

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE ENSAIO E TEMPO DE ENCHARQUE NO TAMANHO DE GRÃO E NA PRECIPITAÇÃO DE MnS NO AÇO Fe-3%Si APÓS ENSAIO DE COMPRESSÃO A QUENTE COM DOIS PASSES DE DEFORMAÇÃO

V.A.Rodrigues⁽¹⁾, W.A.Monteiro⁽¹⁾, N.A.M. Ferreira⁽¹⁾, L.C.E.Silva⁽¹⁾, A.M.S-Silva⁽¹⁾, M.A.Cunha⁽²⁾.

(1)IPEN/CNEN-Travessa R, no.400, São Paulo-S.P., CEP:05508-900, C.P.11049, CEP:05422-970. E-mail: varodri@baitaca.ipen.br. E-mail:wmontei@baitaca.ipen.br.

(2)Superintendência de planos e Coordenação de Desenvolvimento, CIA Aços Especiais-Itabira Acesita, Praça 1º de Maio, nº 9, Timóteo-M.G., CEP: 35180-000.- Brasil.

RESUMO

Com o objetivo de estudar a distribuição da partícula de MnS no aço Fe-3%Si, analisou-se amostras referentes ao ensaio de compressão a quente para corpos de prova com duas reduções específicas da espessura final (50 e 30%), temperaturas de 1173, 1273 e 1373 K e tempos de encharque iguais (60+32s) seguido de têmpera. Observou-se duas regiões: superfície e espessura intermediária da amostra. O estudo do crescimento do grão foi feito por MO. A evolução da precipitação de MnS foi feita por MET (técnica de réplica de extração de precipitados). A microscopia óptica mostra que o tamanho de grão diminui para temperaturas crescentes de ensaio (1173 e 1273 K) e permanece constante a 1373K, e a distribuição de MnS mostra que o diâmetro do precipitado está no intervalo de 8 a 20nm nas duas regiões analisadas.

Palavras-chaves: aços elétricos, ensaio de compressão, microscopia eletrônica de transmissão.

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 núcleos de motores e geradores⁽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 da partícula de MnS em aços é importante para

ABSTRACT

Grain-oriented electrical Si steel was mechanically conformed by hot compression processing. The analysis of MnS precipitates distribution after the hot compression process with samples cooled down to 1173, 1273 and 1373 K and held at these temperatures for (60+32s) with 50 and 30% compression and quenched in water. The study of precipitation has been carried out on the surface and the center of each sample. For TEM characterization of MnS particles, an extraction replica technique has been used. Optical micrographs showed that grain size diminishes with increasing temperatures (1173, 1273 K) and for the temperature of 1373 K it remains constant. The size distribution shows that diameter particles covers a range from 10 to 20nm on the analysed regions.

Key-words: electrical steels, hot compression, transmission electron microscopy.

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 dispersão de MnS é obtida na compressão a quente. O material é aquecido a temperatura elevada, de modo a solubilizar todo o sulfeto existente no material. Durante a compressão a quente ocorre a precipitação do MnS em forma de partículas dispersas.

Alguns trabalhos publicados recentemente 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^(3,4).

Neste trabalho foi feito o estudo da precipitação da partícula de MnS após deformação com dois passes de compressão diferentes temperaturas e tempos de segundo passe de compressão igual.

MATERIAIS E MÉTODOS DE ANÁLISE

A composição química do aço utilizado neste trabalho é apresentada na tabela I.

Tabela I: Composição Química de Fe-3%Si (% peso)

Elemento	Peso(%)
Carbono	0,030
Manganês	0,060
Silício	3,12
Fósforo	0,012
Enxofre	0,023
Cromo	0,024
Níquel	0,002
Molibdênio	0,006
Alumínio	0,002
Titânio	0,002
Nitrogênio	0,0028
Ferro	o restante

O aço foi fornecido pela Acesita Aços-Especiais Itabira e os ensaios de compressão a quente foram realizados no Laboratório de Propriedades Mecânicas da Escola de Engenharia Metalúrgica da UFMG (Belo Horizonte).

O ensaio de compressão a quente foi feito em um forno de lâmpadas de halogênio (potência de funcionamento de 8kW), como descrito em trabalho anterior⁽⁶⁾.

Antes de cada ensaio, o corpo de prova é aquecido a 1573 K para dissolução das partículas de MnS na matriz ferrítica e posteriormente é levado à temperatura de ensaio de compressão.

Foi feito o estudo do tamanho de grão, bem como da evolução da precipitação em amostras deformadas por ensaio de compressão a quente com dois passes de deformação, 50 e 30% de redução da espessura, nas temperaturas de 1173, 1273 e 1373 K, com primeiro tempo de encharque de 60s e segundo tempo de encharque igual a 32s, com dimensões: 0,050m de altura e 0,015m de diâmetro. A altura (paralela ao eixo de compressão) desses corpos de prova é paralela à direção de laminação das placas (material de partida). Foram analisadas duas regiões: superfície e espessura intermediária. Para o estudo do tamanho de grão das amostras

deformadas, utilizou-se método direto de largura e comprimento (grãos muito grandes); as medidas foram realizadas com o Microscópio Leitz Wetzlar MM5 com aumento de 13 vezes.

