

# “ESTUDO DA PRECIPITAÇÃO DA PARTÍCULA DE MnS APÓS ENSAIO DE COMPRESSÃO A QUENTE COM DOIS PASSES DE DEFORMAÇÃO”<sup>(01)</sup>

VICENE ALONSO RODRIGUES<sup>(02)</sup>  
WALDEMAR ALFREDO MONTEIRO<sup>(03)</sup>  
ADONIS MARCELO SILVA SALIBA<sup>(04)</sup>  
NILDEMAR APARECIDO MESSIAS FERREIRA<sup>(05)</sup>  
LUÍS CARLOS ELIAS SILVA<sup>(06)</sup>  
MARCO ANTÔNIO CUNHA<sup>(07)</sup>

## RESUMO

Com o objetivo de estudar a distribuição da partícula de MnS no aço Fe-3%Si, analisaram-se amostras referentes ao ensaio de compressão a quente para corpos de prova com redução da espessura (50 e 30%), temperaturas de 1173, 1273 e 1373K e tempos de encharque (60+32, 60+60 e 60+338s) seguido de têmpera. Observaram-se duas regiões: superfície e espessura intermediária da amostra. O estudo do crescimento do grão foi feito por MO. A evolução do estudo dos precipitados de MnS foi feita por MET (técnica de réplica de extração de precipitados). A análise por MO mostra que o tamanho do grão diminui para tempos crescentes do segundo passe de deformação (1173 e 1273K) e aumenta para tempos crescentes do segundo passe de deformação (1373K) nas duas regiões analisadas. A distribuição de MnS mostra que o diâmetro do precipitado está no intervalo de 10 a 30nm nas duas regiões estudadas.

**Palavras Chave:** aços elétricos, ensaio de compressão, microscopia eletrônica de transmissão.

---

(01) Trabalho a ser apresentado ao 51º Congresso Anual da ABM, Porto Alegre, R.S., 5 a 9 de agosto de 1996.

(02) Dra. Vicene Alonso Rodrigues. Sócia da ABM, IPEN/CNEN-São Paulo.

(03) Dr. Waldemar Alfredo Monteiro. Sócio da ABM, IPEN/CNEN-São Paulo.

(04) MSc. Adonis Marcelo Silva Saliba. IPEN/CNEN-São Paulo.

(05) Nildemar Aparecido Messias Ferreira. Técnico Nível Superior, IPEN/CNEN-São Paulo.

(06) Luís Carlos Elias Silva. Técnico Nível Superior, IPEN/CNEN-São Paulo.

(07) Dr. Marco Antônio Cunha. Sócio da ABM, CIA. Aços Especiais Itabira-Acesita.

## I-INTRODUÇÃO

A importância dos materiais magnéticos moles está relacionada com a geração e utilização de energia elétrica. A produção da energia elétrica duplica em cada década e a perspectiva para o seu uso é intensa [1].

Os aços elétricos constituem um dos materiais mais importantes utilizados na forma de chapas laminadas, nos núcleos dos equipamentos elétricos. A nomenclatura comercial distingue “aços laminados”, que contêm pouco ou nenhum silício. Os aços de silício são ainda caracterizados como variedade de grão orientado (GO) e grão - não orientado (GNO) [2].

Durante o processo da fabricação do aço silício GO é necessária a inibição do crescimento de grão. No recozimento a alta temperatura ocorre um processo de crescimento seletivo de grãos. A seleção dos grãos que crescem é função da orientação cristalográfica, e resulta em um crescimento anormal dos grãos com determinada orientação (orientação de Goss) às expensas dos demais. O grau de orientação preferencial obtido é função do poder de inibição do crescimento normal dos grãos. As tecnologias existentes diferem basicamente, pelo tipo de inibidor que utilizam. Sabe-se que a partícula de MnS tem sido utilizada como elemento inibidor de crescimento de grão [3].

Uma das características mais importantes desses aços é a distribuição e morfologia dessas partículas de segunda fase que precipitam em contorno de grão e essas características sempre diferem de um grão para outro. Muitos estudos têm sido feitos para analisar o problema de distribuição e morfologia dessas partículas [4].

Sabe-se que as partículas grandes de MnS têm efeito ancorador pequeno em contornos de grão e, por essa razão, é importante saber como produzir dispersão de partículas finas de MnS a altas temperaturas [3].

O estudo de precipitação de MnS durante a deformação a quente em aços é assunto não somente industrial, mas envolve também questões de metalurgia física e mecânica [3].

O objetivo deste trabalho é a análise do tamanho de grão e da evolução da precipitação de partículas de MnS após ensaio de compressão com dois passes de deformação.

## II-PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

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

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 (Belo Horizonte).

**Tabela 1**  
**Composição Química do 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	96,781

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 por quatro lâmpadas de halogênio e com potência de funcionamento de 8kW, como descrito em trabalho anterior [5].

Antes de cada ensaio, o corpo de prova foi aquecido a 1573K para dissolução das partículas de MnS na matriz ferrítica e, posteriormente 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. O primeiro tempo de encharque foi de 60 segundos e três tempos de segundo encharque (32, 60 e 338 segundos), duas regiões de análise, região da superfície e região da espessura intermediária, com dimensões: 0,050 metros de altura e 0,015 metros de diâmetro. A Figura 1 mostra o esquema de ensaio de compressão a quente com dois passes de deformação.

