

# **“ESTUDO DO CRESCIMENTO DE GRÃO E DA PRECIPITAÇÃO DE MnS EM AÇOS Fe-3%Si DURANTE DEFORMAÇÃO A QUENTE”(01)**

**VICENE ALONSO RODRIGUES(02)  
WALDEMAR ALFREDO MONTEIRO(02)  
NILDEMAR APARECIDO MESSIAS FERREIRA(02)  
LUÍS CARLOS ELIAS SILVA(02)  
ADONIS MARCELO SILVA SALIBA(03)  
MARCO ANTÔNIO CUNHA(04)**

## **RESUMO**

O estudo da precipitação de partículas de MnS é importante na fabricação de aços elétricos como inibidor de crescimento do grão na recristalização secundária, tendo com resultado um armazenamento de energia no contorno de grão. Com o objetivo de estudar crescimento de grãos e precipitação de partículas de MnS em aços Fe-3%Si, foi feita a análise de amostras referente ao ensaio de compressão a quente para corpos de prova com 50% de compressão e temperatura de 1173K em tempos de encharque de 32, 70, 130 e 470 segundos seguido de têmpera. Para o estudo do crescimento de grão foi utilizado o método usual de metalografia óptica. A evolução do estudo dos precipitados de MnS foi feita por microscopia eletrônica de transmissão (técnica de réplica de extração de precipitados). A análise por MO mostra que o tamanho do grão cresce para tempos crescentes de encharque, já no estudo da distribuição de partículas de MnS por MET, o tamanho do precipitado diminui.

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

---

(01)-Contribuição técnica a ser apresentada no 50º Congresso Anual da ABM, São Pedro, SP, 01/08/95 à 04/08/95.

(02)-Membros da Coordenadoria de Engenharia e Ciência dos Materiais-MMM, IPEN/CNEN-São Paulo.

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

(04)-Pesquisador de Aço Silício da CIA Aços Especiais Itabira-Acesita.

## I-INTRODUÇÃO

As chapas de aço silício de grão orientado começaram a ser comercialmente produzidas em 1945; suas propriedades têm sido continuamente melhoradas e sua utilização é crescente, principalmente em núcleos de transformadores utilizados em rotores avançados [1].

A necessidade de alta qualidade e a complexidade da linha de produção destes aços, fizeram necessário o controle de parâmetros que afetam as propriedades finais. Recentemente os mecanismos envolvidos no processo de recristalização secundária foram estudados, através da observação de parâmetros microestruturais e a relação entre estes, os quais controlam o desenvolvimento da orientação final, em particular entre o crescimento de grão, textura e presença de partículas de segunda fase [2].

O estudo da precipitação da precipitação de partículas de MnS é importante na fabricação de aços elétricos como inibidor de crescimento de grão na recristalização secundária, tendo como resultado um armazenamento de energia no contorno de grão. Sabe-se que a cinética de crescimento dos grãos na recristalização secundária é influenciada pela distribuição de diâmetro das partículas presentes antes da recristalização secundária [3]. Para monitorar o processo de precipitação é necessário desenvolver técnicas confiáveis que fornecem informações sobre o processo. Embora existam vários métodos para o estudo de precipitação, tais como: microscopia eletrônica de transmissão, extração química ou eletroquímica e medida de resistividade elétrica, atualmente tem-se optado pelas técnicas que possam ser utilizadas de modo complementar, por muitas razões tais como: a) ensaios mecânicos que podem informar diretamente a que temperatura ocorre a precipitação, posteriormente podem ser testados em amostras maiores e posteriormente com um número expressivo de amostras analisadas na microscopia eletrônica; b) o tempo experimental e o esforço requerido para determinar as relações PTT são muito menores que as requeridas para outros métodos [4].

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

## II-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(%)
Carbono	0,030
Manganês	0,060
Silício	3,12
Fosfóro	0,012
Enxofre	0,023
Cromo	0,024
Níquel	0,002
Molibdênio	0,006
Alumínio	0,002
Titânio	0,002
Nitrogênio	0,028
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].

Foi feito o estudo do tamanho de grão, bem como da evolução da precipitação em amostras deformadas por ensaio de compressão a quente com um passe de deformação, 50% de redução da espessura, temperatura de ensaio de 1173K e quatro diferentes tempos de encharque (32, 70, 130 e 470s), duas regiões de análise, região da superfície e região da metade da espessura, com dimensões: diâmetro de 0,012 e 0,070m de altura.

