

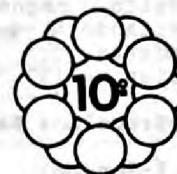


## CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE PARTÍCULAS DE MnS EM AÇOS MAGNÉTICOS.

V.A. RODRIGUES (1), W.A. MONTEIRO (1), N.A.M. FERREIRA (1)

A.M. SALIBA-SILVA (2) e M.A. CUNHA (2).

(1) COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR, INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES, C.P. 11049-PINHEIROS-05499-SÃO PAULO-BRASIL.  
(2) NÚCLEO DE DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO, CIA. AÇOS ESPECIAIS-ITABIRA ACESITA N.G.



cbecimat

Aços elétricos de grão orientado são largamente utilizados para várias finalidades. A principal preocupação é obter melhores propriedades magnéticas, visando uma maior economia de energia e silício de grão orientado é o controle da dispersão dos inibidores de crescimento de grão. Nosso material foi conformado a quente em laminador reversível Steckel. Nesse trabalho, identificamos e quantificamos os precipitados de MnS em aço silício após o processo de laminação a quente. A caracterização do material laminado a quente foi feita por microscopia eletrônica de transmissão, utilizando a técnica de réplica de extração de precipitados.

### 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 [1].

No processo de fabricação do aço silício é necessária a inibição do crescimento de grão durante o processamento. No recozimento final, a alta temperatura, ocorre um processo de crescimento seletivo dos grãos, ou recristalização secundária. A seleção dos grãos que crescem é função da orientação cristalográfica, e resulta em um crescimento anormal dos grãos com uma determinada orientação (orientação de Goss), consumindo os demais.

Para que ocorra o crescimento seletivo, é necessário que o crescimento normal seja inibido até temperaturas relativamente altas (800-1000°C).

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.

Na tecnologia usada neste trabalho, a inibição do crescimento de grão é obtida por meio de partículas finas de MnS dispersas no material [2].

A dispersão de MnS é obtida na laminação a quente. As placas são aquecidas 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.

A precipitação do MnS em aço silício foi pouco estudada, principalmente em condições semelhantes às existentes numa laminação a quente em laminador acabador reversível. Alguns trabalhos publicados recentemente [3,4] mostram que as características da dispersão são determinadas pelas condições de conformação a quente do material. Fatores como temperaturas de deformação, tempo de repouso entre passes e velocidade de resfriamento são parâmetros importantes no processo de precipitação.

No presente trabalho é feita uma caracterização microestrutural de partículas de MnS ao longo de tiras de aço silício laminadas a quente em laminador desbastador reversível e acabadas em laminador Steckel.

### II-Composição Química

O aço Fe-3%Si utilizado neste trabalho, apresenta a seguinte composição química:

Carbono - 0,029	Níquel - 0,014
Manganês - 0,059	Molibdênio - 0,006
Silício - 3,19	Alumínio - 0,0028
Fósforo - 0,017	Titânio - 0,0021
Enxofre - 0,022	Estanho - 0,0046
Cromo - 0,024	Nitrogênio - 0,0028

### III-Objetivos.

Identificar e quantificar os precipitados presentes de aço Fe-3%Si, na maioria sulfeto de manganês, que foram laminadas a quente (laminador Steckel [5]), cuja temperatura inicial foi variada.

### IV-Metodologia.

Para a caracterização, distribuição e quantificação das partículas de Sulfeto de Manganês, foi necessário o uso do Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET), com registro fotográfico, utilizando-se na preparação das amostras, a técnica de réplica de extração de precipitados.

#### IV.1- Preparação de Amostras para o MET. Réplica de Extração de Precipitados.

Foi utilizada a técnica de carbono direta, com as seguintes etapas.

- Polimento Mecânico cuidadoso ou Polimento eletrolítico.
- Ataque da superfície com Nital 10%.
- Réplica propriamente dita.
- A réplica é quadriculada por meio de cortes com um bisturi (4mm x 4mm) na superfície do material.
- Ataque químico para descolamento do filme de réplica (quadrados de 4mm x 4mm).
- Lavagem dos pedaços da réplica e colocação do mesmo em telas de cobre (diâmetro 3mm).
- Observação no MET.

Quando se está interessado na superfície da amostras utiliza-se a técnica da réplica. Essa técnica é utilizada porque elimina o efeito magnético das amostras maciças, evitando a interação do campo magnético da amostra com o campo magnético da lente objetiva [6].

## V-Trabalhos Realizados.

### V.1-Resumo.

Preparação pelo método de réplica de extração de precipitados das amostras correspondentes às amostras nas temperaturas: 1175, 1185, 1220 e 1230°C (início, meio e final, superfície e metade da espessura da amostra).

Após a preparação das amostras, foi feito um levantamento dos dados referentes à distribuição e ao diâmetro do MnS por meio de micrografias eletrônicas obtidas no MET. Posteriormente, foi feita a análise relativa às variações encontradas.

