Notável a baixa densidade de precipitados, como foi observado no gráfico da Figura 35.

Os tamanhos dos precipitados e a fração volumétrica aqui apresentados diferem dos relatados na literatura [37], [39], [40], [42], [45], [47]. Os motivos para tais diferenças são a composição química das ligas comparadas com os aços aqui estudados e a execução da estereologia quantitativa. No que diz respeito à medição das frações volumétricas, densidade, e tamanho dos precipitados, cada executor levará em conta uma condição particular do que será considerado como carboneto contável e não contável. Além disso, o tamanho dos carbonetos pode estar sobrestimado devido ao ataque químico utilizados para revelar contos e interfaces carboneto/matriz.

A identificação dos carbonetos presentes foi conduzida com base em seus respectivos planos de hábito, conforme [34], [40]–[42]. A Figura 40 mostra carbonetos épsilon com ângulo de 90° entre as direções de seus comprimentos no seu plano de hábito do tipo $\{100\}_\alpha$ em amostra envelhecida por 100 horas. Este achado corrobora com resultados prévios de Leslie e Rauch [40]. Os autores encontraram, para aços com 220 ppm C e 2 %Al, carbonetos épsilon sob 150 °C a 166 horas. O Al neste caso tem efeito congênere ao do Si, ou seja, aumenta a temperatura/tempo de transição entre $\varepsilon \rightarrow Fe_3C$.

Nas amostras do aço GNO340, envelhecido por 100 horas, foi identificado a presença de ambos os carbonetos de ferro, ϵ e Fe_3C . A cementita foi identificada pelo seu plano de hábito $\{110\}_\alpha$ em sua direção habitual $\langle 111 \rangle_\alpha$, como mostrado na Figura 41 para amostras envelhecidas por 100 horas. Tais resultados são respaldados no estudo de Leslie e Rauch [40] que mostraram a presença de ambos os carbonetos com 100 horas de envelhecimento sob 150 °C. É provável que o aumento do tempo de envelhecimento tenha causado o aumento da fração de cementita em detrimento da presença de ϵ .

Para a liga GNO110 não foi conduzido teste de identificação de carbonetos como realizado nas amostras anteriores. Devido a sua temperatura de envelhecimento, 225 °C, e por causa de seus baixos teores de Al e Si, é razoável supor que apenas a cementita esteve presente durante a maior parte do tempo de envelhecimento[40].

Figura 40. Identificação dos carbonetos épsilon na amostra GNO70 envelhecida por 100 horas a 150 °C. Carbonetos precipitados nos planos de hábitos {100}.

Figura 41. Identificação dos carbonetos Fe_3C precipitados na amostra GNO340, envelhecida por 100 horas a 150°C , nos planos de hábitos $\{101\}$ com direção habitual de $\langle 111 \rangle$ [34].

5.2.2 Envelhecimento mecânico

O tamanho médio de uma partícula capaz de ancorar uma discordância deverá ser da ordem atômica, haja vista a espessura da discordância. De maneira contrária, o tamanho eficaz de uma partícula para impedir o movimento de uma parede de domínio deverá ser da ordem de sua espessura, $0,1 \sim 1 \mu\text{m}$. Assim, o envelhecimento mecânico tende a ocorrer em tempos menores do que envelhecimento magnético [40].

O pico de envelhecimento mecânico, medido aqui pela dureza Vickers ($0,5 \text{ kgf}$), foi observado em 12 horas de envelhecimento consecutivo para a amostra GNO340, Figura 42. Em contrapartida, a amostra do GNO110

apresentou sua maior dureza sob 30 horas de envelhecimento, tempo além do esperado, devido à temperatura de envelhecimento.

As durezas da amostra do aço GNO70 não apresentaram um único pico de endurecimento. Porém, o maior incremento de dureza ocorre sob o tempo de envelhecimento de 75 horas, Figura 42. Ainda na mesma figura, o aço GNO340 envelheceu mecanicamente a 12 horas de envelhecimento.

O trabalho de Leslie e Rauch [40] mostrou que o envelhecimento mecânico, medido pelo limite de escoamento em ligas contendo de 80 a 230 ppmC e Al de até 5,7 % em peso envelhecidas a 150 °C, ocorreu em tempos inferiores a 2 horas. Portanto, o pico de envelhecimento mensurado nos aços aqui estudados ocorreu para tempos maiores do que os esperados para ligas com tais composição química.

Figura 42. Medidas de dureza em função do tempo de envelhecimento consecutivo. Carga 0,5 kg aplicada por 15 segundos.

A dureza média maior da amostra GNO70 deve-se ao endurecimento por solução sólida, já que a liga contém 2,04 %Si e 0,4% de Mn. As amostras 340 e

110 tem os mesmos teores de elementos de liga, mas diferentes teores de carbono total e diferentes tamanhos de grão, 55 e 115 μm , respectivamente.

5.2.3 Envelhecimento magnético

O envelhecimento magnético, que se caracteriza pelo aumento do campo coercivo e aumento das perdas magnéticas concomitantemente à precipitação de carbonetos, foi aqui quantificado.

O campo coercivo é uma medida do aumento da resistência à desmagnetização, associada ao ancoramento das paredes de domínios, por este motivo, tem sido utilizado na literatura há décadas para medição do envelhecimento magnético.

Nos resultados a seguir, apesar do significativo aumento do campo coercivo, ao longo do envelhecimento, não se chegou à etapa de superenvelhecimento, que mostraria uma queda do campo coercivo. O aumento de H_c não apresentou um máximo nítido para a faixa de tempo e temperatura empregada, Figura 43 e Figura 44.

Os resultados de H_c para o aço GNO340 indicam uma estabilização do envelhecimento para tempos maiores que 175 horas, Figura 43. A maior taxa de crescimento do campo coercivo ocorre abaixo de 100 horas. Por sua vez, o campo coercivo obtido nas amostras do aço GNO70 apresentaram estabilização somente a partir de 275 horas, e tiveram taxa de aumento de H_c mais lenta, o que pode ser justificada pelo efeito do Si na cinética de precipitação e crescimento dos carbonetos [40], [47], Figura 44.

A amostra descarbonetada - GNO110 - não apresentou grandes incrementos de H_c em função do tempo de envelhecimento, tendo como aumento máximo de 15%, Figura 45. Este resultado demonstra que houve pouca precipitação, pouco além da apresentada durante o resfriamento das amostras, evidenciando que o envelhecimento ocorreu na etapa de resfriamento.

Figura 43. Incremento do H_c em função do tempo de envelhecimento a 150°C , aço GNO340

Figura 44. Incremento do H_c em função do tempo de envelhecimento a 150°C , aço GNO70

Figura 45. Incremento do H_c em função do tempo de envelhecimento a 225°C , aço GNO110

A ausência de um pico máximo de aumento do campo coercivo foi encontrada também por Shantanu *et. al.* [48]. Os autores trabalharam com dois tipos de aço contendo 130 ppm de carbono envelhecidos a 125°C e diferenciados pelo teor de fósforo. Para as amostras contendo 300 ppm de P, o aumento máximo de H_c foi observado acima de 1000 horas, já a liga com 0,17 % P não apresentaram um incremento máximo do campo coercivo para o intervalo de tempo empregado.

O tamanho médio dos carbonetos e o H_c estão apresentados em função do tempo de envelhecimento na Figura 46, para o aço GNO70. No intervalo entre 100 e 225 horas nota-se um comportamento semelhante entre o diâmetro médio e o campo coercivo, ambos possuem taxa de crescimento aproximadas. O aumento dos precipitados de 0,65 para $0,9\ \mu\text{m}$, a 225 e 275 horas, não causaram mudança na taxa de crescimento do H_c .

As amostras do aço GNO340 apresentaram comportamento análogo ao do aço GNO70, no que diz respeito à taxa de crescimento de H_c e d . Contudo, neste caso, o intervalo de temperatura foi de 50 a 125 horas, Figura 47. Após este intervalo, o campo coercivo se mantém estável, mesmo com aumento do diâmetro até 175 horas e sua redução nos tempos de 125 e 275 horas. Por sua

vez, a liga GNO110 não apresentou correlação entre o tamanho dos precipitados e incremento do H_c Figura 48.

A partir das Figura 46 e Figura 47 não é possível dizer qual o tamanho de precipitado mais deletério às propriedades magnéticas. No entanto, é possível estabelecer que a precipitação de carbonetos com tamanho entre 0,5 a 1 μm causou aumento na taxa de crescimento do campo coercivo. Este intervalo de dimensão dos carbonetos possui boa concordância com os resultados expostos na literatura. Ray *et. al* [43] expuseram que precipitados entre 0,4 à 0,9 μm são responsáveis pelo pico do de H_c , já Drabecki *et. al* consideraram como mais deletério precipitado com tamanho médio entre 3 a 6 μm [75].

Figura 46. Tamanho médio dos precipitados e do campo coercivo em função do tempo de envelhecimento, aço GNO70.