Para o estudo do tamanho de grãos das amostras deformadas, utilizou-se o equipamento Quantimet com aumento de 25 vezes. Foi utilizado o método dos interceptos, norma ASTM E112; como os grãos apresentam-se muito grandes, foi utilizado também o método direto de medida de largura e comprimento, 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, utilizando-se para a 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 amostra. 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 de precipitados de MnS.

Com esses dados construiu-se dois histogramas referentes as amostras com temperatura de 1173K, quatro diferentes tempos de ensaio e duas regiões diferentes de observação.

### III-RESULTADOS E DISCUSSÃO

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

A tabela 2, mostra o intervalo de tamanho médio de grão para amostras ensaiadas com um passe de deformação com temperatura de ensaio de 1173K, quatro diferentes tempos de encharque e duas regiões de observação.

Tabela 2  
Diâmetro Médio de Grão ( $\mu\text{m}$ )

Região de Análise	Temperatura (K)	Tempo de Encharque (s)	Intervalo de Diâmetro Médio( $\mu\text{m}$ )
Superfície	1173	32	1727-4769
		70	2193-3049
		130	2407-3837
		470	2992-10508
Superfície Intermediária	1173	32	1012-2680
		70	1309-3379
		130	1403-4115
		470	2031-4359

Observa-se que para a região da superfície da amostra, há aumento do tamanho de grão para tempos crescentes de encharque, bem como para a região da superfície intermediária.

Comparando-se as duas regiões, observa-se a diminuição do tamanho de grão para tempos crescentes da região da superfície para a região da superfície intermediária, onde há maior quantidade de defeitos em razão de maior deformação durante o ensaio de compressão e consequentemente maior precipitação de MnS, em razão da formação de sítios de precipitação.

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

A tabela 3, mostra o tamanho médio da partícula para a temperatura de 1173K e quatro diferentes tempos de encharque (região da superfície e região da espessura intermediária).

Tabela 3  
Diâmetro Médio da Partícula (nm)

Região de Análise	Temperatura (K)	Tempo de Encharque (s)	Intervalo de Diâmetro Médio (nm)
Superfície	1173	32	79-159
		70	42-98
		130	35-107
		470	98-202
Superfície Intermediária	1173	32	47-95
		70	30-124
		130	9-29
		470	14-40

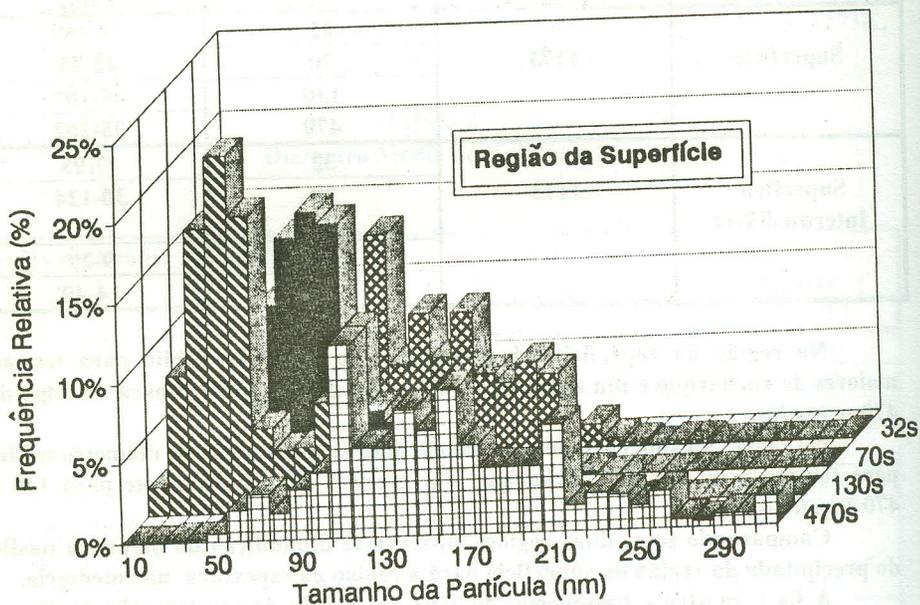
Na região da superfície há diminuição do diâmetro médio para tempos maiores de encharque e um aumento significativo deste diâmetro para o tempo de 470 segundos.