Para o estudo do tamanho de grãos das amostras deformadas, utilizou-se o método direto de largura e comprimento por apresentarem-se muito grandes, utilizando-se o Microscópio Leitz Wetzlar MM5 com aumento de 13 vezes.

O estudo da distribuição de partículas de MnS das amostras deformadas foi feito por microscopia eletrônica de transmissão (Philips CM-200), utilizando-se, para 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 feitas medidas em 800 partículas para cada amostra. As medidas do diâmetro dos precipitados foram feitas com analisador

1573K 1800s

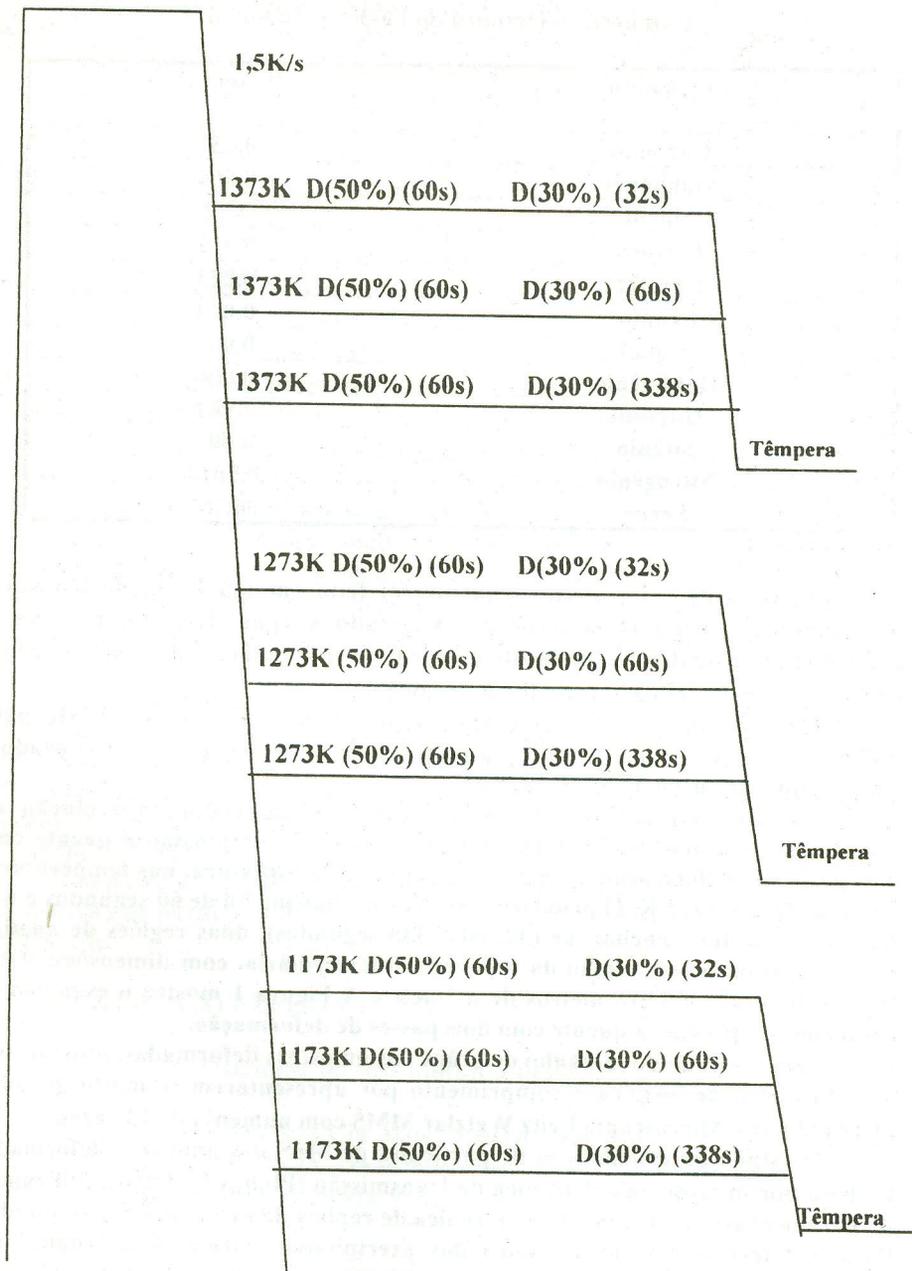


Fig.1. Esquema do ensaio de deformação por compressão a quente (2 passes).

de imagens Quantimet 600 Leica. Os dados foram tratados em planilha eletrônica para microcomputadores permitindo a construção de histogramas da distribuição de precipitados de MnS. Com estes dados, construíram-se dezoito histogramas referentes às amostras com temperaturas de 1173, 1273 e 1373K, três tempos diferentes para o segundo passe de deformação e duas regiões de observação.

### III-RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### III-1. Análise do Tamanho de Grão. (Microscopia Óptica)

A tabela 2 mostra o tamanho de médio de grão para amostras ensaiadas com dois passes de compressão a quente, três temperaturas de ensaio e variação no tempo de encharque do segundo passe de compressão (superfície e espessura intermediária).

Tabela 2-Tamanho Médio de Grão das Amostras de Fe-3%Si (superfície e espessura intermediária) com Compressão a Quente (2 passes).