Figura 47. Tamanho médio dos precipitados e do campo coercivo em função do tempo de envelhecimento, aço GNO340.

Figura 48. Tamanho médio dos precipitados e do campo coercivo em função do tempo de envelhecimento, aço GNO110.

As relações da Tabela I foram empregadas para os resultados mostrados nas Figura 46 e Figura 47 com intuito de se obter o efeito responsável pelo incremento no H_c . A relação de proporcionalidade (10) entre H_c e diâmetro de carbonetos para o aço GNO70 não obteve coeficiente de determinação maior que 10%. Nos aços GNO340 o coeficiente de determinação não ultrapassou 5%.

Ambos os aços tiveram seus campos coercitivos testados sob 1 e 1,5T de indução.

Tabela V. Tamanho de precipitados e equações para diferentes efeitos [46].

Relação d e δ	Redução de energia por redução de volume		Redução campo magnetostático	
$d \gg \delta$	$H_C \propto d$	(10)	$H_C \propto d^2$	(13)
$d \ll \delta$	$H_C \propto d^3$	(11)	$H_C \propto d^5$	(14)
$d \approx \delta$	$H_C \propto d^{3/2}$	(12)		(15)

É importante esclarecer que, apenas os testes realizados para os tamanhos $d \gg \delta$ fazem sentido, dado que os diâmetros médios mensurados para ambos os aços partem de 0,4 μm que já 4 vezes maior do que o tamanho teórico de uma parede de domínio. Não foi tentada a determinação de tamanho por MET pelas restrições existentes a obtenção de dados estatisticamente confiáveis. Outra tentativa de tornar os resultados mais significativos foi tomada no sentido de restringir a faixa de tamanho utilizado, portanto, considerando apenas os tamanhos observados para as amostras envelhecidas acima de 50 horas.

Para a faixa de diâmetros escolhido, a relação $H_C \propto d$ (10) da tabela I que mede o efeito devido à redução da energia da parede, obteve coeficiente de determinação de 56% no GNO70 e 54% para o aço GNO340. Já a relação que trata do efeito magnetostático, $H_C \propto d^2$ (13) da tabela I, apresentou R^2 de 52% relativa às amostras do aço GNO70 e 62% pertinente ao aço GNO340. Apesar dos valores serem pouco significativos, com relação ao coeficiente de determinação, é importante destacar que o efeito magnetostático parece ter a mesma força que o efeito da redução de volume da parede.

Tratamento análogo foi feito por Fujikura *et. al.*[76]. No entanto, os resultados aqui apresentados não possuem qualquer consonância com os apresentados pelos autores, pois é possível que eles tenham se equivocado com

relação a extração das relações de H_c com o diâmetro, a partir das equações de Dijkstra *et. al.*[46].

5.2.4 O envelhecimento magnético e as perdas magnéticas

- **As perdas magnéticas no aço GNO340**

Como era de se esperar, após as 347 horas de envelhecimento consecutivo, a dissipação de energia total medida a 1 e 1,5 T em diferentes frequências aumentou de 30 e 60 % para aços GNO340.

O índice de envelhecimento da dissipação de energia total foi calculado com a equação 2 e está exposto nas Figura 49 e Figura 50 . Das curvas expostas nas figuras é possível notar que, o incremento da frequência de excitação reduz a sensibilidade ao envelhecimento. No entanto, este comportamento não possui relação com mecanismos de dissipação associados à interação entre carbonetos e parede de domínios, e sim, à presença da perda parasita.

Figura 49. Índice de envelhecimento da dissipação de energia medido a 1,5 T em diferentes frequências de excitação em função do tempo de envelhecimento consecutivo.

Figura 50. Índice de envelhecimento medido a 1T em diferentes frequências de excitação em função do tempo de envelhecimento consecutivo.

A subtração da perda parasita das curvas mostradas nas Figura 49 e Figura 50 mostra o real efeito do envelhecimento na dissipação de energia relativa à histeréticas mais anômalas medidas em diferentes frequências de excitação em função do tempo de envelhecimento, apresentadas nas Figura 51 e Figura 52.

Figura 51. Índice de envelhecimento da dissipação calculado a partir da dissipação total menos a dissipação por correntes parasitas, 1,5T.

Figura 52. Índice de envelhecimento calculado a partir da dissipação da energia total menos a dissipação por correntes parasitas, 1T.

A partir da Figura 51 é possível observar que mesmo sem a contribuição da dissipação de energia relativa às correntes parasitas, o envelhecimento é menor para maiores frequências de excitação. Este resultado indica que a baixa susceptibilidade ao envelhecimento quando o material é aplicado em altas frequências de excitação a 1,5T provém, provavelmente, do refinamento dos domínios magnéticos. Este mesmo comportamento não é visto na Figura 52. É sólido inferir, de maneira mais específica, que este comportamento é resultado do efeito da dissipação de energia anômala, uma vez que as curvas exibidas na Figura 51 correspondem à dissipação histerética mais a dissipação de energia anômala, e como descrito em seções anteriores, a dissipação de energia por histerese (ou dissipação histerética) independe da frequência de excitação.

A dissipação de energia da perda anômala comportou-se de maneira diferente com relação à indução magnética. Nas aferições realizadas sob indução de 1T, as dissipações de energia referentes às anômalas apresentaram grande variação no %IE, Figura 53. A diferença entre as curvas de índice de envelhecimento se acentua com o incremento da frequência de excitação, como

pode ser visto ao se comparar as curvas em 50 Hz contra 180 Hz da mesma figura. Essa tendência impactou as dissipações de energia totais, uma vez que a dissipação de energia da perda parasita não é influenciada pelo envelhecimento e a dissipação de energia da perda histeréticas independe da frequência de excitação.

Em contrapartida, as dissipações de energia anômalas mensuradas sob indução de 1,5T não denotaram mudança de comportamento mediante o aumento da frequência de excitação, indicando, portanto, sua insensibilidade ao envelhecimento, como pode ser conferido na Figura 54.

Figura 53. Dissipação de energia da perda anômala com diferentes tempos de envelhecimento consecutivo em função da frequência de excitação, medidas a 1 T.

Figura 54. Índice de envelhecimento da dissipação de energia anômala para quatro frequências de excitação com diferentes tempos de envelhecimento consecutivo, medidas a 1,5 T.

A Figura 55 traz os resultados da dissipação de energia total medida com indução de 1T. Na mesma figura, após a curva de 25 horas, nota-se um *gap* seguido pela curva de 50 horas, indicando uma mudança na taxa de aumento de energia em função do tempo de envelhecimento. Esse efeito é consequência da mudança da taxa de crescimento do campo coercivo, como já discutido a partir das Figura 43 e Figura 44. A Figura 56 apresenta os resultados da dissipação de energia total do GNO340 medido a 1,5T de indução. A mudança na taxa de crescimento pode ser observada na figura e se deve, também, ao H_c .

Figura 55. Dissipação de energia total a 1T para aço GNO340 em diferentes frequências de excitação.

Figura 56. Dissipação de energia total a 1,5T para aços GNO340 em diferentes frequências de excitação

A partir da hipótese traçada nos objetivos, previa-se a redução da dissipação de energia anômala mediante a presença de carbonetos devido ao refinamento dos domínios magnéticos, como destacado em [65], [67], [77]. Os resultados esperados devem se comportar como está exposto na Figura 57, concebida de forma hipotética. A figura mostra que, em baixas frequências, o material solubilizado ($T=0h$) tem perdas totais menores que as do material

envelhecido ($T \gg 0h$), mas que essa situação se inverte a partir de certa frequência. Quando se comparam diferentes amostras, a melhor amostra será aquela que apresentar a menor frequência de excitação de cruzamento indicando, portanto, que a partir deste ponto será mais eficiente que a mesma amostra apenas solubilizada.

Figura 57. Curvas hipotéticas. Coeficiente angular causando o cruzamento das curvas resultando em melhores resultados de dissipação em frequência de excitação elevada.

O cruzamento das retas de dissipação de energia total ocorre quando a inclinação da reta, associada à dissipação de energia anômala, é menor para o material envelhecido. O coeficiente angular das retas de dissipação de energia total pode ser extraído a partir a Equação 13. Esta equação descreve o efeito na energia dissipada em função da frequência de excitação. Assim, considerando que as retas tenham a mesma perda parasita, pois neste caso só ocorre o envelhecimento, chega-se à uma equação semelhante à $ax+b$, equação 14. Portanto, C_a (constante anômala) pode ser considerado o coeficiente angular que é associado à perda anômala.

$$\frac{P_t}{f} = P_h + C_p f + C_a \sqrt{f} \quad (13)$$

$$\frac{P_t}{f} = P_h + C_a \sqrt{f} \quad (14)$$

Do ponto de vista das Figura 55 e Figura 56 não é possível discorrer sobre os coeficientes angulares das curvas. Para melhor interpretá-los, foram eles e os coeficientes lineares extraídos das retas, para cada tempo de envelhecimento. A Figura 58 traz à tona os resultados dos coeficientes lineares e a curva $F(\text{Hz})$ que corresponde à frequência de excitação na qual o material envelhecido torna-se mais eficiente do que o mesmo material não envelhecido. Por sua vez, as interseções previstas para ocorrerem em frequências de excitação negativas foram igualados a zero, dado que, o resultado negativo de Hz demonstra que a dissipação de energia anômala aumentou. Por fim, todas as frequências de excitação além de 120 Hz a 1T e 150 Hz a 1,5T foram obtidas por extrapolação.