### V.2-Microscopia Eletrônica de Transmissão.

Foram preparadas 24 amostras pela técnica de réplica de extração de precipitados.

Para a determinação do diâmetro dos precipitados de MnS feitas cópias das micrografias eletrônicas que resultaram em um aumento global de 21.000 a 52.500 vezes. As figuras 1 e 2 mostram micrografias eletrônicas de algumas amostras do aço Fe-3%Si. As medidas do diâmetro dos precipitados foram feitas com analisador de imagens Mini-Mop.

Os dados foram tratados na planilha eletrônica para microcomputador; o que permitiu um histograma da distribuição dos precipitados de MnS.

Os dados foram separados da seguinte forma:

- Dados referentes às amostras correspondentes ao início da tira (superfície e espessura intermediária), às temperaturas de 1175, 1185, 1220 e 1230°C.
- Dados referentes às amostras correspondentes à região do meio da tira (superfície e espessura intermediária), às temperaturas de 1175, 1185, 1220 e 1230°C.
- Dados referentes às amostras correspondentes à região do final da tira (superfície e espessura intermediária), às temperaturas de 1175, 1185, 1220 e 1230°C.

Deste modo, foram obtidos gráficos de distribuição de precipitados de MnS em função do diâmetro dos precipitados, bem como gráficos referentes ao tamanho médio do precipitado em função da temperatura, para as três regiões da chapa (início, meio e final).

Para a análise dos gráficos, dividimos a tira em três regiões:

- região A - início da tira, onde a temperatura foi medida e é então considerada absoluta.
- região B - meio da tira.
- região C - final da tira.

Nas regiões B e C, a temperatura não foi medida, sendo, portanto, apenas estimativas.

## V.3 - Resultados e Conclusões.

Com os gráficos de distribuição de precipitado de MnS em função do seu tamanho, analisou-se três aspectos:

- tamanho do precipitado de MnS.
- distribuição do precipitado em relação à profundidade (espessura).
- distribuição do precipitado na superfície e na espessura intermediária em cada região da tira.

### V.3.1- Análise quanto ao tamanho do precipitado de Sulfeto de Manganês.

A análise dos gráficos de distribuição indicou que as amostras referentes à região A (início da tira) nas quatro diferentes temperaturas (1175, 1185, 1220 e 1230°C) apresentam tanto na superfície como na espessura intermediária da amostra, quantidade maior de precipitado de MnS cujo diâmetro está no intervalo de 300 a 700Å, o que mostra homogeneidade quanto ao tamanho do precipitado em relação à profundidade, figuras 3 e 4.

Para a região B (meio da tira), observou-se que na superfície e na espessura intermediária, a quantidade maior de precipitados de MnS é aquela cujo diâmetro do precipitado está no intervalo de 300 a 700Å, o que evidencia a homogeneidade do tamanho do precipitado em relação à profundidade.

Na região C (final da tira), observa-se que na superfície da tira a quantidade maior de precipitados de MnS é aquela cujo diâmetro está no intervalo de 300 a 700Å, enquanto que na espessura intermediária está no intervalo de 300 a 900Å, evidenciando a não homogeneidade do tamanho do precipitado em relação à profundidade.

### V.3.2- Análise quanto à distribuição de precipitados em relação à espessura da amostra.

No que diz respeito à quantidade de precipitado de MnS, observa-se que nas temperaturas de 1175 e 1230°C, há aumento desta quantidade, da superfície para a espessura intermediária da tira. Para as temperaturas de 1185 e 1220°C, a quantidade de precipitado decresce da superfície para a espessura intermediária da tira. Comparar as figuras 3 e 4.

Para a região B, a quantidade de precipitado de MnS nas temperaturas de 1175 e 1185°C aumenta da superfície para a espessura intermediária da tira e nas temperaturas de 1220 e 1230°C, decresce da superfície para a espessura intermediária da tira.

Na região C, a quantidade de precipitados diminui da superfície para a espessura intermediária da tira na temperatura de 1175°C, o inverso acontece nas temperaturas de 1185, 1220 e 1230°C.

### V.3.3- Análise quanto à distribuição na superfície e na espessura intermediária.

Com a análise da figura 3, região A (início da tira), superfície, observa-se que nas temperaturas de 1175 e 1230°C, a distribuição do precipitado de MnS apresenta menor número de partículas do que nas temperaturas 1185 e 1220°C, enquanto que para a espessura intermediária figura 4, observa-se homogeneidade no que diz respeito a distribuição do precipitado de MnS em todas as temperaturas.