Para o estudo da evolução de precipitados de MnS, foi feita a caracterização por meio de Microscopia Eletrônica de Transmissão (Philips CM-200), utilizando-se na preparação de amostras, a técnica de réplica de extração de precipitados. Para a determinação do diâmetro dos precipitados foram feitas cópias que resultaram em um aumento global de 60.000 vezes. Para a construção dos gráficos de distribuição foram medidas 800 partículas para cada temperatura de ensaio. As medidas do diâmetro dos precipitados foram feitas com analisador de imagens Quantimet 600 Leica. Os dados foram tratados em planilha eletrônica para microcomputadores permitindo a construção de histogramas da distribuição de precipitados:

a) Dados referentes às amostras correspondentes às temperaturas de 1173, 1273 e 1373K (superfície).

b) Dados referentes às amostras correspondentes às temperaturas de 1173, 1273 e 1373K (espessura intermediária).

Foram obtidos gráficos de distribuição da frequência da superfície e da espessura intermediária.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise, por Microscopia Óptica, das medidas do tamanho de grão em amostras ensaiadas com dois passes de compressão a quente é apresentada na Tabela II.

Tabela II-Tamanho Médio de Grão.

Temperatura (K)	Tempo Total de Encharque (s)	Diâmetro Médio (μ m) Região da Superfície	Diâmetro Médio (μ m) Região da Espessura Intermediária
1173	(60+32)	1892	2538
1273	(60+32)	2162	2884
1373	(60+32)	1153	1153

Observa-se na tabela II que o tamanho de grão é maior para temperaturas menores (1173 e 1273 K). Já na temperatura de 1373 K, ele é menor nas duas regiões observadas. Comparando-se as duas regiões, há aumento do tamanho de grão da região da superfície para a região da espessura intermediária nas três temperaturas estudadas.

A análise da distribuição e tamanho de MnS, por Microscopia Eletrônica de Transmissão é apresentada na tabela III, para as amostras ensaiadas com dois passes de compressão a quente.

Tabela III-Tamanho Médio das Partículas

Temperatura (K)	Tempo Total de Encharque (s)	Tamanho Médio de Partícula (nm) <u>Região da Superfície</u>	Tamanho Médio de Partícula (nm) <u>Região da Espessura Intermediária</u>
1173	(60+32)	16,0	8,0
1273	(60+32)	9,0	22,0
1373	(60+32)	13,0	18,0

Segundo a tabela III e a figura 1, o tamanho das partículas está no intervalo de 9 e 17nm nas três temperaturas e a quantidade de partículas é maior para temperaturas mais altas; estas estariam precipitando em contornos e subcontornos de grão, as partículas estariam se agrupando em colônias de pequenos precipitados ocorrendo a inibição do crescimento do grão na superfície⁽⁴⁾.

Observando-se a tabela III e a figura 2, o tamanho da partícula está no intervalo de 8 a 25nm; a quantidade dessas é maior para a temperatura de 1173 K pois sugere-se que as partículas estariam se precipitando em discordâncias e subcontornos de grão. Em temperaturas mais baixas, as discordâncias e outros defeitos ainda permanecem no interior do grão depois da deformação a quente, para temperaturas mais elevadas há diminuição de frequência na precipitação de partículas; sugere-se que pode ocorrer dissolução de partículas, ocasionando menor precipitação.

Comparando-se as duas regiões, observa-se menor quantidade de partículas na região da espessura intermediária pois pode ter havido interpenetração da zona de fluxo restringido, assim, haverá menor deformação final com conseqüente diminuição de defeitos e menor número de sítios de nucleação, implicando em uma quantidade menor de precipitados.

CONCLUSÕES

Na Microscopia Óptica, para temperaturas de 1173 e 1273 K o tamanho de grão é maior; o inverso foi observado para temperatura de 1373 K nas duas regiões analisadas.

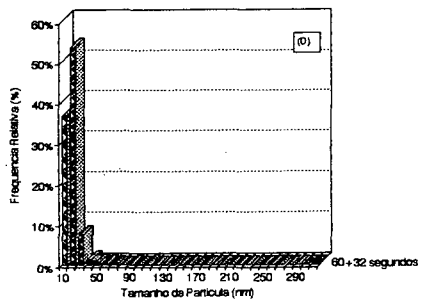
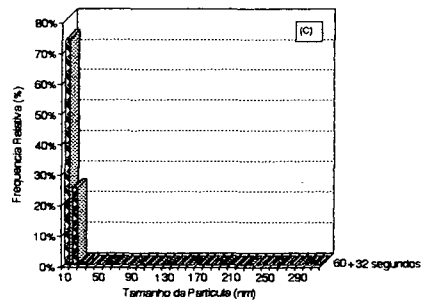
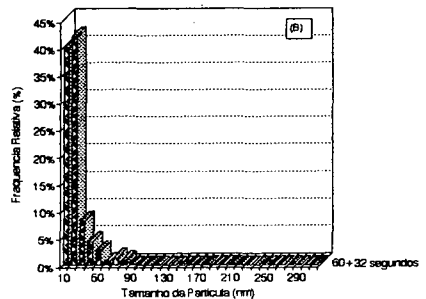
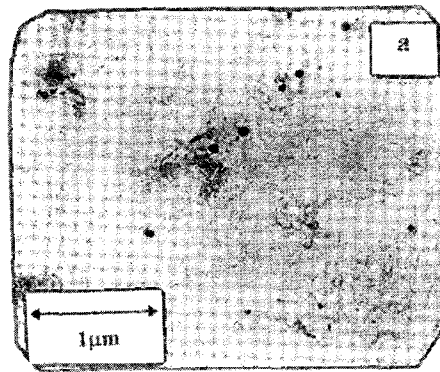