Figura 58. Coeficiente angular e frequência de cruzamento indicando a Hz na qual o aço envelhecido passa a ser a melhor opção, sob indução de 1T. Valores de frequência de excitação extrapolados.

O melhor resultado foi apresentado pela amostra envelhecida por 6 horas, com previsão de convergência a aproximadamente 640 Hz seguida pela amostra envelhecida por 12 horas, com previsão de interseção em 900 Hz, Figura 58.

Já os resultados da frequência de excitação de interseção das curvas, obtidas sob indução magnética de 1,5 T, são apresentadas na Figura 59. Neste caso, nenhuma das curvas possuem previsão de cruzamento para frequências de excitação inferior a 5 kHz, porém, o cruzamento, ainda que em elevados valores de frequência, é possível para 7 tempos de envelhecimento,

diferentemente da mesma amostra medida sob indução de 1T que apresentou apenas duas possibilidades. Essa tendência pode ser justificada pelo comportamento da dissipação de energia anômala sob indução de 1,5 T, Figura 57.

Figura 59. Coeficiente angular e frequência de cruzamento indicando a Hz na qual o aço envelhecido passa a ser a melhor opção, sob indução de 1,5T. Valores de frequência de excitação extrapolados.

- **As perdas do aço GNO70**

O índice de envelhecimento da dissipação de energia total para o aço GNO70 está nas Figura 61 e Figura 60. Ambas as curvas apresentam um pico de envelhecimento, o que as diferem dos aços GNO340 que não apresentaram um máximo nítido. Além disso, as curvas que apresentaram menor índice de envelhecimento correspondem à frequência de 180 Hz medida a 1T, Figura 60, e 120 Hz mensurada com indução de 1,5T, ou seja, quanto maior a frequência de excitação menor é o envelhecimento, expressa na Figura 61e Figura 61. Esta consequência pode advir da redução da taxa de crescimento da energia anômala em função da frequência de excitação e envelhecimento. Ainda assim, é importante destacar que tais curvas contém a presença da dissipação de energia parasita.

Figura 60. Índice de envelhecimento da dissipação de energia total em diferentes frequências de excitação sob 1T. Amostra GNO70

Figura 61. Índice de envelhecimento da dissipação de energia total em diferentes frequências de excitação sob 1,5T. Amostra GNO70

O resultado das curvas supracitadas, sem a presença da dissipação por corrente de *Foucault*, aferidas a 1,5T estão na Figura 62. Identifica-se que a sensibilidade ao envelhecimento em função da frequência de excitação se sustenta, e tem origem na dissipação de energia anômala. Os mesmos

resultados para as medições feitas a 1T de indução e apresentarem comportamento análogo Figura 63.

Figura 62. Índice de envelhecimento da dissipação de energia anômala mais dissipação de energia histerética (W_t-W_p), mensuradas com indução de 1,5T.

Figura 63. Índice de envelhecimento dissipação de energia anômala mais dissipação de energia histerética (W_t-W_p), mensuradas com indução de 1T.

A susceptibilidade da dissipação de energia anômala ao tratamento térmico de envelhecimento pode ser vista nas Figura 64 e Figura 65. As curvas de dissipação de energia anômala revelam que quanto menor a frequência de excitação maior o IE%. É plausível que este resultado seja consequência do refinamento dos domínios magnéticos mediante o aumento da frequência de excitação.

Como disposto na literatura, o refino dos domínios magnéticos pode reduzir a dissipação de energia anômalas [65], [67], [77].

A Figura 64 demonstra também que, as amostras envelhecidas por 350 horas quando empregadas em frequências de 180 Hz sob indução de 1T apresentam a mesma dissipação de perda anômala que as amostras solubilizadas. O mesmo resultado pode ser notado na Figura 65, para as curvas a 100 e 120 Hz, medidas sob 1,5T.

Figura 64. Índice de envelhecimento da dissipação de energia anômala a 1T de indução.

Figura 65. Índice de envelhecimento da perda anômala sob indução de 1,5T.

A Figura 66 traz as retas que representam a energia dissipada na perda total em função da frequência de excitação, sob indução de 1,5T. A partir da figura não é possível notar mudança da inclinação das retas com o avanço do tempo de envelhecimento, contudo houve. As retas obtidas sob indução de 1T serão omitidas por possuírem comportamento análogo ao da Figura 66.

Figura 66. Dissipação de energia da perda total em função da frequência de excitação, sob indução de 1,5T.

Coeficientes angulares e lineares das retas de energia da perda total a 1 e 1,5T foram extraídos. A partir destes, a frequência de excitação na qual as retas de dissipação do GNO70 envelhecido cruzam a reta de dissipação do mesmo aço, entretanto, solubilizado, foram construídas e expressadas na Figura 67 e Figura 68.

Quando o GNO70 é envelhecido acima de 6 horas é possível que este se torne menos dissipativo do que o mesmo aço solubilizado para todos os tempos de envelhecimento empregado, porém, o melhor resultado foi obtido sob 25 horas de tratamento térmico, como pode ser visto na Figura 67.

Figura 67. Coeficiente angular e frequência de cruzamento indicando a Hz na qual o aço envelhecido passa a ser a melhor opção, sob indução de 1,5T. Valores de frequência de excitação extrapolados.

Por sua vez, os coeficientes angulares e a curva F (Hz) para as perdas totais medidas a 1T são mostrados na Figura 68. Nesta figura, os pontos em que os valores de F (Hz) são iguais a zero corresponde à valores negativos de interceptação, não fazendo sentido representá-los. Para esta indução, nenhuma das amostras envelhecidas tornou-se menos dissipativas em frequência abaixo de 1,5 KHz.

Figura 68. Coeficiente angular e frequência de cruzamento indicando a Hz na qual o aço envelhecido passa a ser a melhor opção, sob indução de 1T. Valores de frequência de excitação extrapolados.

- **As perdas do aço GNO110**

Os índices de envelhecimento da liga GNO110 foram mais tímidos quando comparados aos das demais ligas. De fato, a partir da baixa variação do campo coercivo, já é esperado um índice de envelhecimento reduzido para a perda total, como pode ser visto na Figura 70 e Figura 69. A partir dos gráficos é possível notar que baixas frequências (<60Hz) possuem mais sensibilidade ao envelhecido, para ambas as induções magnéticas.

Sob indução magnética a 1T, as frequências acima de 100 Hz mostraram-se menos afetadas pelo aumento do tempo de envelhecimento e a partir de 350 horas seus resultados propendem aos mesmos resultados apresentados pelo material não envelhecido. Resultado oposto é exibido pelo IE% mensurado a 1,5T, mostrando que o envelhecimento provoca aumento contínuo de dissipação de energia do material.

Figura 69. Índice de Envelhecimento da dissipação de energia total a 1T de indução máxima do aço GNO110

Figura 70. Índice de Envelhecimento da dissipação de energia total a 1,5T de indução máxima do aço GNO110.

A sensibilidade da dissipação de energia anômala ao envelhecimento está disposta nas Figura 71 e Figura 72. A análise de tais figuras revela que o envelhecimento foi capaz de reduzir a perda anômala para todos os tempos aplicados, sob medida de 1,5T. Para os resultados a 1T, comportamento semelhante foi observado, embora, a medida a 30 Hz tenha alcançado o IE% de 3%. Nota-se ainda que, a sensibilidade da perda anômala ao envelhecimento decresce com o incremento da frequência de excitação, a 1T. As reduções denotadas pela perda anômala, ainda que na casa dos 5 %IE, não foram

capazes de provocar o mesmo efeito na perda total, pois foram compensadas pelo acréscimo de perda histerética.

Figura 71. IE% da dissipação de energia mensurado a 1T de indução máxima em função do tempo de envelhecimento.

Os resultados da dissipação anômala calculados sob indução de 1,5T estão ilustrados na Figura 72. Constata-se um declínio percentual da W_a mediante o envelhecimento até 352 horas acumuladas. Sob o tempo de 646 horas as amostras apresentaram perdas próximas aos valores das amostras não envelhecidas.

O comportamento exibido pelas Figura 72 e Figura 71 demonstra uma possível interação benéfica entre domínios magnéticos e precipitados. Para que haja redução ou manutenção de valores da perda anômala, com o incremento da frequência de excitação, paredes de domínios devem se mover com menor velocidade. É possível que a presença de carbonetos tenha possibilitado a nucleação de novos domínios magnéticos aumentando sua densidade durante o ciclo histerético, o que favorece a redução da perda anômala.