Na região da superfície intermediária nota-se diminuição do diâmetro médio para tempos crescentes de encharque, decrescendo substancialmente para 130 e 470 segundos.

Comparando-se as duas regiões, observa-se diminuição do diâmetro médio do precipitado da região da superfície para a região da espessura intermediária.

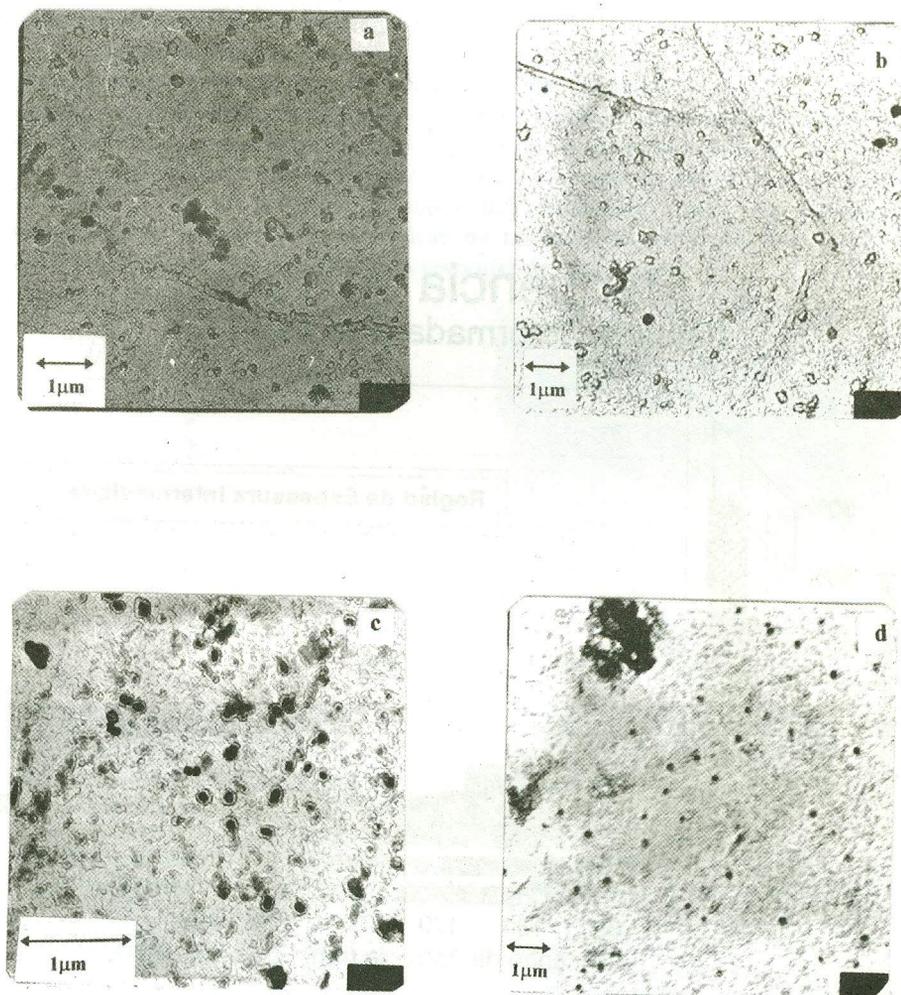
A fig.1. mostra a frequência de MnS em função do seu tamanho médio na região da superfície. Observa-se que para tempos crescentes de encharque o tamanho do diâmetro aumenta e a frequência diminui. O crescimento contínuo das partículas, consumindo as menores ocorre por mecanismo de difusão massivo (bulk diffusion) ou por mecanismo de difusão de contorno de grão (pipe diffusion); consequentemente a frequência tende a diminuir [6]. Nesta temperatura (1173K), as partículas estão precipitando em contornos, subcontornos e discordâncias introduzidas por deformação a quente [7]. Os precipitados utilizam processos de difusão via discordâncias para formar partículas maiores [6]. Para o tempo de 130 segundos, a partícula é menor e a sua frequência é maior do que nos outros tempos, sugerindo que a precipitação ocorre na rede de discordâncias do arranjo celular formado durante a compressão a quente. Sabe-se que discordâncias são sítios de nucleação para precipitação [8] e um maior número de precipitados pequenos será formado. As partículas maiores que aparecem também para este tempo podem ter precipitado em contorno de grão.

