

# **EFEITO DO TEMPO DE PRECIPITAÇÃO DAS PARTÍCULAS DE MnS NO AÇO FE-3%Si DURANTE PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO (1)**

- (2)VICENE ALONSO RODRIGUES.**  
**(3)WALDEMAR ALFREDO MONTEIRO.**  
**(4)ADONIS MARCELO SILVA-SALIBA**  
**(5)NILDEMAR APARECIDO MESSIAS FERREIRA.**  
**(6)LUÍS CARLOS ELIAS SILVA.**

## **RESUMO**

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 como núcleos de transformadores, motores e geradores.

Com o objetivo de estudar a precipitação de partículas de MnS, foi feita a análise de amostras referentes ao ensaio de compressão a quente com três temperaturas diferentes e três diferentes tempos de encharque, seguido de têmpera. Para o estudo da evolução de precipitados foi feita a caracterização por meio de microscopia eletrônica de transmissão, utilizando-se para preparação de amostras, a técnica de réplica de extração de precipitados. A caracterização do tamanho de grão foi feita por microscopia óptica. A análise das amostras foi feita em duas regiões, superfície e metade da espessura da amostra. As medidas do diâmetro dos precipitados foram feitas com analisador de imagens Quantimet. Os dados foram tratados em planilha eletrônica para microcomputadores permitindo a construção de histogramas da distribuição dos precipitados de MnS. A distribuição das partículas de MnS após tratamentos térmicos mostra que o tamanho da partícula diminui com o aumento de temperatura e tempo de encharque nas duas regiões estudadas. Processos termomecânicos produzem defeitos e discordâncias aumentando a possibilidade de precipitação nas regiões deformadas e conseqüentemente aumentando a densidade de partículas.

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

---

(1)Trabalho a ser apresentado ao 53° Congresso da ABM, Belo Horizonte, M.G., 13 a 17 setembro de 1998.

(2) DrSc, pesquisadora do Departamento de Engenharia de Materiais, IPEN, C. P.11049, CEP 05422-970, São Paulo, Brasil

(3) DrSc, pesquisador do Departamento de Engenharia de Materiais, IPEN, C. P.11049, CEP 05422-970, São Paulo, Brasil

(4) MSc., pesquisador do Departamento de Elementos Combustíveis, IPEN, C. P.11049, CEP 05422-970, São Paulo, Brasil

(5)Técnico em Metalurgia, técnico do Departamento de Engenharia de Materiais, IPEN, C.P.11049, CEP 05422-970, São Paulo, Brasil

(5)Químico, técnico do Departamento de Engenharia de Materiais, IPEN, C. P.11049, CEP 05422-970, São Paulo, Brasil

## I-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 como núcleos de transformadores, motores e geradores. Aços elétricos são produzidos com variação das suas propriedades para que a partir dessas variações haja otimização deste aço e melhoria nas suas aplicações [1].

Do ponto de vista metalúrgico, a qualidade e caracterização do material não depende apenas da composição e da pureza, mas depende também dos defeitos cristalinos, da estrutura do grão, o estado de tensão deformação e a concentração de solução sólida [2].

O crescimento de grão desempenha um papel importante na evolução e na modificação da microestrutura desses aços [3]. A textura no aço silício de grão orientado é desenvolvida através do processo chamado recristalização secundária. O princípio metalúrgico básico é o retardamento do crescimento normal do grão através de precipitação de partículas de segunda fase presentes durante a recristalização, resultando num crescimento anormal dos grãos com determinada orientação (orientação de Goss). A partícula de MnS tem sido muito utilizada como inibidora de crescimento de grão em aços comerciais. A recristalização secundária é um fenômeno importante na fabricação do aço silício de grão orientado. Quanto maior o número de grãos orientados (110)[001], melhor as propriedades magnéticas do aço [4].

Uma das características mais importantes desses aços é a distribuição e a 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 [5].

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 [6].

O estudo de precipitação de MnS durante deformação a quente em aços é assunto não somente industrial, mas envolve também questões de metalurgia física e mecânica [6].

O objetivo deste trabalho é estudo do efeito do tempo de precipitação das partículas de MnS no aço Fe-3%Si durante processo termomecânico.

## II-PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.

A composição química utilizado neste trabalho é apresentado 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 (Belo Horizonte).