Figura 72. IE% da dissipação de energia anômala mensurado a 1T de indução máxima em função do tempo de envelhecimento.

O incremento da dissipação de energia total sob o tratamento térmico de envelhecimento ficou aquém do esperado para ligas com teores de carbono além de 30 ppmC. Resultados já reportados em literaturas como, [33] e [40], demonstraram que para tempos, temperatura e composição equivalentes, tem-se um maior aumento das perdas (dissipações).

Os resultados da dissipação de energia total, em J/m³, não apresentaram grandes modificações mediante o incremento do tempo de envelhecimento, Figura 73 Figura 74. Mas ao examinar os coeficientes angulares, eles revelam que as perdas do material envelhecido se tornam menos dissipativas quando comparada à da liga sem envelhecimento, como será discutido a seguir, Figura 75 Figura 76.

Figura 73. Perda total do aço GNO110 envelhecido a 225 °C sob diferentes tempos de envelhecimento 1T.

Figura 74. Perda total do aço GNO110 envelhecido a 225 °C sob diferentes tempos de envelhecimento 1.5T.

A Figura 75 e Figura 76 mostram as frequências em que o material envelhecido cruza o material solubilizado. Sob induções magnéticas de 1,5 T, todos os tempos de envelhecimento empregados produziram materiais envelhecidos que serão mais eficientes do que esse em seu estado solubilizado. Quando este aço foi envelhecido até 352 horas a frequência em que ocorre o cruzamento ficou abaixo de 280 Hz. Com relação à 1T, Figura 75, os tempos de 130, 352 e 646 horas produziram os melhores resultados, frequências de cruzamento abaixo de 500 Hz.

Figura 75. Coeficientes angulares e $F(\text{Hz})$ de cruzamento sob indução de 1T. Valores de frequência de excitação extrapolados.

Figura 76. Coeficientes angulares e $F(\text{Hz})$ de cruzamento sob indução de 1,5T. Valores de frequência de excitação extrapolados.

- **Correlações entre $F(\text{Hz})$ e diâmetro do carboneto**

A análise das curvas $F(\text{Hz})$ dos aços GNO340, GNO70 e GNO110 esboçadas nas Figura 58, Figura 59, Figura 67, Figura 68 e Figura 73 revelam que: os resultados mais promissores dos três materiais provêm das amostras submetidas a indução magnética de 1,5 T. As hipóteses para estes resultados

serem apresentados sob indução de 1,5T são apresentadas e discutidos com base na liga GNO110 no próximo tópico.

Sob um aspecto geral a amostra de aço GNO70 apresentou melhores resultados sob indução de 1,5T. Esses resultados indicam a possibilidade da utilização de amostras envelhecidas para frequências superiores a 1KHz. No âmbito da indução de 1T os resultados mostraram-se não vantajosos. As frequências de cruzamento foram negativas ou demasiadamente grandes, como pode ser visto nas Figura 77 e Figura 78.

A partir dos dados já mencionados é tentado estabelecer relação entre as frequências de excitação de interceptação, curvas $F(\text{Hz})$, com a estereologia quantitativa dos carbonetos. Para tal, foi utilizado o diâmetro médio dos carbonetos contraposto com a curva $F(\text{Hz})$. Os resultados negativos de frequência de excitação, antes igualados à zero, serão agora mostrados. As Figura 77 e Figura 78 trazem a contraposição descrita para os aços GNO70 com propriedades magnéticas caracterizadas a 1,5 e 1 T de indução magnética, respectivamente.

Figura 77. Curvas de frequência de interceptação, a 1,5T, e o diâmetro médio de carbonetos em função do tempo de envelhecimento.

Figura 78. Curvas de frequência de intercepção, a 1T, e o diâmetro médio de carbonetos em função do tempo de envelhecimento.

As amostras do aço GNO340 apresentaram resultados promissores sob indução de 1 e 1,5T, Figura 79 e Figura 80, respectivamente. Os valores de frequência de cruzamento negativos nada mais indicam que o envelhecimento elevou a dissipação de energia quando comparado com a amostra não envelhecida.

Figura 79. Curvas de frequência de intercepção, a 1T, e o diâmetro médio de carbonetos em função do tempo de envelhecimento.

Figura 80. Curvas de frequência de interceptação, a 1.5T, e o diâmetro médio de carbonetos em função do tempo de envelhecimento.

O envelhecimento das amostras do aço GNO110 apresentou os melhores resultados, no que tange a frequência de excitação onde o material se torna mais vantajoso do que o material não envelhecido. Medidas sob indução magnética máxima de 1T exibiram ótimos resultados nos tempos de 6, 30, 130, 352 e 646 horas com frequência de excitação de 342, 47, 494, 590 e 337 Hz respectivamente. As medições apuradas no âmbito da indução máxima de 1,5T indicaram bons resultados para todos os tempos de envelhecimento aplicado (exceto 6 horas). Este efeito denota a propensão dos melhores resultados serem obtidos sob indução de 1,5T. Esse resultado é a soma da redução da perda anômala (Figura 71 Figura 72) com o baixo aumento da perda histerética (representada pelo H_c Figura 45).

Figura 81. Curvas de frequência de interceptação, a 1T, e o diâmetro médio de carbonetos em função do tempo de envelhecimento. Amostra descarbonetada, solubilizada e envelhecida.

Figura 82. Curvas de frequência de interceptação, a 1,5T, e o diâmetro médio de carbonetos em função do tempo de envelhecimento. Amostra descarbonetada, solubilizada e envelhecida

Visualmente não é possível inferir a respeito da relação entre os resultados. Deste modo, o método estatístico de correlação de Pearson foi utilizado. Este recurso mensura o grau de correspondência linear entre as variáveis, indicando a força e a direção desta relação. Os valores da relação sempre estão entre 1 e -1, e quanto mais próximo de 0 menor será a coesão entre as variáveis. Como se trata de um modelo linear, os sinais de negativo e

positivo pertinente à faixa de resultados possíveis remetem à inclinação da reta de relação.

Nas amostras do aço GNO70 a 1,5T a frequência de interceptação e o diâmetro dos carbonetos apresentaram correlação de 0,048 indicando a ínfima correlação positiva, para o mesmo aço a 1T de indução a correlação obtida foi -0,54 indicando relação moderada negativa entre as variáveis. Nos aços GNO340 a correlação calculada foi de 0,11 a 1,5T, considera ínfima, e -0,4 a 1T admitida como sendo uma coesão moderada negativa entre as variáveis. Por sua vez a liga GNO110 exibiu uma correlação entre frequência de cruzamento e diâmetro de carboneto no valor de 0,4 sob indução de 1T e 0,7 a 1,5T. Mostrando, portanto, bom resultado para altas induções. Correlações positivas retratam que as variáveis são diretamente proporcionais, assim, quando diâmetro do carboneto cresce - nos intervalos de tamanho obtidos neste trabalho -, aumenta também, a frequência na qual o aço em questão é mais vantajoso.

5.3 Indução magnética e perdas anômalas

É importante salientar que, frequência de excitação na qual torna-se mais vantajoso utilizar um material envelhecido é menor quando a dissipação de energia é medida em 1,5T. O fato pode ser revisto nas Figura 77, Figura 80 e Figura 82. Portanto, o efeito da indução magnética e da frequência de excitação na morfologia dos carbonetos e nos mecanismos dissipativos serão discutidos neste tópico.

Partindo da ideia de que a frequência de excitação é proporcional a variação do campo pela variação do tempo:

$$f_{t \rightarrow \infty} \propto \frac{dH}{dt} \rightarrow 0$$

Considerando que a velocidade da parede de domínios é proporcional a frequência de excitação, e para um material real, essa velocidade dependerá da presença de obstáculos presentes no material (β):

$$f \frac{1}{\beta} \propto V_{DW*} \rightarrow 0$$

V_{DW*} = velocidade da parede de domínio no material real

tem-se, portanto, a perda histerética.

Na prática, o tempo é finito e assim a frequência de excitação f (Hz) não é zero, mas próximo de. Vale ressaltar que, como B (indução) é a resposta dada pelo material em função do H aplicado, ao invés de dH/dt é aceitável considerar também dB/dt , contudo, será considerado a variação o campo em função do tempo como sendo proporcional à frequência de excitação.

Como a taxa de variação do campo é próxima a um valor nulo, a velocidade da parede de domínio é baixa e correntes geradas em torno de si podem ser desprezadas, caso não fossem, haveria perda anômala.

Assim, a fim de aprofundar e diferenciar os fenômenos que ocorrem em frequência e em regime quase-estático, toma-se a derivada segunda da variação do campo pelo tempo:

$$\frac{d}{dt} \left(\frac{dH}{dt} \right) \div \frac{d^2 H}{dt^2}$$

O que pode ser encarado como a variação da taxa de variação. Resumindo: aceleração. A aceleração a de uma parede de domínio proporciona a perda histerética. Pressupondo, neste caso, que no regime quase-estático não há velocidade e sim movimento repentinos.