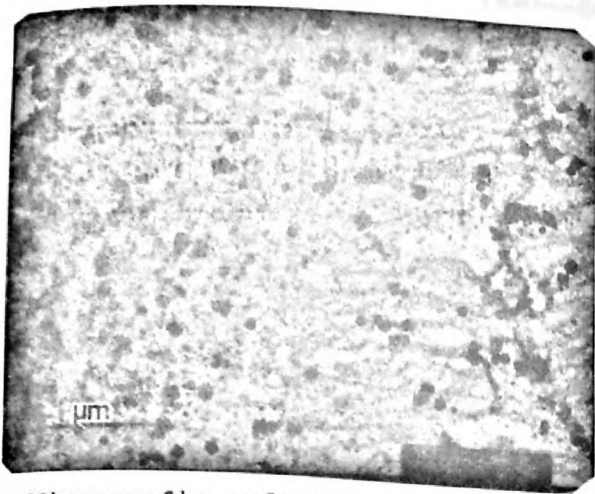


Fig.1. Micrografia referente a amostra de aço Fe-Si de grão orientado (superfície).

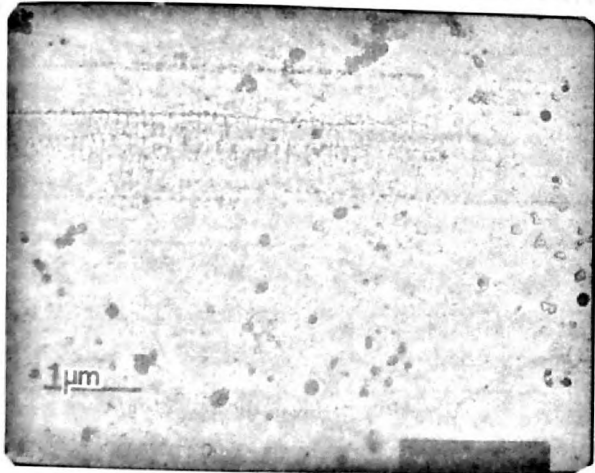


Fig.2. Micrografia referente a amostra de aço Fe-Si de grão orientado (espessura intermediária).

Distribuição MnS/mm<sup>2</sup>  
Cabeça da Tira-Espessura Intermediária

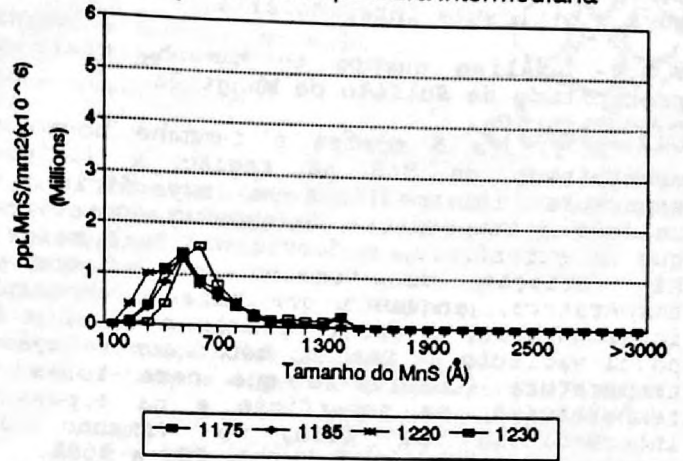


Fig.4. Histograma referente aos dados das amostras correspondente ao início da tira (espessura intermediária), nas temperaturas de 1175, 1185, 1220 e 1230°C.

Tam.Médio do MnS Cab.Inter./Superf.  
Limites de +/- 1 Desvio Padrão

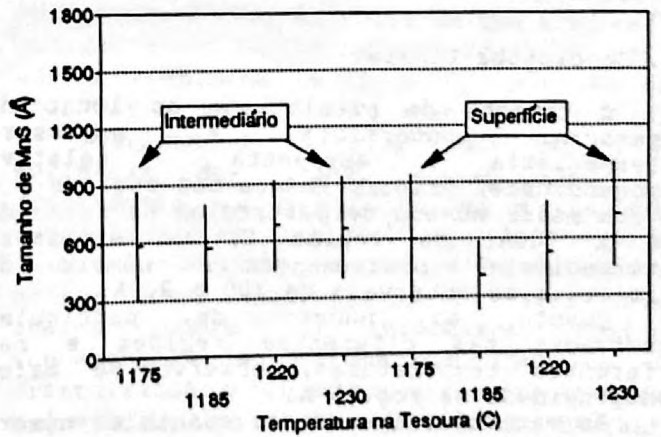


Fig.5. Tamanho médio do precipitado de MnS e faixa de dispersão referente às amostras correspondentes ao início da tira (espessura intermediária e superfície), nas temperaturas de 1175, 1185, 1220 e 1230°C.