Temperatura (K)	Tempo Total de Encharque (s)	Diâmetro Médio (µm)	Diâmetro Médio (µm)
		<u>Região da Superfície</u>	<u>Região da Espessura Intermediária</u>
1173	(60+32)	1892	2538
	(60+60)	1546	2353
	(60+338)	1384	2230
1273	(60+32)	2162	2884
	(60+60)	1877	1769
	(60+338)	1238	1384
1373	(60+32)	1153	1153
	(60+60)	1174	1453
	(60+338)	1307	1536

Analisando-se a Tabela 2, observa-se que, na superfície da amostra, há diminuição de tamanho médio de grão para tempos crescentes de encharque no segundo passe para o tratamento térmico a 1173 e 1273K.

Para o tratamento térmico a 1373K, houve um pequeno aumento do tamanho de grão para tempos de encharque no segundo passe de compressão.

Para a região da espessura intermediária, observa-se diminuição do tamanho médio de grão para tratamentos térmicos a 1173 e 1273K, porém há aumento para o tratamento térmico a 1373K.

Comparando-se as duas regiões estudadas, há aumento do tamanho médio de grão da região da superfície para a região da espessura intermediária para tratamento a 1173, 1273 e 1373K.

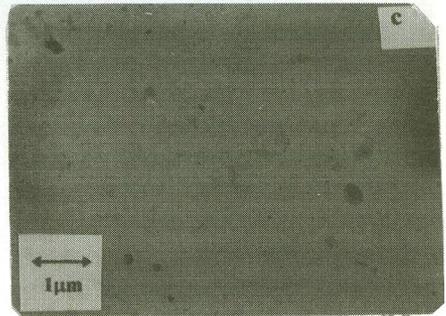
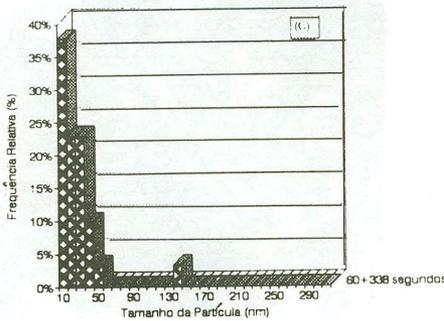
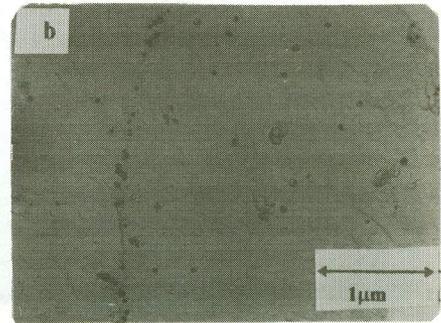
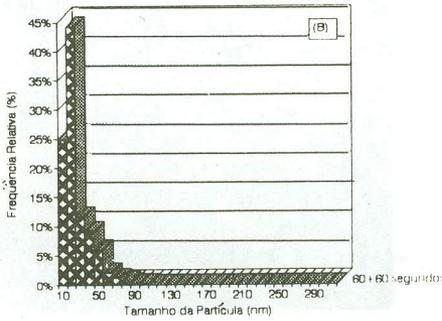
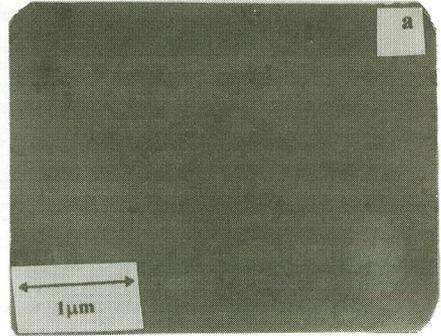
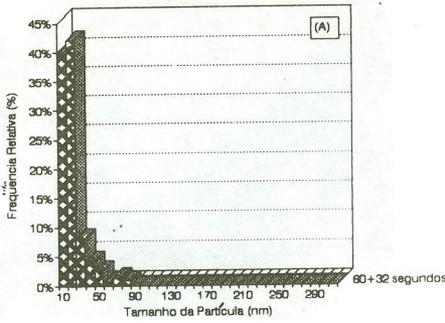
### III.2-Análise da Distribuição e Tamanho do Precipitado de MnS (Microscopia Eletrônica de Transmissão)

A tabela 3 mostra o tamanho médio das partículas para as amostras ensaiadas com dois passes de compressão a quente, três temperaturas de ensaio e variação no tempo de encharque do segundo passe de compressão (superfície e espessura intermediária).