Essa aceleração ocorre do desprendimento de uma parede de domínios ou pela passagem dela por um obstáculo, como contornos de grão, partículas de segunda fase, discordâncias, etc...

A partir do processo de magnetização em regime de frequência, o que por ser considerado como uma certa variação de campo aplicado sob uma

determinada variação de tempo, a seguinte suposição pode ser contextualizada: para induções magnéticas diferentes, exempli gratia 1 e 1,5T, e assumindo que H_{max} a 1 e 1,5T foram de 200 e 400 A/m, respectivamente, deverá haver uma variação de Δt diferente para ambos os casos. Essa observação implica que, apesar da frequência média ser a mesma, a variação instantânea de $f(\text{Hz})$ durante o ciclo será diferente para cada indução aplicada e em cada trecho da curva de histerese. Supõe-se, dessa forma, que:

$$df_{1.5T} \propto \frac{dH}{dt} > df_{1T} \propto \frac{dH}{dt}$$

A única forma para que a frequência média seja a mesma para induções magnéticas diferentes é que a frequência instantânea seja diferente. Logo, uma maior variação do campo magnético será necessária para atingir 1,5T, e assim, a variação de tempo também será diferente da variação obtida a 1T.

Se $df_{1.5T} \neq df_{1T}$, a velocidade e a aceleração da parede de domínio serão maiores a 1,5T, logo:

$$\begin{aligned} V_{DW1T} &< V_{DW1.5T} * \\ \therefore \\ a_{1T} &\propto \frac{d^2 H_1}{dt_1^2} < a_{1.5T} \propto \frac{d^2 H_{1.5}}{dt_{1.5}^2} \end{aligned}$$

*Nota-se que com há uma comparação entre o mesmo material, no entanto para induções diferentes, a constante β pode ser desconsiderada.

Espera-se, assim, que a perda anômala aumente com a indução magnética, o que pode ser visto na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** e **Erro! Fonte de referência não encontrada.** (o mesmo comportamento é apresentado pelas ligas GNO340 e GNO70). Se o aumento da frequência de excitação tende a aumentar a velocidade das paredes de domínio e, a partir de uma Hz característica aumenta também o número de paredes de domínios participando do processo de magnetização [57], [78], é possível conjecturar que a o aumento da indução também o faça. Resumidamente, o aumento da indução

magnética e da frequência de excitação podem provocar o aumento na densidade de domínios magnéticos.

Pode-se considerar que, para a mesma indução magnética o aumento da frequência de excitação leva ao aumento da densidade de paredes de domínio (área de paredes por unidade de volume), e para a mesma frequência de excitação, o aumento da indução leva, também, ao incremento dessa densidade. No entanto, o incremento da indução magnética ou a majoração da frequência de excitação não são capazes de reduzir as perdas totais por si só.

As propriedades que são capazes de promover o refinamento dos domínios magnéticos serão mais eficientes quando o aço for aplicado em altas frequências de excitação e altas induções ($B > 1\text{T}$). Neste trabalho foi utilizado a precipitação de carbonetos de ferro como artefato para alcançar tal objetivo. Desta forma, o cruzamento da curva do material não envelhecido com a curva do material envelhecido ocorrerá mais precocemente para indução de $1,5\text{T}$, como observado na Figura 82.

É possível ainda, aplicar as mesmas hipóteses sobre a indução e frequência de excitação ao tamanho de grão. Contornos de grão são fontes de energia magnetostática e a morfologia dos domínios magnéticos é estritamente dependente desta energia. A estrutura dos domínios tende a ser a mais refinada possível devido ao incremento da misorientação entre grãos. Logo, espera-se uma morfologia de domínios mais refinada a medida que se diminui o tamanho de grão.

Logo, um menor tamanho de grão tende, também, a proporcionar refino nos domínios magnéticos, para além do que o aumento de Hz ou indução magnética é capaz. O cruzamento da curva entre menor e maior tamanho de grão ocorre em menores frequências de excitação para $1,5\text{T}$ do que a 1T , Figura 83. Sob indução magnética de 1T , a perda do aço de menor tamanho de grão (GNO340 como recebido) é maior até valores de 1kHz , quando a curva do aço solubilizado (GNO340), de mesma composição, começa a ser mais dissipativo. No mesmo sentido, a amostra do aço descarbonetado (GNO110), diferindo

apenas no teor de C, é mais dissipativa acima de 3 kHz. De maneira oposta, e mais intensa, as perdas do aço GNO340 com menor tamanho de grão, quando medidas a 1,5T, são melhores acima de 586 Hz, comparadas ao do aço GNO340 solubilizado e melhores acima de 443 Hz comparando-as com a do aço GNO110.

Figura 83. Efeito da indução magnética na interseção das curvas de energia total, medidas sob 1 e 1,5T da liga GNO340 em seu estado como recebido, solubilizado e decarbonetado.

5.4 Observação dos domínios magnéticos

Os resultados apresentados sugerem que o envelhecimento magnético possui potencial para causar o refinamento dos domínios magnético. Portanto, dois pares de amostra de cada aço foram preparados para a observação de domínios magnéticos. Os corpos de prova tomados correspondem às amostras solubilizadas e envelhecidas por 100 horas.

Esta etapa experimental tem como objetivo medir a distância entre as paredes de domínio - densidade de domínios -, para identificar o potencial do envelhecimento magnético. O estado das amostras solubilizadas no qual as observações foram feitas é o desmagnetizado imposto pelo quadro de Epstein após cada medida magnética.

As primeiras amostras a serem observadas por MOKE (*Magnetic optical Kerr effect*) não apresentaram resultados apreciáveis, pois continham riscos e

vestígios de deformação causados pelo processo de polimento metalográfico. Após a adição de duas etapas de polimento, polimento com alumina de 0,5 e 0,3 μm de granulometria, os domínios começaram a ser observados, Figura 84. Ainda assim, as amostras continham riscos e relevos que cerceavam a área a ser observada. Com o incremento da etapa de polimento com sílica coloidal por politriz semiautomática, os resultados ficaram satisfatórios, como trazido na Figura 85, que compreende a amostra do aço GNO340 solubilizado e na Figura 86 relativa à amostra do mesmo aço envelhecido por 100 horas.

Figura 84. Evolução do processo de visualização dos domínios magnéticos por MOKE. Da esquerda para a direita, polimento até 1 μm , polimento até 0,5 μm e polimento até 0,3 μm .

Figura 85. Domínios magnéticos da amostra solubilizada do aço GNO340, visualizado por MOKE.

Figura 86. Domínios magnéticos da amostra da amostra envelhecida por 100 horas do aço GNO340, visualizado por MOKE.

A respeito do aumento de densidade de domínios, a partir das Figura 85 e Figura 86 é notável que a amostra solubilizada tenha apresentado contornos de grãos mais bem definidos. Essa característica, em uma primeira análise pode induzir à conclusão de que esta amostra tenha domínios mais refinados. No entanto, não é possível inferir a respeito da densidade dos domínios magnéticos sem o auxílio da orientação cristalina do grão observado.

Figura 87. Micrografia dos domínios magnéticos da amostra solubilizada do aço GNO70, imagem obtida por MOKE.

Figura 88. Micrografia dos domínios magnéticos da amostra envelhecida por 100 horas do aço GNO70, obtida por MOKE.

Uma vez que a morfologia dos domínios magnéticos é dependente da textura do material, regiões das amostras GNO70 e GNO340 observadas por MOKE foram submetidas à caracterização de sua textura cristalográfica. O objetivo desta comparação é a parametrização para que a distância entre domínios possa ser mensurada. A Figura 89 traz essa combinação, referente às amostras do aço GNO70 solubilizadas e envelhecida por 100 horas. A partir do mapa EBSD foram marcadas as mesmas cores, o que indica a orientação cristalina do grão, para ambas as amostras.

A marcação 1, 2 e 3 na Figura 89, corresponde aproximadamente aos planos (001), (101) e (111) paralelos à superfície da amostra. A contagem dos domínios foi realizada traçando-se uma reta de comprimento conhecido perpendicular ao comprimento das paredes de domínios magnéticos, assim a densidade e o tamanho médio dos domínios para cada orientação cristalográfica foram medidos, como consta na Tabela VI.

Tabela VI. Distância entre paredes e densidade domínios para os grãos com os planos marcados na Figura 89, aço GNO70.

	Solubilizado		Envelheido 100 horas	
	Densidade	Distância	Densidade	Distância
	1/ μm	$\delta d \mu\text{m}$	1/ μm	$\delta d \mu\text{m}$
(001)	0.508	1.96	0.616	1.62
(101)	0.196	5.08	0.5105	1.95
(111)	0.1107	9.03	0.368	2.71

Figura 89. Micrografia dos domínios magnéticos e textura das amostras do aço GNO70 solubilizada e envelhecida por 100 horas.

