

## Influência da Precipitação do MnS na Liga Fe-3%Si após Ensaios de Compressão a Quente.

V.A.Rodrigues<sup>(1)</sup>, W.A.Monteiro<sup>(1)</sup>, N.M.A.Ferreira<sup>(1)</sup>, L.C.E.Silva<sup>(1)</sup>  
M.A.Cunha<sup>(2)</sup> e A.M.S.Saliba<sup>(3)</sup>

(1) IPEN/CNEN-Travessa R, N°400, CEP:05508-900, CP.05422-970, São Paulo-S.P.-Brasil. tel:55(011)211-6011 R:1889. Fax:+55(011)212-3546. E-Mail:IOY000@BRUSP.

(2) IUE-CIA.Aços Especiais Itabira- Acesita  
Praça 1°de Maio N°9, CEP:35180-000, Timóteo-Minas Gerais-Brazil.

(3) Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalurgia.

### Resumo

Aços elétricos têm presença muito importante na área de geração e distribuição de energia elétrica. Neste trabalho foi feito o estudo da dissolução do MnS em amostras tratadas termicamente a 1573K durante 300, 600, 900, 1200 e 1800 segundos. A distribuição de MnS mostra que o tamanho da partícula está no intervalo de 10 a 30nm. Foi feita a análise da distribuição de MnS para amostras deformadas por ensaio de compressão a quente a 50%, para quatro tempos diferentes de encharque (32, 70, 130 e 470 segundos) a 1173K, a distribuição mostrou que o diâmetro das partículas está no intervalo de 30 a 90nm. A caracterização das partículas foi feita por meio de Microscopia Eletrônica de Transmissão, utilizando-se para preparação de amostras as técnicas de réplica de extração de precipitados e folhas finas.

### Introdução.

Na sociedade moderna, os aços elétricos têm presença muito importante na área de geração e distribuição de energia elétrica. São utilizados na forma de chapas finas como núcleo de motores, geradores e transformadores [1].

A indústria produz aço silício de grão orientado e nesta produção exige-se que o aço elétrico seja de alta qualidade. A complexidade da linha de produção levou a um controle de muitos parâmetros que afetam as propriedades finais [2].

O entendimento da cinética de precipitação e solubilização da partícula de MnS em aços elétricos é importante para selecionar os

parâmetros de processos dos tratamentos térmicos [3]. Sabe-se que o MnS tem sido utilizado como partícula inibidora de crescimento de grão na recristalização secundária durante o processo de fabricação. A morfologia do MnS apresenta grande importância na melhoria da textura final e, conseqüentemente nas propriedades magnéticas. A dispersão de MnS é obtida na laminação a quente. O material é aquecido a temperatura elevada, de modo a solubilizar todo o sulfeto existente no material. Durante a laminação a quente ocorre a precipitação do MnS em forma de partículas finas e dispersas.

Alguns trabalhos publicados recentemente [3,5] mostram que as características da dispersão são determinadas pelas condições de conformação a quente do material. Fatores como temperatura entre passes e velocidade de resfriamento são parâmetros importantes no processo de precipitação.

O objetivo deste trabalho é o estudo da precipitação de partículas de MnS após ensaio de compressão a quente para simulação do processo de laminação a quente industrial.

### Procedimento Experimental

A composição química do aço utilizado neste trabalho é apresentada na tabela 1. O aço foi fornecido pela CIA Aços Especiais Itabira-Acesita e os ensaios de compressão a quente foram realizados no Laboratório de Propriedades Mecânicas da Escola de Engenharia Metalúrgica da UFMG.

Tabela 1  
Composição Química do Fe-3%Si (peso %)

Elemento	peso(%)	Elemento	peso(%)
Carbono	0.030	Níquel	0.002
Manganês	0.060	Molibdênio	0.006
Silício	3.12	Alumínio	0.002
Fosfóro	0.012	Titânio	0.002
Enxofre	0.023	Nitrogênio	0.028
Cromo	0.077		

O ensaio de compressão a quente foi feito em um forno de lâmpadas halógenas de baixa inércia térmica refrigerado a água. Este equipamento é constituído de quatro lâmpadas de halogênio e com potência de funcionamento de 8kW.