Tabela 3- Tamanho Médio das Partículas Referentes às Amostras de Fe-3%Si (região da superfície e espessura intermediária) com Compressão a Quente (2 passes)

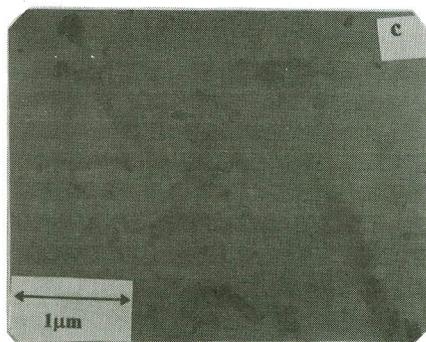
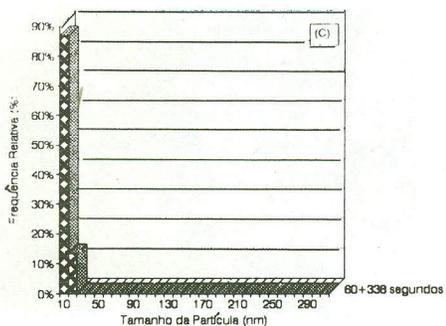
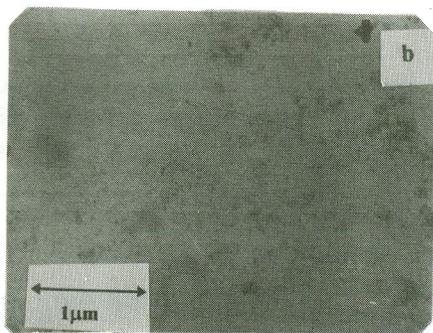
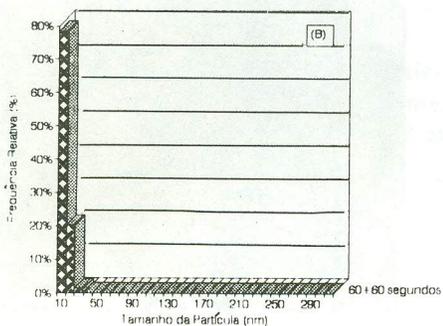
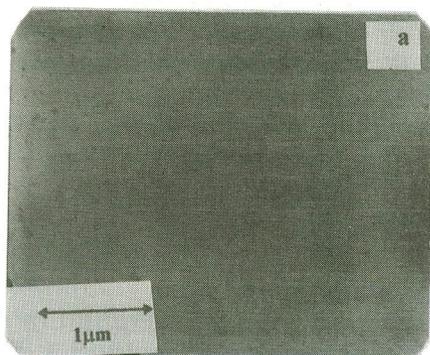
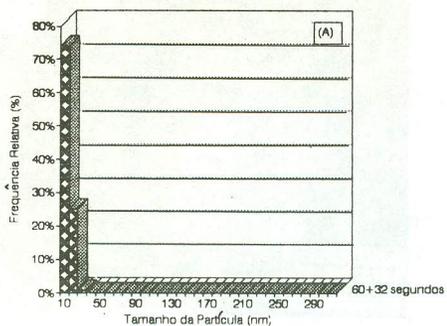
Temperatura (K)	Tempo Total de Encharque (s)	Tamanho Médio de Partícula (nm)	Tamanho Médio de Partícula (nm)
		<u>Região da Superfície</u>	<u>Região da Espessura Intermediária</u>
1173	(60+32)	16,0	8,0
	(60+60)	20,0	20,5
	(60+338)	29,0	19,0
1273	(60+32)	9,0	22,0
	(60+60)	9,0	23,0
	(60+338)	9,5	20,0
1373	(60+32)	13,0	18,0
	(60+60)	11,5	18,0
	(60+338)	13,0	6,5

Analisando-se a Tabela 2 e as Figuras 2 a 4, que mostram micrografias eletrônicas de transmissão para as temperaturas de ensaio e tempos de encharque com respectivo gráfico de distribuição de tamanho de partículas (região da superfície), observa-se que o diâmetro destas está no intervalo de 10 a 30nm nas três temperaturas de ensaio, sugerindo que, para tempos crescentes de encharque, o processo de compressão a quente produz arranjos celulares formando subgrãos que funcionariam como núcleos de precipitação. Assim, as



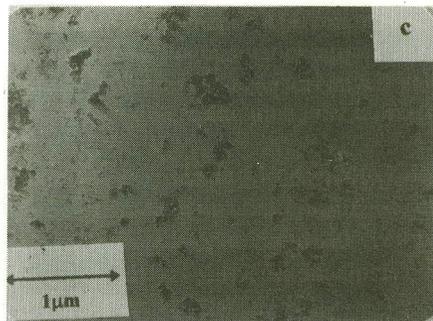
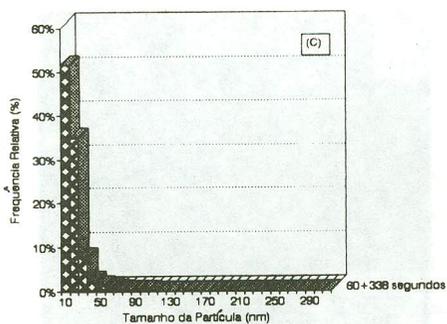
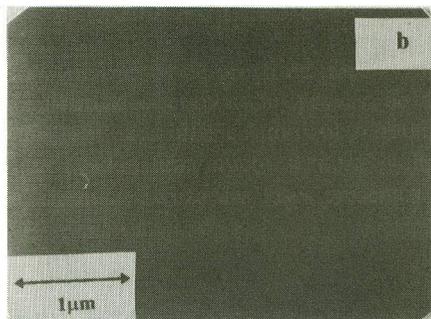
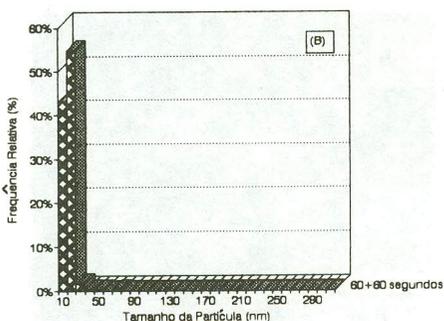
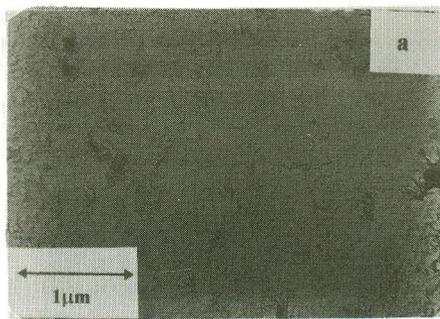
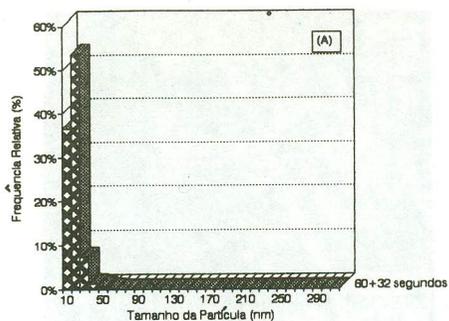
**Fig.2. Histograma de distribuição do tamanho de partículas respectivas micrografias de transmissão referentes à amostra com ensaio de compressão a 1173K (região da superfície) e três diferentes tempos de encharque no segundo passe de compressão.**