A respeito do aço GNO340 somente na amostra envelhecida por 100 horas foi possível extrair o EBSD, Figura 90. A amostra solubilizada não obteve índice de qualidade desejável para indexação das linhas de Kikuchi ao padrão de difração do Fe α . A não indexação da difração foi causada pela deformação da amostra e principalmente pela oxidação superficial.

Figura 90. Micrografia dos domínios magnéticos e textura das amostras do aço GNO340 envelhecida por 100 horas, e micrografia da amostra solubilizada.

A morfologia dos domínios magnéticos presentes nos planos (100), (111) e (110) apresentados nas Figura 89 Figura 90 possuem boa concordância com a imagens de domínios magnéticos observadas por microscopia eletrônica apresentado por Gallaughier *et. al* [79]. Neste caso, os autores utilizaram técnica

baseada na interação magnética de domínios e feixe de elétrons em microscópio eletrônico acoplado com detector *Forescatter*.

A perda anômala, como descrita por Pry e Bean [80] é proporcional à distância entre as paredes de domínio, logo, era esperado, a partir da Tabela VII, que a P_a fosse menor para o aço GNO70 envelhecido por 100 horas. No entanto, esse resultado não foi confirmado pela medição das perdas magnéticas. Tanto a 1T quanto a 1,5T o IE% de P_a (W_a) é menor para a mostra solubilizada. É importante destacar que a morfologia do domínios magnético dentro de um grão é fortemente dependente da orientação dos grãos vizinhos [79].

Encontra-se, sobretudo, nas amostras com baixo teor de silício, como é o caso da liga GNO110-340, elevada dificuldade na preparação metalográfica que permita observar domínios magnéticos. As Figura 91 Figura 92 trazem uma visão geral a respeito da amostra GNO110. Medir a distância entre domínios ou o perímetro das paredes de domínios tem se mostrado uma tarefa audaciosa e até o momento não solucionada.

Figura 91. Imagem de domínios magnéticos fotografados de uma amostra do aço GNO110 após a descarbonetação/têmpera. Polimento em 4 horas na sílica coloidal.

Figura 92. Imagem de domínios magnético da amostra com 352 horas de envelhecimento sob temperatura de 225°C.

5.5 Domínios magnéticos e carbonetos

Interações entre precipitados e domínios magnéticos, como domínios de fechamento, não foram evidenciadas nas Figura 86 a Figura 92, que correspondem à técnica de efeito Kerr *Magneto-optico*. A priori podem ser elencadas três razões para o insucesso: a dificuldade de preparação das amostras; a capacidade de resolução da técnica; o real efeito da energia magnetostática do campo desmagnetizante dos carbonetos de ferro. Assim, a ausência destes domínios de fechamento não corrobora resultados já evidenciados pela literatura [81], [40], [55] e [73].

Análises complementares foram realizadas na Universidade McGill em Montreal Canada, Figura 95 e Figura 96. É possível identificar que a presença de precipitados de carbonetos de ferro afetou pouco a morfologia dos domínios. As setas indicam possíveis reordenações da estrutura para conter a energia desmagnetizante gerada pela presença do carboneto. Ainda nas mesmas figuras, é possível observar que a presença de pites de corrosão causados pelo polimento metalográfico não passaram despercebidos. Nota-se que estas crateras causam curvatura de algumas paredes de domínios. Resultados

semelhantes podem ser observados nas imagens do trabalho de Gallagher *et al.* [79].

As partículas de segunda fase interagem de pelo menos duas maneiras com as paredes de domínio, como citado no capítulo 3.5.2, cada uma delas com um tipo de efeito de tamanho: ou pela redução da energia de parede causada pelo volume de parede ocupado pela partícula, ou pela redução da energia magnetostática associada ao campo desmagnetizante [46].

O efeito do campo desmagnetizante foi tratado no trabalho de Dijkstra e Wert [46] como o efeito mais deletério às propriedades magnéticas. Os autores discutiram o efeito do campo desmagnetizante de inclusões/partículas esféricas no campo coercivo. Neste contexto, a interação entre uma partícula e uma parede de domínios é considerada verdadeira para toda e qualquer direção cristalina, o que de fato é verossímil já que tais partículas não possuem plano de hábito. A partir dos resultados das Figura 95 e Figura 96 e com base na morfologia dos carbonetos torna-se conveniente discutir como o campo magnetostático desmagnetizante é gerado pelos carbonetos presentes na matriz ferrítica.

No caso de carbonetos com precipitação em determinados planos de hábito, como é o caso do ϵ e Fe_3C , nem todos estão em posições capazes de produzir fator desmagnetizante considerável. Na Figura 93 a e b são mostradas as possíveis configurações desses carbonetos, incluindo a parede de domínio que é sempre paralela. É observado que para o carboneto épsilon, apenas aquele que tiver seu menor semieixo paralelo à direção de magnetização (M) terá alto fator desmagnetizante. As outras duas possibilidades, em que o menor semieixo é perpendicular à direção de magnetização, terão baixo fator desmagnetizante e, portanto, pouco efeito ancorador de parede de domínio. Essas relações são válidas por ser considerado que o $c \ll a=b$. Assim, apenas 1/3 dos carbonetos épsilon possuem apreciável fator desmagnetizante o que implicará na capacidade de nucleação de domínios de fechamento e em forte ancoramento das paredes de domínio.

A respeito da cementita é observado que todas as partículas ($\{110\}$ com direção de crescimento $\langle 111 \rangle$) são capazes de contribuir com relativo campo desmagnetizante, Figura 93 b. Ainda que seu maior semieixo (a) esteja perpendicular ao campo magnético, sua projeção para o plano $\{100\}$ o reduzirá, aumentando, então, seu fator desmagnetizante. Já os semieixos b e c possuíram os maiores fatores desmagnetizantes.

Figura 93. Carbonetos ϵ (a) em sua posição de hábito, os demais carbonetos foram suprimidos pois correspondem à posição recíproca da família de planos $\{100\}$. Na parte (b) é mostrado o carboneto cementita em seu plano de hábito $\{110\}$ no formato de placas retangulares cujo maior eixo é perpendicular à direção de seu crescimento $\langle 111 \rangle$. A parede de domínio desenhada corresponde a uma de 180° .

Figura 94. Carbonetos épsilon à esquerda e cementita à direita separados por paredes de 180° e 90° .

A Figura 94 apresenta as interações que seriam observadas quando há o avanço de paredes de 90° . Durante a movimentação destes domínios magnéticos (90°), o encontro entre a parede e o precipitado que produzir a maior redução de campo magnetostático, será um ponto de ancoramento de seu movimento. Nessa situação, carbonetos Fe_3C na posição 1 teriam maior força ancoradora, ainda que tenha baixa energia magnetostática, a energia relativa ao volume da parede reduzida seria apreciável, pois essa conteria em seu interior todo o carboneto. De forma oposta, carbonetos ϵ contariam com pouca força para conter um avanço de paredes de 90° . Esse fato implica que, não serão todos os carbonetos capazes de tal feito. Nas Figura 95 e Figura 96 podem ser visto, mostrado pelo círculo cheio, precipitados que parecem não perturbar a morfologia dos domínios e nem ancorar paredes. De maneira oposta, ainda na mesma figura, marcado pelo círculo pontilhado, nota-se que houve interação entre o precipitado e a parede de domínio.

Figura 95. Imagem de domínios magnéticos e precipitados de carbonetos de ferro, referentes a amostra GNO340 envelhecidas por 100 horas. Imagem obtida na universidade McGill em Montreal Canadá.

Figura 96. Imagem de domínios magnéticos e precipitados de carbonetos de ferro, referentes a amostra GNO340 envelhecidas por 100 horas. Imagem obtida na universidade McGill em Montreal Canadá.

Por outro lado, a textura desempenha um forte papel na modificação da morfologia dos domínios magnéticos. Grãos com orientação cristalográfica próximas tendem a exibir domínios que os atravessam, como visto na marcação 1 e 3 na Figura 97. Já em contornos que separam grãos com texturas muito distintas não é observado a continuidade dos domínios magnéticos, como no caso da marcação 2 da mesma figura.

Figura 97. Observação de domínios magnéticos nos contornos de grão, amostra GNO70 solubilizada.

6. CONCLUSÕES

A respeito da microestrutura das amostras do aço semiprocessado contendo 340 ppm de C constatou-se que, o crescimento de grão por recristalização teve sua cinética alterada pela presença de carbonetos de ferro.

Constata-se que os carbonetos com tamanho entre 0,5 a 1 μm foram mais deletérios às propriedades magnéticas tanto do aço semiprocessado com 340 ppm de C quanto do aço totalmente processado contendo 2 %Si e 79 ppm de C. De maneira oposta, não foi observado relação direta e clara entre tamanho de carbonetos e majoração de H_c na liga GNO contendo 110 ppm de C. O aumento do tamanho dos carbonetos de ferro tenderam a ser benéfico à perda total em altas frequências de excitação. Confirmou-se que as amostras do aço contendo 2 %Si e 79 ppm de C apresentaram domínios mais refinados que a mesma amostra solubilizada. O mesmo resultado foi evidenciado para amostras do aço semiprocessado contendo 110 ppm de C. Identificou-se também que, existe uma interação entre carbonetos e paredes de domínios. Além disso, constatou-se, teoricamente, que carbonetos do tipo ϵ , precipitados em matriz ferrítica, só possuem alto campo desmagnetizante quando têm seu menor semieixo paralelo à direção de magnetização. Assim, apenas 1/3 destes devem ser mais deletérios às propriedades magnéticas.