No forno está ligado um termopar de Pt/Pt-Rh que é preso em uma garra na parte superior do pistão que se moverá para fazer o ensaio e a ponta do termopar fica encostada lateralmente no corpo de prova.

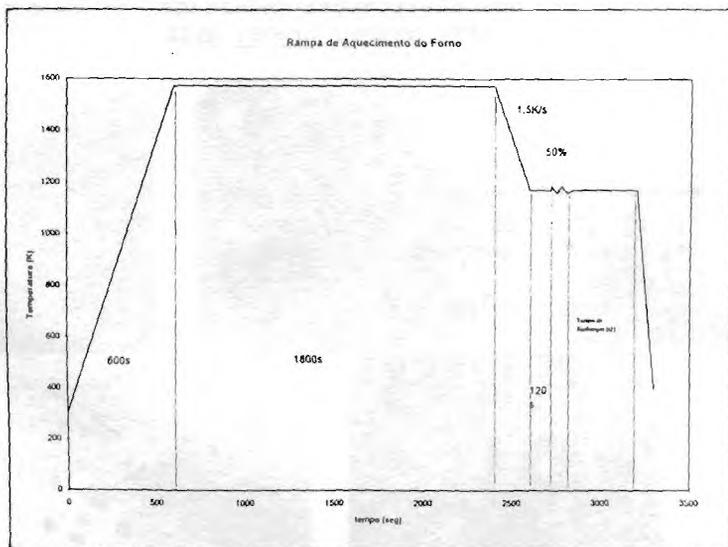
Neste forno tem-se um tubo de quartzo que é colocado aproximadamente 0,10m de altura do corpo de prova. Durante o ensaio, este tubo é abaixado vedando o corpo de prova após injeção de argônio formando-se uma camada que circunda a amostra. A vedação no tubo de quartzo é feita com lã de

vidro. O corpo de prova é recoberto de alumina com a finalidade de evitar oxidação e para que as garras fiquem presas ao corpo de prova. Isto é necessário, pois há resíduos de oxigênio no tubo.

A fig.1. mostra como foi feito o ensaio de 1 passe de compressão. O forno atinge a temperatura de 1573K em 600 segundos, a amostra fica nesta temperatura durante 1800 segundos para que haja a solubilização completa do MnS na matriz ferrítica. Após este tempo, a temperatura é diminuída com uma taxa de 1,5K/s até atingir a temperatura de ensaio. A temperatura estabiliza-se em 120 segundos, e então, é aplicada a carga para a realização do ensaio de compressão, mantêm-se constante a temperatura de ensaio durante o tempo de encharque seguido de têmpera.

Para o estudo do comportamento de dissolução das partículas de sulfeto de manganês na matriz ferrítica, foram feitos tratamentos térmicos em atmosfera de argônio a 1573K durante 300, 600, 900, 1200 e 1800 segundos seguido de têmpera em amostras com dimensões 0,015 X 0,015 X 0,020m. As amostras foram embutidas e polidas pelo procedimento usual de metalografia, utilizando-se em seguida ataque químico com Nital5%. Do material de partida foram feitos corpos cilíndricos de dimensões 0,015m de altura e 0,010m de diâmetro. A altura (paralela ao eixo de compressão) desses corpos de prova é paralela à direção de laminação das placas (material de partida).

Fig.1. Rampa De Aquecimento Do Forno , Mostrando Esquema De Ensaio De Compressão A Quente Para Um Passe De Compressão:



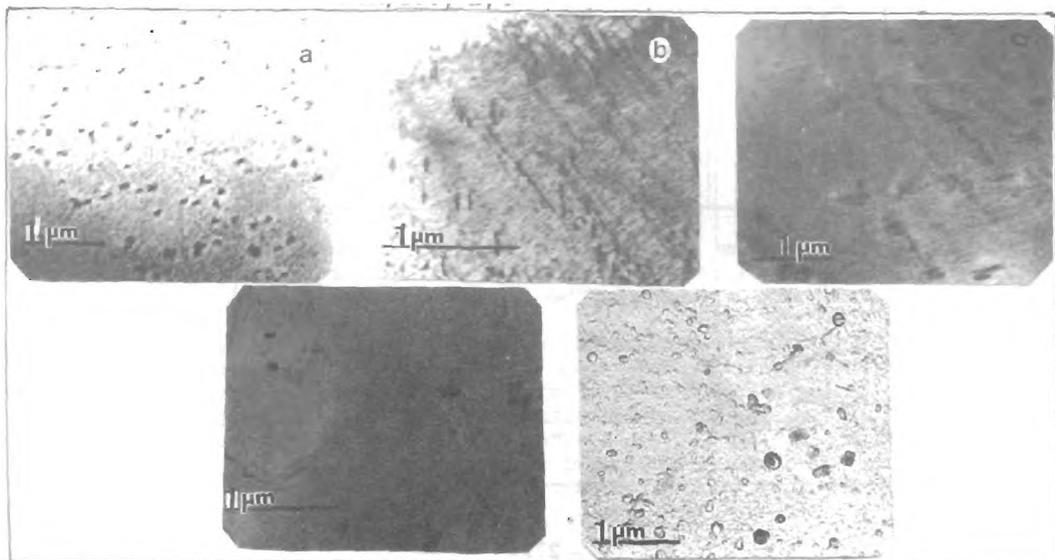
Antes de cada ensaio, o corpo de prova é aquecido a 1573K para a dissolução de MnS na matriz ferrítica e posteriormente é levado à temperatura de ensaio (1173K). Fez-se a compressão de 50% de redução de altura e tempos de encharque de 32, 70, 130 e 470 segundos seguido de têmpera.

Para o estudo da evolução de precipitados de MnS, foi feita a caracterização por meio de microscopia eletrônica de transmissão (JEOL-JEM-200), utilizando-se, para a preparação de amostras, a técnica de réplica de extração de precipitados e de folhas fina. Para a determinação do diâmetro dos precipitados de MnS foram feitas cópias das micrografias eletrônicas que resultaram em um aumento global de 60.000 vezes. Para a construção dos gráficos de distribuição foram medidas 600 partículas para cada tempo de encharque. As medidas do diâmetro dos precipitados foram feitas com analisador de imagens Mini-Mop. Os dados foram tratados em planilha eletrônica para microcomputadores permitindo a construção de histogramas da distribuição dos precipitados de MnS.

## Resultados e Discussões

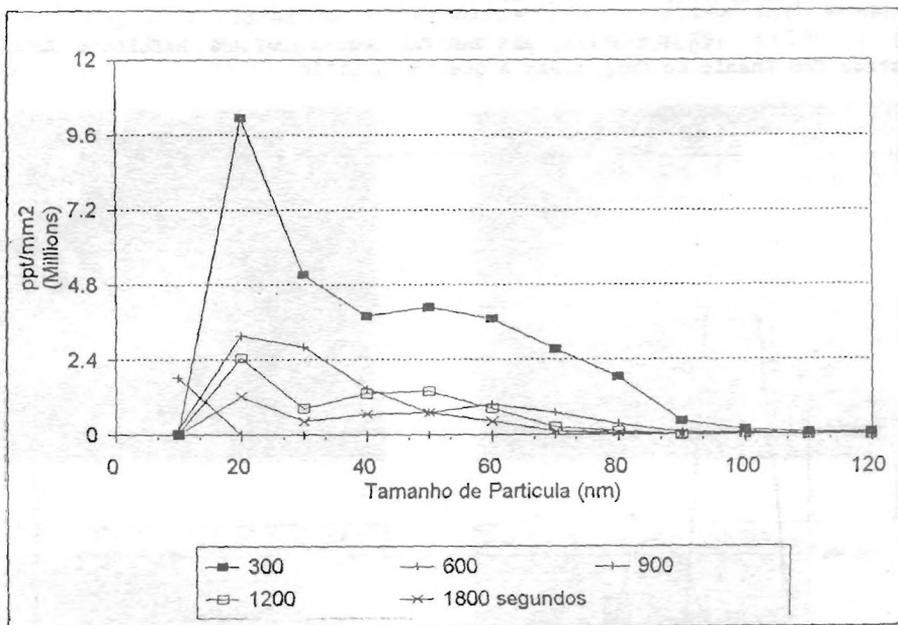
A Fig.2 mostra micrografias eletrônicas referentes às amostras tratadas termicamente. Observa-se que a densidade de partículas decresce para tempos crescentes, o que é consistente com o resultados obtidos em trabalho anterior [6] onde os grãos encontram-se com tamanho crescente para tempos crescentes, já que neste caso as partículas tendem a se dissolver na matriz. Isto foi observado por Obara et al [5] em amostras tratadas termicamente sem deformação.