## Frequencia de MnS Amostra Deformada Quente-1173K



**Fig.1. Histograma de distribuição do tamanho do diâmetro de MnS referente ao ensaio de compressão a quente, temperatura de 1173K e quatro diferentes tempos de encharque (região da superfície)**

A fig.2 mostra micrografias eletrônicas referentes a amostras ensaiadas por compressão a 1173K e quatro diferentes de encharque. Observa-se o decréscimo da quantidade de precipitados e o aumento do tamanho para tempos crescentes de encharque.



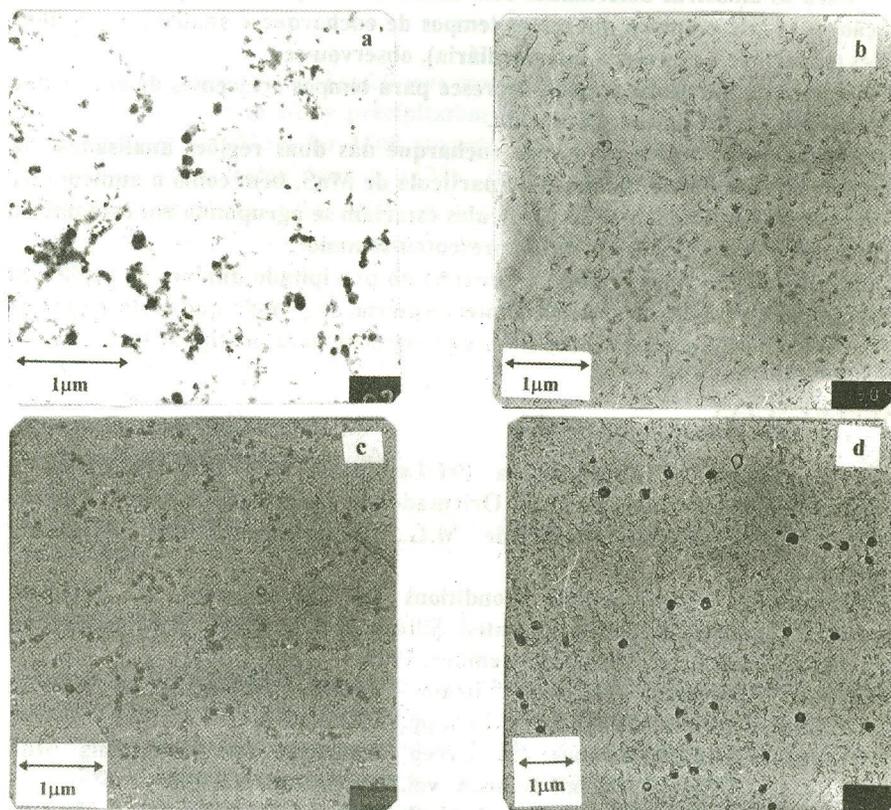
**Fig.2. Micrografias eletrônicas das amostras com ensaio de compressão a quente a 1173K, quatro diferentes tempos de encharque (região da superfície). a)32, b)70, c)130 e d)470s**



Sabe-se que nesta região ocorre maior quantidade de defeitos, por encontrar-se na região do cone de deformação de amostras deformadas por ensaio de compressão na presença de forças de atrito [9]. Nesta temperatura (1173K), as partículas estão precipitando preferencialmente em subcontornos e discordâncias; como a temperatura é baixa, as discordâncias e outros defeitos ainda permanecem depois da deformação e aumenta a possibilidade de novos sítios de nucleação, consequentemente há maior precipitação nesta região [8].

Comparando-se as duas regiões, observa-se que para todos os tempos de encharque houve diminuição do tamanho médio da partícula com consequente aumento da frequência. Este fato sugere que na região da espessura intermediária, os defeitos estão permanecendo como sítios de nucleação para precipitação.

A fig.4. mostra micrografias eletrônicas referentes ao ensaio de compressão a 1173K e quatro diferentes tempos de encharque, região da espessura intermediária, observa-se a diminuição do tamanho da partícula, bem como o aumento da frequência para tempos crescentes de encharque.