A perda anômala medida a 1,5 T para o aço semiprocessado contendo 340 ppm de C mostrou-se insensível ao tratamento de envelhecimento mesmo mediante o incremento da frequência de excitação. No aço totalmente processado envelhecido contendo 2 %Si e 79 ppm de C a perda anômala é reduzida com o aumento da frequência de excitação. Para o aço com 110 ppm de C, o envelhecimento foi capaz de reduzir o IE% da Pa para valores abaixo de 2% sob indução 1T, já sob indução de 1,5T a perda anômala do aço envelhecido é menor do que a do aço solubilizado, o que resultou em IE% negativo.

Em geral, pode ser concluído que a técnica de envelhecimento tem grande potencial para ser empregada como refinador de domínios e, com isso, menor dissipação de energia em altas frequências de excitação. Os melhores

resultados foram obtidos para as amostras descarbonetadas contendo 110 ppm de carbono.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] F. J. G. Landgraf, "Nonoriented Electrical Steels," *Jom*, vol. 64, no. 7, pp. 764–771, 2012.
- [2] K. M. Lee, S. Y. Park, M. Y. Huh, J. S. Kim, and O. Engler, "Effect of texture and grain size on magnetic flux density and core loss in non-oriented electrical steel containing 3.15% Si," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 354, pp. 324–332, 2014.
- [3] M. F. De Campos, J. C. Teixeira, and F. J. G. Landgraf, "The optimum grain size for minimizing energy losses in iron," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 301, pp. 94–99, 2006.
- [4] R. E. Lenhart, "Grain size effects in silicon steels upon the ac core loss components," *J. Appl. Phys.*, vol. 35, pp. 861–862, 1964.
- [5] K. Matsumura and B. Fukuda, "Recent developments of non-oriented electrical steel sheets," *Magn. IEEE Trans.*, vol. M, no. 5, pp. 1533–1538, 1984.
- [6] M. F. De Campos, T. Yonamine, M. Fukuhara, F. J. G. Landgraf, C. a. Achete, and F. P. Missell, "Effect of Frequency on the Iron Losses of 0.5% and 1.5% Si Nonoriented Electrical Steels," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 42, no. 10, pp. 2812–2814, 2006.
- [7] M. A. Da Cunha and S. Da Costa Paolinelli, "Non-Oriented Silicon Steel Recrystallization Texture Study," *Mater. Sci. Forum*, vol. 408–412, pp. 779–784, 2002.
- [8] L. Xie, P. Yang, N. Zhang, C. Zong, D. Xia, and W. Mao, "Formation of {100} textured columnar grain structure in a non-oriented electrical steel by phase transformation," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 356, pp. 1–4, 2014.
- [9] M. a. Cunha and S. Paolinelli, "Low core loss non-oriented silicon steels," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 320, pp. 2485–2489, 2008.
- [10] J. B. Goodenough, "Summary of losses in magnetic materials," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 38, no. 5, pp. 3398–3408, 2002.
- [11] G. Bertotti, F. Fiorillo, and G. P. Soardo, "DEPENDENCE OF POWER LOSSES ON PEAK MAGNETIZATION AND MAGNETIZATION FREQUENCY IN GRAIN-ORIENTED AND NON-ORIENTED 3% SiFe," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 23, no. 5, pp. 3520–3522, 1987.
- [12] J. J. Thomson, "On the heat produced by Eddy Currents in an iron plate exposed to an alternation magnetic field," *Electr.*, vol. 28, p. 599, 1892.
- [13] F. J. G. Landgraf, J. R. F. Da Silveira, and D. Rodrigues-Jr. D., "Determining the effect of grain size and maximum induction upon coercive field of electrical steels," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 323, pp. 2335–2339, 2011.
- [14] B. F.J.G. Landgraf, T. Yonamine, M. Emura, M.A. Cunha, "Modeling the angular dependence of magnetic properties of a fully processed non-oriented electrical steel," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 255, pp. 328–330, 2003.
- [15] D. Rodrigues-Jr, T. S. P. Nishkawa, A. a. Almeida, F. J. G. Landgraf, and

- R. V. Martin, "The Effect of Recovery Annealing on the Magnetic and Mechanical Properties of Nonoriented Electrical Steels," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 50, no. 4, pp. 1–4, 2014.
- [16] H. J. Williams, W. Shockley, and C. Kittel, "Studies of the propagation velocity of a ferromagnetic domain boundary," *Phys. Rev.*, vol. 80, no. 6, pp. 1090–1094, 1950.
- [17] A. A. Almeida, "Influência do tamanho de grão, teor de silício e frequência de excitação nas perdas anômalas do aço GNO," Universidade de São Paulo, 2013.
- [18] P. Beckley and J. E. Thompson, "Erratum: Influence of inclusions on domain-wall motion and power loss in oriented electrical steel," *Proc. Inst. Electr. Eng.*, vol. 118, no. 11, p. 274, 1971.
- [19] A. H. Morrish, *The Physical Principles of Magnetism*, vol. 1. 1965.
- [20] S. K. Ray and O. N. Mohanty, "On predicting the extent of magnetic aging in electrical steels," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 78, no. 2, pp. 255–262, 1989.
- [21] Aperam, "Aços elétricos de grão orientados e grão não-orientados," 2015. [Online]. Available: <https://brasil.aperam.com/wp-content/uploads/2015/08/Aços-Elétricos-GO-e-GNO-2.pdf>.
- [22] F. J. G. Landgraf and R. Takanohashi, "Tamanho de grão e textura dos aços elétricos de grão não-orientado."
- [23] M. G. Lloyd, "Magnetic hysteresis," *J. Franklin Intitute*, vol. CLXX, pp. 1–25, 1910.
- [24] M. A. Cunha, "Aços para fins eletromagnéticos," *Metal. Mater.*, vol. 62, p. 9, 2006.
- [25] C.-K. Hou, C.-T. Hu, and S. Lee, "The effect of aluminium on the magnetic properties of lamination steels," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 27, no. 5, pp. 4305–4309, 1991.
- [26] J. Barros, T. Ros-Yañez, L. Vandenbossche, L. Dupré, J. Melkebeek, and Y. Houbaert, "The effect of Si and Al concentration gradients on the mechanical and magnetic properties of electrical steel," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 290–291 PA, pp. 1457–1460, 2005.
- [27] K. C. Liao, "The effect of manganese and sulfur contents on the magnetic properties of cold rolled lamination steels," *Metall. Trans. A*, vol. 17, no. August, pp. 1259–1266, 1986.
- [28] R. Ranjan, D. Jiles, and P. Rastogi, "Magnetic properties of decarburized steels: an investigation of the effects of grain size and carbon content," *Magn. IEEE Trans.*, vol. M, no. 3, pp. 1869–1876, 1987.
- [29] J. T. Park, J. S. Woo, and S. K. Chang, "Effect of phosphorus on the magnetic properties of non-oriented electrical steel containing 0.8wt% silicon," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 182, pp. 381–388, 1998.
- [30] C. K. Hou, C. T. Hu, and S. Lee, "The effect of phosphorus on the core loss of lamination steels," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 109, no. 1092, pp. 7–12, 1992.