**a) (60+32s); b) (60+60s); c) (60+338s)**



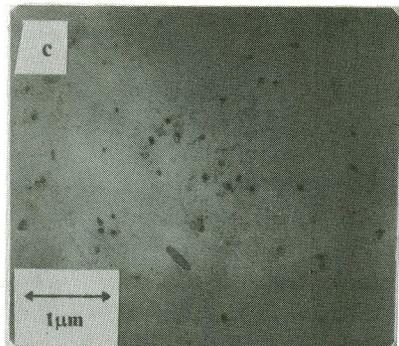
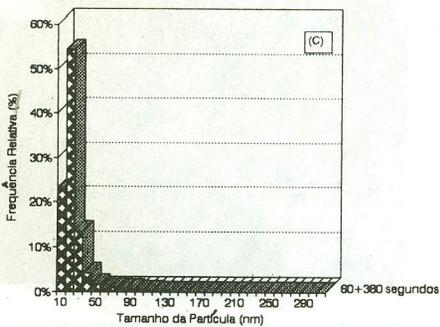
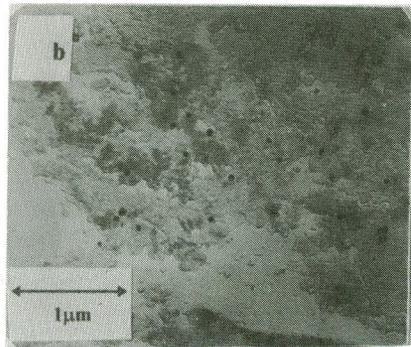
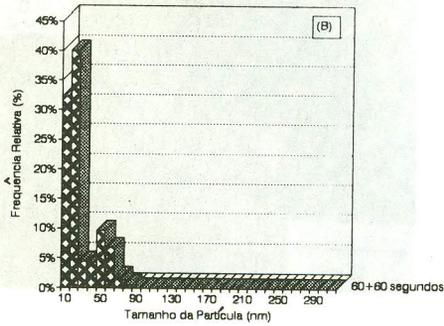
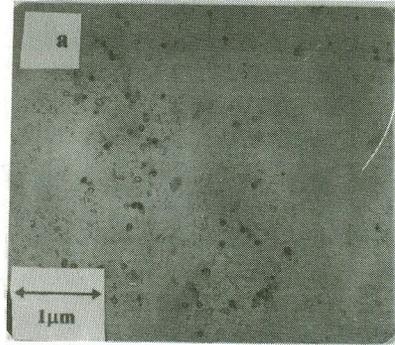
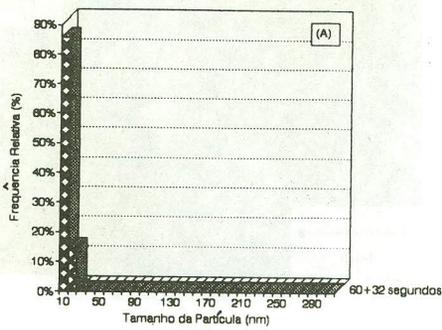
**Fig.3. Histograma de distribuição do tamanho de partículas e respectivas micrografias de transmissão referentes à amostra com ensaio de compressão a 1273K (região da superfície) e três diferentes tempos de encharque no segundo passe de compressão.**