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    |
| Fósforo  | 0,012    | Titânio    | 0,002    |
| Enxofre  | 0,023    | Nitrogênio | 0,028    |
| Cromo    | 0,024    | Ferro      | 96,78    |

O ensaio de compressão a quente foi feito em um forno de lâmpadas halógenas de baixa inércia térmica e refrigerado à água. Este equipamento é constituído de quatro lâmpadas de halogênio e com potência de funcionamento de 8kW, como descrito em trabalho anterior [7].

Antes de cada ensaio, o corpo de prova foi aquecido a 1573K para a dissolução das partículas de MnS na matriz ferrítica e posteriormente é levado a 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 um passe de deformação, 50% de redução da espessura, nas temperaturas de 1173, 1273 e 1373K, e tempos de encharque: (32, 70, 130 e 470 segundos), seguido de têmpera. O corpo de prova depois do ensaio possui as seguintes dimensões: 0,070 metros de altura e 0,012 metros de diâmetro. Esse mesmo estudo foi feito para amostras deformadas por ensaio de compressão com dois passes de deformação, 50 e 30% de redução da espessura, nas mesmas temperaturas, o primeiro tempo de encharque é de 60 segundos e três tempos de segundo encharque (32, 60 e 338 segundos), seguido de têmpera. O corpo de prova possui após o ensaio as seguintes dimensões: 0,050 metros de altura e 0,015 metros de diâmetro. Para os dois estudos foi feita a análise em duas regiões: superfície da amostra e região da espessura intermediária.

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

O estudo da distribuição de partículas de MnS das amostras deformadas foi feita 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 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 histogramas referentes às amostras com temperaturas de 1173, 1273 e 1373K, quatro tempos diferentes de encharque (1 passe de compressão) e três tempos diferentes para o segundo passe de deformação (2 passes de deformação) e duas regiões de observação.

Para a identificação das partículas de MnS utilizou-se amostras preparadas por técnica de extração de precipitados por réplica de carbono, obtendo-se o espectro de EDS, por meio de microscopia eletrônica de transmissão.

### III-RESULTADOS E DISCUSSÃO.

#### III-1.Análise do Tamanho de Grão.

(Microscopia Óptica 1 passe de compressão)

A tabela 2 mostra o tamanho de médio de grão para amostras ensaiadas com um passe de compressão a quente, quatro temperaturas de ensaio (superfície e espessura intermediária).

Tabela 2-Tamanho Médio de Grão das Amostras de Fe-3%Si (superfície e espessura intermediária) com Compressão a Quente (1 passe).

| Temperatura (K) | Tempo de Encharque (s) | Diâmetro Médio ( $\mu\text{m}$ ) | Diâmetro Médio ( $\mu\text{m}$ )         |
|-----------------|------------------------|----------------------------------|--|
|                 |                        | <u>Região da Superfície</u>      | <u>Região da Espessura Intermediária</u> |
| 1173            | 32                     | 2769                             | 1846                                     |
|                 | 70                     | 2569                             | 2576                                     |
|                 | 130                    | 3200                             | 3946                                     |
|                 | 470                    | 4750                             | 3107                                     |
| 1273            | 32                     | 2176                             | 1023                                     |
|                 | 70                     | 3561                             | 1784                                     |
|                 | 130                    | 3715                             | 2276                                     |
|                 | 470                    | 4615                             | 2684                                     |
| 1373            | 32                     | 2200                             | 3430                                     |
|                 | 70                     | 1653                             | 1776                                     |
|                 | 130                    | 1046                             | 1400                                     |
|                 | 470                    | 992                              | 1161                                     |

Observando-se a tabela 2, nota-se que na superfície da amostra, para a temperatura de 1173 e 1273 K, há aumento do tamanho de grão para tempos crescentes de encharque. Para temperatura de 1373 K, há diminuição do tamanho de grão para tempos crescentes de encharque. Para a região da espessura intermediária da amostra, observa-se aumento do tamanho de grão para tempos crescentes de encharque na temperatura de 1173 e 1273 K, porém há diminuição para a temperatura de 1373 K.

Comparando-se as duas regiões há diminuição do tamanho de grão da região da superfície para a região da espessura intermediária nas temperaturas de 1173 e 1273 K, o inverso acontecendo para a temperatura de 1373 K, onde o grão apresenta-se maior, por causa da menor quantidade de partículas de MnS em altas temperaturas devido à recristalização.

### III-2. Análise da Distribuição e Tamanho da Partícula de MnS (Microscopia Eletrônica de Transmissão-2 passes de compressão)

A tabela 3, mostra o tamanho médio das partículas para amostras ensaiadas com um passe de compressão a quente, quatro temperaturas (superfície e espessura intermediária).