Fig.2. Micrografias Eletrônicas Referentes As Amostras Tratadas Termicamente A 1573K Por: a) 300, b) 600, c) 900, d) 1200, e) 1800 segundos:



A Fig.3 mostra a distribuição de partículas de MnS tratadas termicamente. Observa-se que o tamanho do diâmetro das partículas está no intervalo de 10 a 30nm, mostrando homogeneidade em relação ao tamanho da partícula.

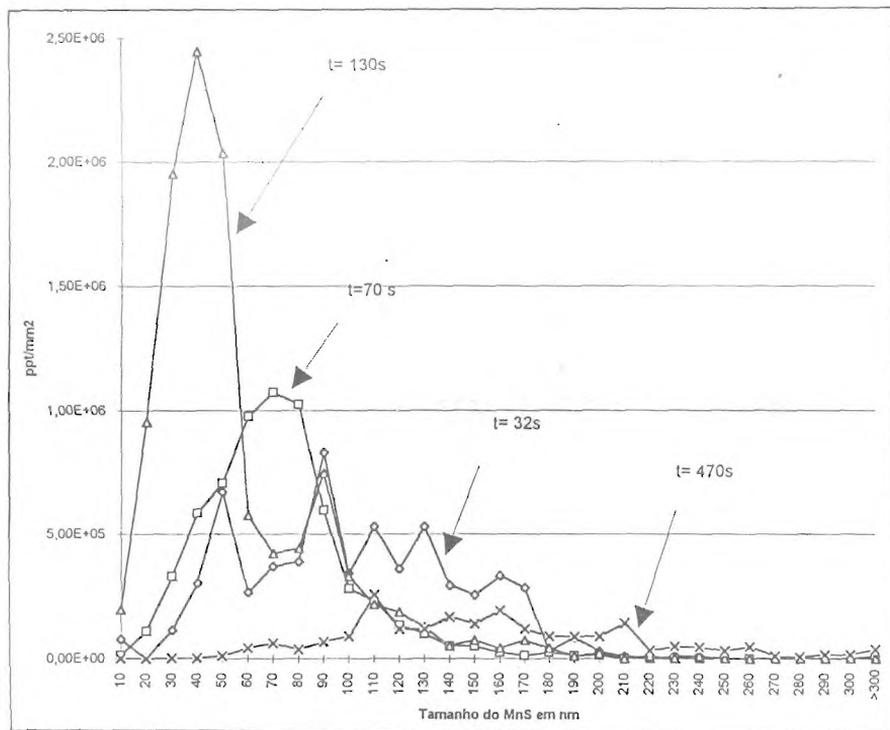
Fig.3. Distribuição de Partículas de MnS referente as amostras tratadas termicamente a 1573K:



A Fig.4 mostra a distribuição de MnS em função do seu tamanho. Observa-se que para o tempo de encharque de 32 segundos, o diâmetro da partícula está no intervalo de 40 a 140nm.