**a) (60+32s); b) (60+60s); c) (60+338s)**

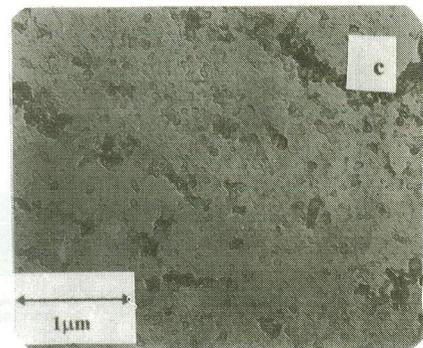
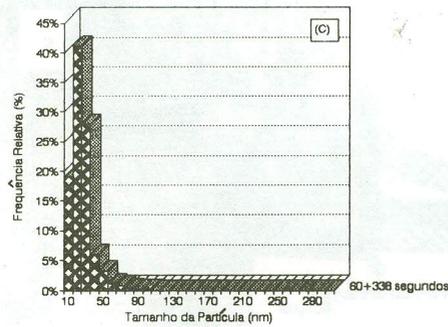
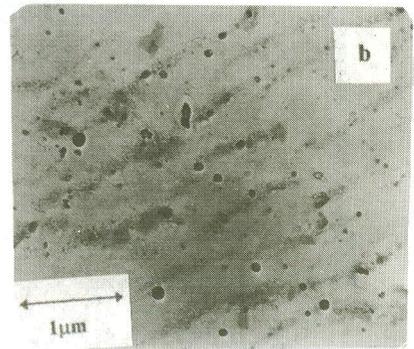
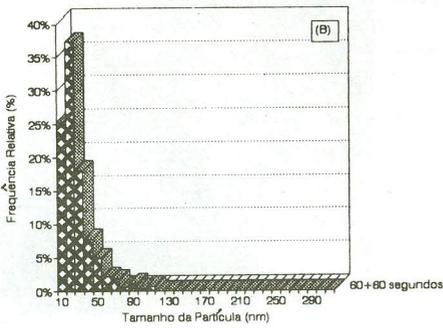
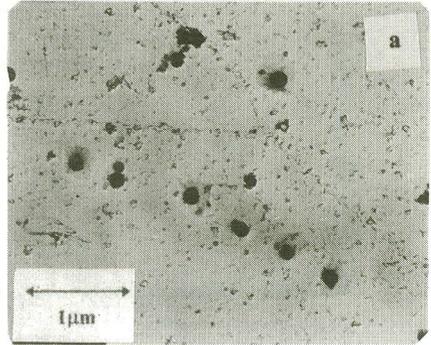
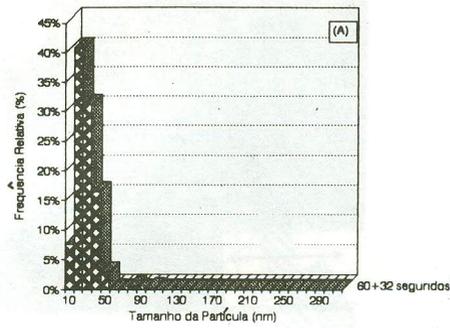


**Fig.4. Histograma de distribuição do tamanho de partículas e respectivas micrografias de transmissão referentes à amostra com ensaio de compressão a 1373K (região da superfície) e três diferentes tempos de encharque no segundo passe de compressão.**

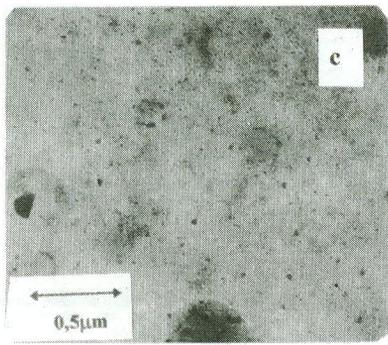
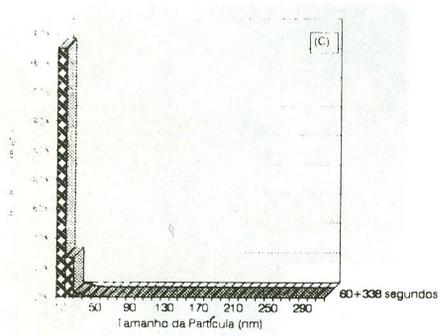
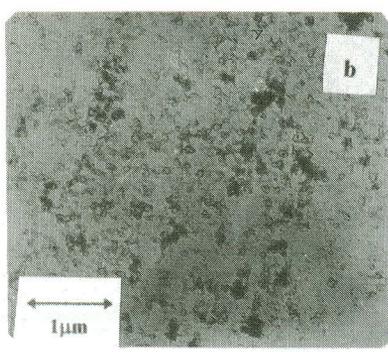
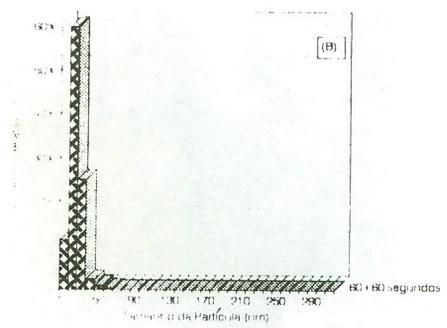
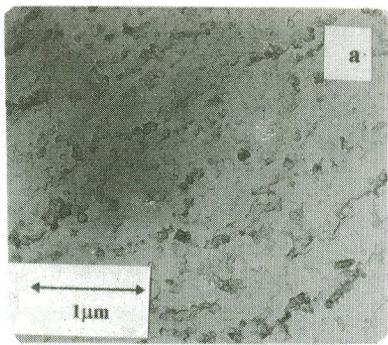
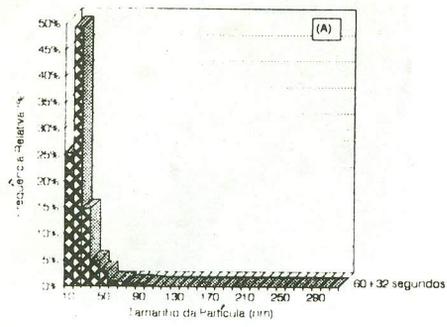
**a) (60+32s); b) (60+60s); c) (60+338s)**