Distribuição MnS/mm<sup>2</sup>  
Cabeça da Tira-Superfície

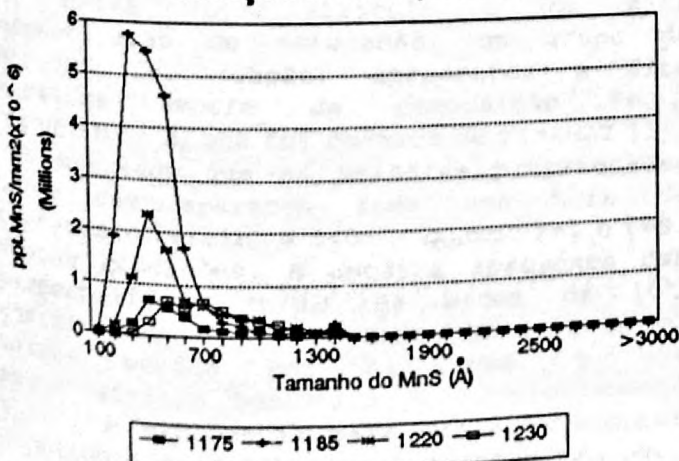


Fig.3. Histograma referente aos dados das amostras correspondente ao início da tira (superfície), nas temperaturas de 1175, 1185, 1220 e 1230°C.

Observou-se na região B, meio da tira, não homogeneidade no que diz respeito à quantidade de precipitados de MnS na superfície e na espessura intermediária da tira.

Para a região C, final da tira, observou-se que a quantidade de precipitados de MnS não é homogênea para a superfície e para a espessura intermediária.

**V.3.4- Análise quanto ao tamanho médio do precipitado de Sulfeto de Manganês.**

A figura 5 mostra o tamanho médio do precipitado de MnS na região A (início-espessura intermediária e superfície) em relação a temperatura da amostra. Observa-se que na superfície, o desvio padrão é maior e há variação do tamanho médio com a temperatura, enquanto que para a espessura intermediária, o desvio padrão é igual e há pouca variação do tamanho médio com relação a temperatura. Observa-se que para todas as temperaturas, na superfície e na espessura intermediária da tira, o tamanho dos precipitados está na faixa de 300 a 900Å.

Para a região B, observou-se que o tamanho médio do precipitado na superfície aumenta na temperatura de 1230°C, bem como o desvio padrão é maior nas temperaturas de 1185 e 1230°C. Para a espessura intermediária, o tamanho médio e o desvio padrão é maior na temperatura de 1185°C.

Para a região C, observou-se que para a superfície, o tamanho médio e o desvio padrão aumenta com a temperatura, exceto para a temperatura de 1230°C, enquanto que para a espessura intermediária, o tamanho médio e o desvio padrão maior é para a temperatura de 1220°C.

**VI. Conclusões Finais.**

O tamanho de precipitado ao longo da espessura, superfície e espessura intermediária apresenta relativa homogeneidade, principalmente nas regiões A e B, com maior número de partículas na faixa de 300 a 700Å. Na região C, na espessura intermediária, ocorre grande número de partículas no intervalo de 300 a 900Å.

Quanto ao número de partículas observadas nas diferentes regiões e nas diferentes temperaturas, observou-se maior homogeneidade na região A.

As variações observadas quanto ao número de partículas e tamanho médio, para as diferentes posições e diferentes temperaturas, são devidas às diferenças no tratamento térmico-mecânico aplicado à cada região, para cada temperatura estudada.

**Agradecimentos**

Os autores agradecem a Cia. Aços Especiais Itabira - ACESITA, pelo material cedido e pela oportunidade de publicação deste trabalho, e também ao CNPq pela ajuda financeira a bolsista.

**Referências:**

[1] A.J. de F. Fonseca. Tese de Mestrado: "Influência da laminação nas microestruturas e propriedades do aço silício de grão orientado laminação Steckel". Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia.

[2] Publicações técnicas da Acesita. "Aços ao silício de Grão não-orientado". "Aços ao silício de Grão-orientado".

[3] Obara, T. Takamiya, H. Takeuchi, T. KAN - Control of Inhibitor Precipitation Producing Grain-Oriented Si-Steel, Conference, Oct 1991, Cincinnati, 18p. for ASM

[4] W. P. Sun, PhD Thesis, McGill University, 1991

[5] Fluxograma de produção de Aço ao silício (G0). Publicações técnicas da Acesita.

[6] W.A. Monteiro. "Notas de aula do curso de Técnicas de Microscopia Eletrônica", 1989. Abstract.

Grain-oriented electrical steel have been widely used for various products and hence improving their properties is strongly desired for saving eletricity.

One of the most important metallurgical basis for producing grain-oriented Si steel is controlling dispersion of grain growth inhibitor. Our material was mechanically conformed by the Steckel hot rolling processing. In this work, we identify and quantify the MnS precipitates in iron-silicion steels after a Steckel hot rolling process. The characterization of the hot rolled material was made by transmission electron microscopy, utilizing a precipitate replica technique.