Nota-se que o tamanho do diâmetro cresce e a densidade decresce para tempos crescentes de encharque. Em tempos crescentes de encharque, observa-se o crescimento contínuo das partículas, consumindo as menores ou por mecanismo de difusão massivo (bulk diffusion) ou por mecanismo de difusão por contorno de grão (pipe diffusion); conseqüentemente, a densidade tende a decrescer [3]. Nesta temperatura (1173K), as partículas estão precipitando em contornos, subcontornos e discordâncias introduzidas por deformação a quente [4]. Os precipitados utilizam processos de difusão via discordâncias para formar partículas maiores [3], em tempos crescentes de encharque.

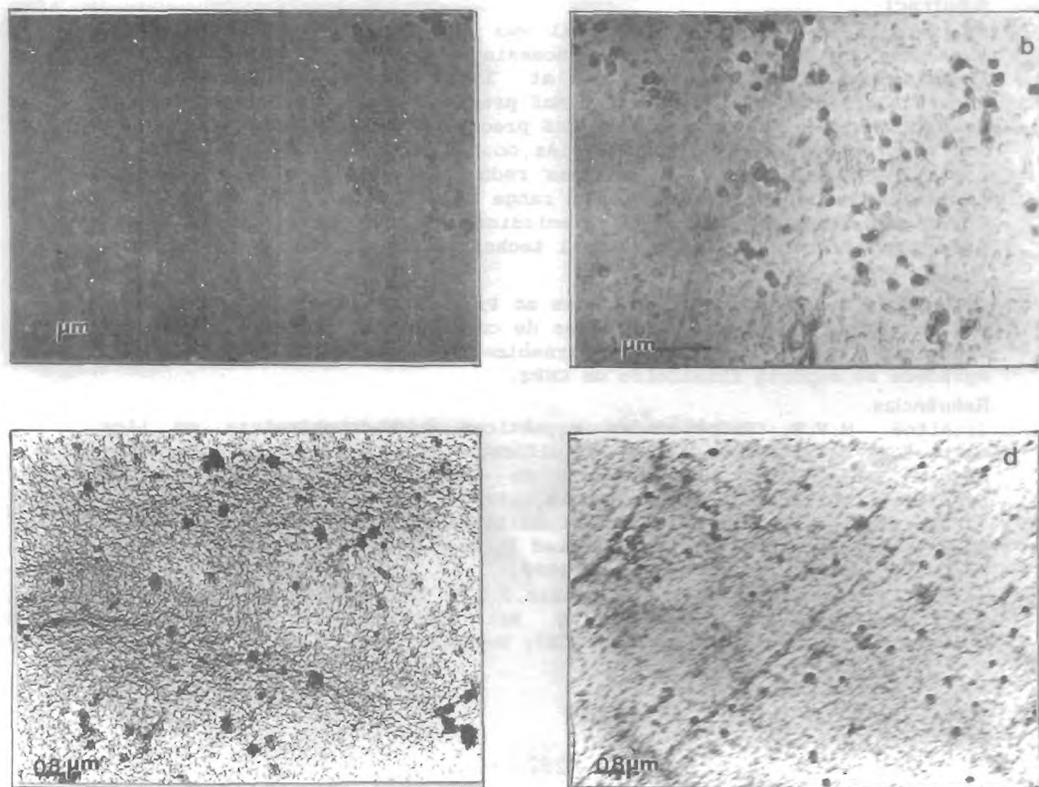
Fig.4.Distribuição De Partículas De MnS Referente As Amostras Com Ensaio De Compressão A Quente a 1173K:



Para tempos intermediários, o processo de compressão a quente produz arranjos celulares que normalmente em tempos crescentes formariam subgrãos. Para o tempo de 130 segundos de encharque a 1173K, observa-se partículas pequenas e em maior densidade do que nos outros tempos, sugerindo que a precipitação ocorre na rede de discordâncias do arranjo celular presente. Sabe-se que discordâncias são sítios de nucleação para precipitação [5] e, conseqüentemente, um maior número de precipitados pequenos será formado. As partículas maiores que aparecem também para este tempo podem ter precipitado em contorno de grão. Esta condição sugere que o tempo de 130 segundos ocasionaria uma situação mais desejável, pois para a etapa seguinte do processo de laminação objetiva-se a obtenção de grãos pequenos e com uma textura preferencial na orientação de Goss. Isto será melhor avaliado em trabalho futuro por meio de MET com técnica de preparação de amostra por folhas finas.