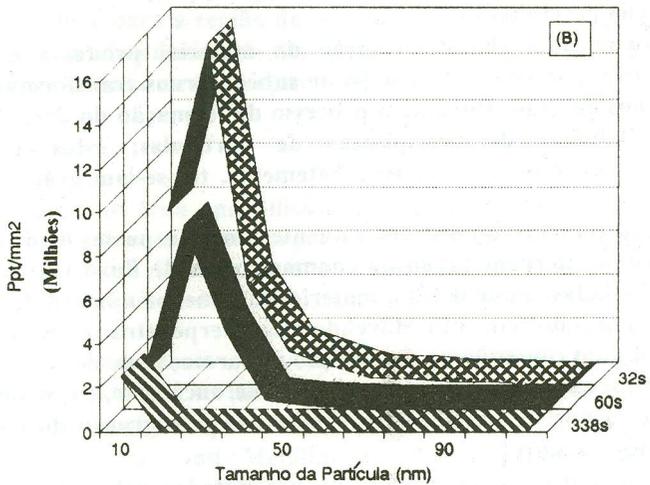
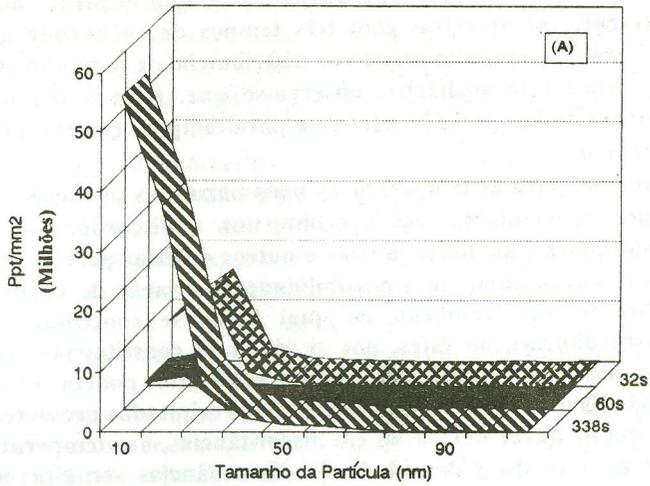
**Fig.5. Histograma de distribuição do tamanho de partículas e respectivas micrografias de transmissão referentes à amostra com ensaio de compressão a 1173K (região da espessura intermediária) e três diferentes tempos de encharque no segundo passe de compressão a) (60+32s); b) (60+60s); c) (60+338s)**



**Fig.6. Histograma de distribuição do tamanho de partículas e respectivas micrografias de transmissão referentes à amostra com ensaio de compressão a 1273K (região da espessura intermediária) e três diferentes tempos de encharque no segundo passe de compressão a) (60+32s); b) (60+60s); c) (60+338s)**



**Fig.7. Histograma de distribuição do tamanho de partículas e respectivas micrografias de transmissão referentes à amostra com ensaio de compressão a 1373K (região da espessura intermediária) e três diferentes tempos de encharque no segundo passe de compressão a) (60+32s); b) (60+60s); c) (60+338s)**



**Fig.8. Massa específica de MnS referente à amostra deformada por compressão a quente com dois passes de deformação a 1373K e três diferentes tempos de encharque no segundo passe.**  
 a) região da superfície; b) região da espessura intermediária.

as partículas estariam agrupando-se em colônias de precipitados menores ocorrendo a inibição do crescimento do grão na superfície [6].

Analisando-se a Tabela 2 e as Figuras 5 a 7, que mostram micrografias eletrônicas referentes às amostras com três tempos de encharque no segundo passe de compressão e respectivo gráfico de distribuição de tamanho de partícula (região da espessura intermediária), observa-se que, para a temperatura de 1173K, há aumento do tamanho da partícula para tempos crescentes do segundo passe de compressão.

Sugere-se que, para as temperaturas mais baixas, as partículas estejam se precipitando preferencialmente em subcontornos e discordâncias. Como as temperaturas são baixas, as discordâncias e outros defeitos permanecem depois da deformação e, assim, aumenta a possibilidade da criação de novos sítios que seriam oriundos de um fenômeno no qual houvesse contribuição de subcontornos e discordâncias, ou estes, por si só, já se constituíam estes sítios. Porém, para tempos mais longos de encharque, estes sítios podem ser dissolvidos parcialmente, não havendo grande quantidade de precipitados presentes.

A tendência de haver nucleação em discordâncias, nas temperaturas mais baixas, deve-se ao fato de a densidade de discordâncias ser alta neste caso, implicando uma alta densidade de sítios de nucleação.

Para a temperatura de 1273K, observa-se que o tamanho da partícula permanece praticamente constante. Para a temperatura de 1373K, há diminuição deste para tempos crescentes do segundo passe de compressão.