Fig.1.Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente (região da superfície) com tempo de encharque do segundo passe de deformação de 32 segundos. a)micrografia eletrônica, 1173 K (60+32s) b)1173 K; c)1273 K; d)1373 K

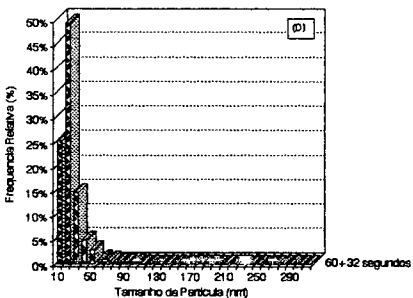
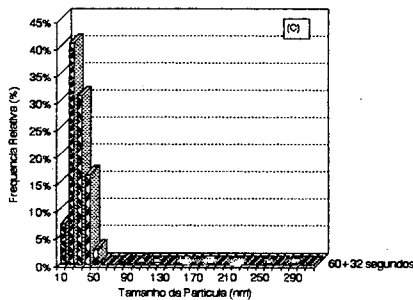
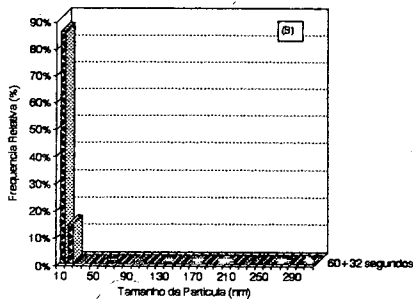
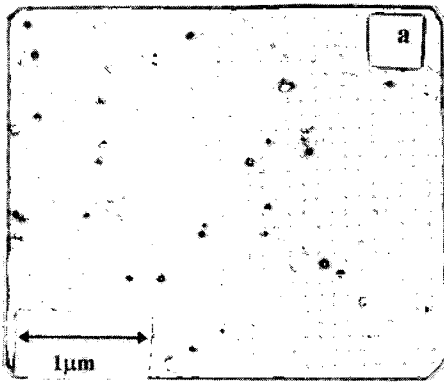


Fig.2. Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente (região da espessura intermediária) com tempo de encharque do segundo passe de deformação de 32 segundos.

a) micrografia eletrônica, 1173 K (60+32s), b) 1173 K; c) 1273 K; d) 1373 K

Houve diminuição do tamanho de grão da superfície para a espessura intermediária.

Na Microscopia Eletrônica de Transmissão, na região da superfície, para as três temperaturas de ensaio, o tamanho da partícula está no intervalo de 9 a 17nm e a quantidade de precipitados é maior para temperaturas mais altas com consequente diminuição do tamanho de grão.

Na região da espessura intermediária, o tamanho das partículas está no intervalo 8 a 25nm e a quantidade de partículas é menor para temperaturas elevadas.

Por meio de MET observou-se que o tamanho da partícula de MnS aumentou da superfície para a região da espessura intermediária, sugerindo que pode ter havido interpenetração da zona de fluxo restringido durante o ensaio de compressão a quente, não havendo portanto deformação suficiente que implicasse na formação de defeitos e como consequência diminuição de sítios de nucleação para precipitação.

REFERÊNCIAS.

- [1]Altoé, M.V.P."Propriedades Magnéticas em Liga Ferro-6,4% Silício Obtida por Solidificação Rápida" Tese de Doutoramento apresentada na Escola Politécnica, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade de São Paulo-1992.
- [2]Abbruzzese, G.; "Metallurgical Conditions for Development of Adequated Magnetic Properties in Grain Oriented Silicon Iron"; IEEE Transaction on Magnetic, vol.25, no.5, September-1989.
- [3]Sun.W.P., Millitzer, 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]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.
- [5]Rodrigues,V.A., Monteiro, W.A., Ferreira, N.A.M., Silva, L.C.E., Silva, A.M.S., Cunha, M.A.; "Análise da Distribuição da Partícula de MnS Durante Ensaio de Compressão a Quente". Anais do 11º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, vol.1, pp. 279-282, Águas de São Pedro-S.P. 11 a 14 de Dezembro de 1994.