A Fig.5 mostra micrografias eletrônicas referentes a amostras ensaiadas por compressão a 1173K e quatro diferentes tempos de encharque. Observa-se o decrescimo da quantidade de precipitados presentes.

Fig.5. Micrografias Eletrônicas Das Amostras Com Ensaio De Compressão A 1173k E Tempo De Encharque a) 32, b) 70, c) 130 e d) 470 segundos:



## Conclusões

Para as amostras tratadas termicamente a 1573K durante 300, 600, 900, 1200 e 1800 segundos, o diâmetro das partículas de MnS estão no intervalo de 10 a 30nm. A densidade decresce para tempos crescentes de tratamento térmico; tais precipitados tendem a se dissolver na matriz ferrítica.

Para as amostras deformadas com ensaio de compressão a quente, a 1173K com 50% de redução e quatro diferentes tempos de encharque, observou-se que o diâmetro das partículas crescem e a densidade decresce para estes tempos, evidenciando que um dos fatores deste aumento contínuo da partícula é devido aos mecanismos de difusão no contorno de grão e no interior da matriz e, conseqüentemente, obtendo-se partículas maiores.

Para o tempo de 130 segundos as partículas agruparam-se em colônias de precipitados menores e a densidade apresentou-se maior, o que nos leva a um possível tempo de encharque de otimização do tamanho da partícula para a etapa posterior do processo de laminação, onde se objetiva a precipitação de partículas pequenas para obtenção de grãos menores.

## Abstract

Grain-oriented electrical Si steel was heat treated and mechanically conformed by hot compression processing. The MnS precipitates were investigated after heat treatment at 1573K during 300, 600, 900, 1200 and 1800 seconds. The diameter of MnS precipitates showed values ranging from 10 to 30nm. The analysis of MnS precipitates distribution after the hot compression process with samples cooled to 1173K, held for 32, 70, 130 and 470 seconds with thickness reduction of 50%, showed that the diameter size of particles covers range values from 30 to 90 nm. The characterization was made by transmission electron microscopy utilizing a precipitate replica and thin foil techniques.

## Agradecimentos

Os autores deste trabalho agradecem ao Prof.Dr. Ronaldo Barbosa da UFMG pela colaboração durante os ensaios de compressão a quente e a Cia Aços Especiais Itabira-Acesita pelo fornecimento do material. V.A.Rodrigues agradece ao suporte financeiro do CNPq.

## Referências.

- [1]Altoé, M.V.P.; "Propriedades Magnéticas e Microestrutura em Liga Ferro-6,4% Silício Obtida por Solidificação Rápida"; Tese de Doutorado, Escola Politécnica, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade de São Paulo, 1992.
- [2]Abbruzzese, G.; "Metallurgical Conditions for Development of Adequate Magnetic Properties in Grain Oriented Silicon Iron"; IEEE Transaction on Magnetic, vol.25, No.5, September-1989.
- [3]Sun, W.P., Miltzer, M, and Jonas, J.J.; "Difusion-Controlled Growth and Coarsening of MnS During Hot Deformation"; Metallurgical Transactions A, vol.23A, pp.3013-3023, November-1992.

[4]Sun,W.P.;"Measurement and Analysis of MnS Precipitation in Electrical Steels";PhD.Thesis, McGill University, Department of Mining and Metallurgical Engineering, January-1991.

[5]Obara,T., Takamiya,T., Takeuchi,H., and Kan,T.; "Control of Inhibitor Precipitation for Producing Grain-Oriented Si-Steel"; Proceedings of ASM Conference held in Cincinnati, October-1991.

[6]Rodrigues, V.A., Monteiro, W.A., Ferreira, N.A.M., Silva, A.M.S.S Cunha, M.A.; "Estudo da Precipitação e do Tempo de Solubilização de Partículas de MnS no aço Fe-3%Si"; Anais do 48º Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, pgs.171-172, Julho 1993, Rio de Janeiro-Brasil.