**Fig.4.** Micrografias eletrônicas das amostras com ensaio de compressão a quente a 1173K, quatro diferentes tempos de encharque (região da superfície intermediária), a)32, b)70, c)130 e d)470s

## IV-CONCLUSÕES.

### IV.1. Microscopia Óptica.

Para as amostras deformadas com ensaio de compressão a quente (50% de redução) a 1173K e quatro diferentes tempos de encharque e analisadas em duas regiões (superfície e espessura intermediária), observou-se:

- a) O diâmetro médio do grão aumenta para tempos crescentes de encharque nas duas regiões analisadas.
- b) Comparando-se as duas regiões, o tamanho do grão decresce da superfície para a região da espessura intermediária, região onde há maior quantidade de defeitos, devido a maior deformação durante o ensaio de compressão a quente.

### IV.2. Microscopia Eletrônica de Transmissão.

Para as amostras deformadas com ensaio de compressão a quente (50% de redução) a 1173K e quatro diferentes tempos de encharque e analisadas em duas regiões (superfície e espessura intermediária), observou-se:

- a) O diâmetro da partícula de MnS decresce para tempos crescentes de encharque e a frequência de precipitados aumenta.
- b) Para o tempo de 130 segundos de encharque nas duas regiões analisadas, há diminuição acentuada do diâmetro da partícula de MnS, bem como o aumento da sua frequência, sugerindo que as partículas estariam se agrupando em colônias de precipitados menores e a frequência apresentou-se maior.
- c) Comparando-se as duas regiões, o tamanho do precipitado diminuiu da região da superfície para a região da superfície intermediária, sugerindo que nesta região os defeitos estão permanecendo como sítios de nucleação para precipitação.

## V. REFERÊNCIAS

- [1] A.J. de Fonseca. "Influência da Pré-Laminação nas Microestruturas e Propriedades do Aço Silício de Grão Orientado via Laminação Steckel". Tese de Mestrado, Universidade Federal de M.G., Departamento de Engenharia Metalúrgica.
- [2] G. Abbruzzese. "Metallurgical Conditions for Development of Adequate Magnetic Properties in Grain Oriented Silicon Iron". IEEE Transactions on Magnetic, vol.25, n.5, pp. 3955-7, September, 1989.
- [3] W.P.Sun, M.Militzer, J.J.Jonas. "Strain - Induced Nucleation of MnS in Electrical Steels", Metall.Trans.A, vol.23A, pp.821-30, 1992.
- [4] W.P.Sun, W.J.Liu, J.J.Jonas, "A Creep Technique for Monitoring MnS Precipitation in Si Steels". Metall Trans.A, vol.20A, pp.2101-15, 1989.
- [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". Trabalho a ser publicado nos Anais do 49º Congresso da ABM, Outubro-1994.

[6]W.P.Sun, M.Militzer, J.J.Jonas, "Difusion-Controlled Growth and Coarsening of MnS During Hot Deformation". Metall.Trans.A, vol.23A, pp.3013-3023, November,1992.

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

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

[9]S.A.Souza, "Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos" Editora Edgard Bücher Ltda.

### **"Grain Growth and Precipitation of Manganese Sulfide Study in Fe-3%Si During Hot Compression Process".**

#### **ABSTRACT**

Grain-oriented electrical Si steels was mechanically conformed by hot compression process. In order to study precipitation behavior of the MnS particles, samples were heated at 1573K for 1800 seconds. After the solution heat treatment the specimens were cooled down to 1173K, held at this temperature (for 37, 70, 130 and 470 seconds) with 50% compression and quenched in water. The characterization of grain size was carried out using optical microscopy. For TEM characterization of MnS particles an extraction replica technique has been used. Optical micrographs showed that the grain size increases with increasing dwell time. The characterization of MnS particles after hot compression process showed that the diameter of particles covers a range from 30 to 90nm. Dislocation and other crystalline defects formed, at the dwell temperature (1173K), remain for while after deformation and increases the possibility of nucleation. This causes a dense and homogeneous precipitation.

*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 e a CIA Aços Especiais Itabira-Acesita pelo fornecimento do material e oportunidade de publicação deste trabalho. V.A.Rodrigues, agradece ao CNPq o suporte financeiro.