- [31] ABNT NBR 5161, "Produtos laminados planos de aço para fins elétricos - Verificação de propriedades," *ABNT - Assoc. Bras. Normas Técnicas*, p. 35, 1977.
- [32] R. De Janeiro, "Produtos planos de aço para uso elétrico , de grão não orientado ," *ABNT - Assoc. Bras. Normas Técnicas*, vol. 71, p. 6, 2000.
- [33] M. F. de Campos, M. Emura, and F. J. G. Landgraf, "Consequences of magnetic aging for iron losses in electrical steels," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 304, pp. 593–595, 2006.
- [34] K. M. Marra, E. a. Alvarenga, and V. T. L. Buono, "Magnetic aging a nisotropy of a semi-processed non-oriented electrical steel," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 390, pp. 423–426, 2005.
- [35] R. E. and R. Hill, *Physical Metallurgy Principles*, 4th ed. Stamford USA: Cengage Learning, 2008.
- [36] K. M. Marra, F. J. G. Landgraf, and V. T. Buono, "Magnetic losses evolution of a semi-processed steel during forced aging treatments," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 320, pp. 1–4, 2008.
- [37] K. M. Marra, "Cinética de descarbonetação de um aço GNO semiprocessado e sua influência nas propriedades magnéticas e na susceptibilidade ao envelhecimento," Universidade Federal de Minas Gerais, 2002.
- [38] W.-M. Mao, P. Yang, and C.-R. Li, "Possible influence of sulfur content on magnetic aging behaviors of non-oriented electrical steels," *Front. Mater. Sci.*, vol. 7, no. 4, pp. 413–416, 2013.
- [39] S. I. Neife, E. Pink, and H. P. Stüwe, "The isothermal precipitation behaviour in a low-carbon steel at low temperatures investigated by internal friction," *Scr. Metall. Mater.*, vol. 30, no. c, pp. 361–366, 1994.
- [40] W. C. Leslie and G. C. Rauch, "Precipitation of carbides in low-carbon Fe-Al-C alloys," *Metall. Trans. A*, vol. 9, pp. 343–349, 1978.
- [41] W. . Leslie, R. . Fisher, and N. Sen, "Morphology and crystal structure of carbides precipitated from solid solution in alpha iron," *Acta Metall.*, vol. 7, pp. 632–644, 1959.
- [42] W. . Leslie, "The quench-aging of low-carbon iron and iron-manganese alloys An electron transmission study," *Acta Metall.*, vol. 9, p. 19, 1961.
- [43] K. Ray, S and O. N. Mohanty, "TEM Investigation of Carbide Precipitation in Low Carbon Steels Containing Silicon," *Trans. Japan Intitute Met.*, vol. 24, p. 7, 1983.
- [44] S. K. Ray, S. Mishra, and O. N. Mohanty, "Tem Study of Carbide Precipitation in a Phosphorus-Bearing Low-Carbon Steel," *Scr. Metall.*, vol. 16, p. 5, 1982.
- [45] S. K. Ray and O. N. Mohanty, "Santanu-TEM Investigation of carbide precipitation in low carbon containing silicon.pdf," *Trans. Japan Intitute Met.*, vol. 24, p. 7, 1983.
- [46] L. J. Dijkstra and C. Wert, "Effect of inclusions on coercive force of iron," *Physical Review*, vol. 79. pp. 979–985, 1950.

- [47] G. M. Michal and J. a. Slane, "The kinetics of carbide precipitation in silicon-aluminum steels," *Metall. Trans. A*, vol. 17, no. August, pp. 1287–1294, 1986.
- [48] K. Ray, S. S. Mishra, and O. N. Mohanty, "Magnetic aging characteristics of a phosphorous-bearing low carbon steel," *Scr. Metall.*, vol. 15, no. 9, pp. 971–973, 1981.
- [49] A. K. De, S. Vandeputte, and B. C. De Cooman, "Kinetics of low temperature precipitation in a ULC-bake hardening steel," *Scr. Mater.*, vol. 44, no. 4, pp. 695–700, 2001.
- [50] S. K. Ray, "Effect of Phosphorus on Carbon Activity , Carbide Precipitation, and Coarsening in Ferritic Fe-C-P Alloys," vol. 22, no. January, pp. 35–43, 1991.
- [51] S. K. Chang and J. H. Kwak, "Effect of Manganese on Aging in Low Carbon Sheet Steels," *ISIJ Int.*, vol. 37, no. 1, pp. 74–79, 1996.
- [52] H. Hildebrand, "Magnetic analysis of precipitation and coarsening of carbides in steels," *ISIJ Int.*, vol. 37, no. 1 997, pp. 65–73, 1997.
- [53] A. P. Pyatakov, G. A. Meshkov, and A. K. Zvezdin, "Electric polarization of magnetic textures: New horizons of micromagnetism," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 324, no. 21, pp. 3551–3554, 2012.
- [54] B. D. Cullity and C. D. Graham, *Introduction to magnetic materials*, 2^o. .
- [55] R. M. Bozorth, "Magnetism," *Reviews of Modern Physics*, vol. 19. pp. 29–89, 1963.
- [56] F. Landgraf, "Lâminas de aço para motores elétricos," *Metal. e Mater. - ABM*, vol. 55, pp. 626–627, 1999.
- [57] Carr, "Energy Loss Resulting from Domain Wall Motion," *J. Appl. Phys.*, vol. 30 Suppl., pp. S90–S91, 1958.
- [58] G. L. Houze, "Domain-wall motion in grain-oriented silicon steel in cyclic magnetic fields," *J. Appl. Phys.*, vol. 38, pp. 1089–1096, 1967.
- [59] A. A. Almeida *et al.*, "Excess Loss Localization on the Hysteresis Curve," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 50, no. 4, pp. 5–8, 2014.
- [60] F. J. G. Landgraf, J. C. Teixeira, M. Emura, M. F. de Campos, and C. S. Muranaka, "Separating Components of the Hysteresis Loss of Non-Oriented Electrical Steels," *Mater. Sci. Forum*, vol. 302–303, pp. 440–445, 1999.
- [61] J. B. Goodenough, "A theory of domain creation and coercive force in polycrystalline ferromagnetics." pp. 1–17, 1954.
- [62] K. Ray, S and O. N. Mohanty, "On predicting the extent of magnetic aging in electrical steels," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 78, pp. 255–262, 1989.
- [63] K. M. Marra and V. T. L. Buono, "Variação Das Perdas Magnéticas Durante Envelhecimento De Um Aço Elétrico," *Tecnol. em Metal. e Mater.*, vol. 3, pp. 36–39, 2006.
- [64] J. A. Osborn, "Demagnetizing factors of the general ellipsoid," *Phys. Rev.*, vol. 67, pp. 351–357, 1945.
- [65] S. Flohrer, R. Schäfer, J. McCord, S. Roth, L. Schultz, and G. Herzer,

- "Magnetization loss and domain refinement in nanocrystalline tape wound cores," *Acta Mater.*, vol. 54, pp. 3253–3259, 2006.
- [66] J. W. Shilling and G. L. Houze, "Magnetic Properties and Domain Structure in Grain-Oriented 3 % Si-Fe," *IEEE Trans. Mag*, vol. 10, no. 2, pp. 195–233, 1974.
  - [67] W. Pieper and J. Gerster, "Total power loss density in a soft magnetic 49% Co-49 Fe-2% V-alloy," *J. Appl. Phys.*, vol. 109, pp. 107–110, 2011.
  - [68] ASTM, "E3-11 Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens 1," *ASTM Copyright.*, vol. i, pp. 1–12, 2011.
  - [69] ASTM Standard E112, "Standard Test Methods for Determining Average Grain Size," *ASTM Int.*, vol. 03.01, 2012.
  - [70] Astm, "E-562-11-Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count," *ASTM Int.*, no. C, pp. 1–7, 2011.
  - [71] ASTM, "A340 - Standard Terminology of Symbols and Definitions Relating to Magnetic Testing," *ASTM Int.*, no. July, pp. 1–20, 2003.
  - [72] C. Haasen, *Physical Metallurgy*, vol. 3. 1996.
  - [73] B. S. Corporation and P. Talbot, "Associations Between Spherical Particles of Two Dissimilar Phases," *J. Mater. Sci.*, vol. 6, pp. 403–412, 1971.
  - [74] E. Robert and R. Hill, *Princípios de Metalurgia Física*, 5th ed. 1982.
  - [75] J. Drabecki and B. Wyslocki, "Anisotropic model of the influence of nitrides Fe₁₆N₂ on the coercive force of a FeN alloy," *Phys. Status Solidi*, vol. 42, no. 1, pp. 359–367, Jul. 1977.
  - [76] M. Fujikura, H. Murakami, Y. Ushigami, S. Arai, and K. Iwata, "Effects of Cu Precipitates on Magnetic Properties of Nonoriented Electrical Steel," vol. 51, no. 5, 2015.
  - [77] A. Schoppa, P. Delarbre, E. Holzmann, and M. Sigl, "Magnetic Properties of Soft Magnetic Powder Composites at Higher Frequencies in Comparison with Electrical Steels," pp. 3–7.
  - [78] D. a. Wycklendt, "Low-frequency losses and domain boundary movements in silicon iron," *J. Appl. Phys.*, vol. 33, pp. 1283–1284, 1962.
  - [79] M. Gallagher, N. Brodus, R. Gauvin, and R. R. Chromik, "Magnetic domain structure and crystallographic orientation of electrical steels revealed by a foreshatter detector and electron backscatter diffraction," *Ultramicroscopy*, vol. 142, pp. 40–49, 2014.
  - [80] R. H. Pry and C. P. Bean, "Calculation of the energy loss in magnetic sheet materials using a domain model," *J. Appl. Phys.*, vol. 29, no. May 2013, pp. 532–533, 1958.
  - [81] J. T. Michalak and R. C. Glenn, "Transmission Electron Microscope Observations of Magnetic Domain Walls," *J. Appl. Phys.*, vol. 32, pp. 1262–1265, 1961.
  - [82] Ö. Özdemir and D. Dunlop, "Effect of crystal defects and internal stress on the domain structure and magnetic properties of magnetite," *Journal of Geophysical Research*, vol. 102. pp. 211–224, 1997.