Sugerem-se dois possíveis mecanismos que poderiam explicar o comportamento da precipitação:

1. Em temperaturas altas, há deformação do material produzindo arranjos celulares, que prossegue com a formação de subcontornos transformando-se ao final em contornos de grão. Durante o processo de formação do arranjo celular há maior possibilidade de precipitação de partículas; estas inibiram o crescimento dos subcontornos e, conseqüentemente, ter-se-iam grãos de menor tamanho.

2. Quando se tem ensaio de compressão a quente com dois passes de deformação, pode estar havendo interpenetração da chamada zona de fluxo restringido nas temperaturas estudadas, o que deixa o material com menor número de defeitos e possivelmente maior amolecimento. Havendo esta interpenetração, haverá menor deformação final, com conseqüente diminuição na formação de defeitos (arranjos celulares). Assim, será menor o número de sítios de nucleação, e que implica em uma quantidade menor de precipitados, facilitando a migração do contorno e resultando em grãos maiores.

A Figura 8 mostra a quantidade de precipitados referente a amostras tratadas termicamente a 1373K com três tempos diferentes, no segundo passe de compressão, região da superfície e região da espessura intermediária. Observa-se menor quantidade destes na espessura intermediária, resultando em um maior tamanho de grão.

#### IV-CONCLUSÕES

Para as temperaturas de 1173 e 1273K há diminuição do tamanho de grão para tempos crescentes de encharque no segundo passe de deformação na região da superfície e região da espessura intermediária (Microscopia Óptica). Constatou-se, por meio de MET, que o tamanho médio da partícula de MnS está no intervalo de 8 a 30nm, diminuindo da superfície para a região da espessura intermediária para a temperatura de 1173K, precipitando as partículas preferencialmente em discordâncias e em defeitos cristalinos.

Para a temperatura de 1273K, o tamanho da partícula manteve-se constante, aumentando da superfície para a espessura intermediária, indicando que as partículas também estariam precipitando em discordância na região da superfície. Porém, na região da espessura intermediária pode haver coalescimento de partículas através de mecanismos de difusão via contorno de grão.

Para a temperatura de 1373K, houve aumento do tamanho de grão para tempos crescentes de encharque do segundo passe de deformação (região da superfície e região da espessura intermediária). Por meio de MET, observou-se que o tamanho da partícula de MnS aumentou da superfície para a espessura intermediária, sugerindo que pode haver interpenetração da zona de fluxo restringido, não havendo, portanto, deformação que implicasse em defeitos e, portanto, precipitação, com conseqüentes grãos maiores.

Comparando-se as duas regiões, há aumento do tamanho médio de grão da região da superfície para a região da espessura intermediária, indicando que, na região da espessura intermediária, há menor precipitação devido à ocorrência de interpenetração da zona de fluxo restringido.

#### V.REFERÊNCIAS.

[1]The Metallurgy of Iron and Silicon-Iron for Soft Magnetic Applications. A technical report by Armco Steel Corporation, Middletown, Ohio, October, 1970.

[2]Publicação Técnica da Acesita. Cia. Aços Especiais Itabira, M.G. Aços do Sílico de Grão-não-Orientado (GNO), Aços do Sílicio de Grão Orientado (GO), 1987.

[3]Sun, W.P. "Measurement and Analysis of MnS Precipitation in Electrical Steels. A Thesis submitted to the Faculty of Graduate Studies and Research in Partial Fulfilment of the Requirements for the Degree of Doctor of Philosophy. Department of Mining and Metallurgical Engineering. McGill University, Montreal, Canada, January, 1991.

[4]Czurratis, P.; Kroggel, R. Löffler, H. "Nucleation and Growth of Grain Boundary Precipitates in Al - 2.0 at % Zn - 10 at % Mg Alloy at Elevated Temperatures". Z. Metallde, vol.79, pp.307-312, 1988.

[5]V.A.Rodrigues, W.A.Monteiro et al, "Influência da Precipitação do MnS na Liga Fe-3%Si após Ensaios de Compressão a Quente". Anais do 49º Congresso da ABM, Outubro-1994, pp.175-283.

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

"Precipitation of Manganese Sulfide Study After Hot Compression Process with Two Holding Time Compression".

#### ABSTRACT

Grain-oriented electrical silicon steel was heat treated and mechanically conformed by hot compression process. The analysis of MnS particles precipitation has been made with samples processed at different conditions. In order to study precipitation behavior of MnS particles, samples were heated at 1573K for 1800 seconds, then the specimens were cooled down to 1173, 1273 and 1373K and held at these temperatures for 32, 60 and 338 seconds 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. The particle diameter was measured by an image analyser and the data were microcomputer processed. Optical micrographs showed that the grain size decreases with increasing second holding time for temperatures 1173 and 1273K and the grain size increases with increasing second holding time for the temperature 1373K on the surface and the center of the sample.

The size distribution shows that diameter particles after hot compression process covers a range from 10 to 30nm in both studied regions.

*Key-Words: electrical steels, hot compression process, transmission electron microscopy.*

#### Agradecimentos.

Os autores deste trabalho agradecem ao Prof.Dr.Ronaldo Barbosa da UFMG pela colaboração durante os ensaios de compressão a quente, à Cia Aços Especiais Itabira-Acesita pelo fornecimento do material e oportunidade de publicação deste trabalho e à Dra.Helena de Souza Santos (IFUSP) pela colaboração na realização de análises das amostras utilizadas para realização deste trabalho.