Analisando-se a Tabela 3 e a figura 1, que mostram micrografias eletrônicas referentes a temperaturas de ensaio e tempos de encharque com respectivo gráfico de distribuição de tamanho da partículas (região da superfície), nota-se que para temperatura de 1173 K há uma pequena variação do tamanho das partículas para tempo crescente de encharque. Isto sugere que para tempos maiores de encharque os sítios de nucleação podem ser dissolvidos parcialmente. Nesta temperatura a precipitação não é homogênea com relação ao tamanho dos precipitados [8]. Sabe-se que as partículas menores inibem o crescimento do grão. O coalescimento dessa partícula se dá através da difusão do Mn e S em solução sólida supersaturada ou pela dissolução de partículas pequenas e crescimento das partículas maiores, assim sendo, observa-se tamanho de grão maior nesta temperatura, porque as partículas nesta temperatura são maiores e não estariam inibindo o crescimento do grão.

Para as temperaturas de 1273 e 1373 K, observou-se uma pequena diminuição de tamanho de partículas e o aumento do número de partículas de MnS para tempos crescentes

de encharque. Para altas temperaturas, a recuperação da microestrutura deformada ocorre rapidamente antes da nucleação. As discordâncias são reduzidas aos poucos segundos e pode

Tabela 3-Tamanho Médio das partículas Referentes às Amostras de Fe-3%Si (região da superfície e espessura intermediária) com Compressão a Quente (1 passe)

| Temperatura (K) | Tempo de Encharque (s) | Tamanho de Partícula (nm)   | Tamanho de Partícula (nm)                |
|-----------------|------------------------|-----------------------------|--|
|                 |                        | <u>Região da Superfície</u> | <u>Região da Espessura Intermediária</u> |
| 1173            | 32                     | 90,0                        | 71,0                                     |
|                 | 70                     | 70,0                        | 60,0                                     |
|                 | 130                    | 71,0                        | 19,0                                     |
|                 | 470                    | 100,0                       | 27,0                                     |
| 1273            | 32                     | 70,0                        | 47,0                                     |
|                 | 70                     | 13,0                        | 12,0                                     |
|                 | 130                    | 9,0                         | 8,0                                      |
|                 | 470                    | 6,0                         | 5,0                                      |
| 1373            | 32                     | 38,0                        | 36,0                                     |
|                 | 70                     | 14,0                        | 15,0                                     |
|                 | 130                    | 16,0                        | 12,0                                     |
|                 | 470                    | 14,0                        | 10,0                                     |

permanecer uma rede de discordâncias e subcontornos de grãos, sugerindo que as partículas estariam ancorando subcontornos [8] e formando aglomerados de precipitados que inibiriam o crescimento do grão e estes apresentam-se menores nestas duas temperaturas. A análise da curva TTP, para a porcentagem de carbono e enxofre utilizada neste trabalho, sugere que a maior velocidade de precipitação ocorre neste intervalo de temperatura; assim há maior precipitação [9].

Analisando-se a Tabela 3 e a figura 2, que mostram micrografias eletrônicas referentes a temperaturas de ensaio e tempos de encharque com respectivo gráfico de distribuição de tamanho da partículas (região da espessura intermediária), observa-se a diminuição do tamanho médio das partículas para tempos crescentes de encharque nas três temperaturas estudadas. Sabe-se que nesta região ocorre maior quantidade de defeitos cristalinos, por encontrar-se na região do cone de deformação de amostras deformadas por ensaio de compressão.

Na temperatura de 1173 K, as partículas estarão se precipitando preferencialmente em subcontornos de grãos e subcontornos de grão e discordâncias; como a temperatura é baixa, as discordâncias e outros defeitos ainda permanecem depois da deformação e aumenta as possibilidades de novos sítios de nucleação, havendo maior precipitação nesta região [8]. Para altas temperaturas (1273 e 1373 K) sugere-se que a precipitação preferencial ocorra no contorno de grão [10]. Na temperatura de 1373 K ocorre menor precipitação em razão da ocorrência do processo de recristalização, que eliminou as discordâncias que seriam sítios de precipitação [8].

Comparando-se as duas regiões de observação nota-se que houve diminuição do tamanho médio das partículas para todas temperaturas e tempos de encharque da região da superfície para a região da espessura intermediária. Este fato sugere que na região da espessura intermediária, os defeitos permanecem como sítios de nucleação para precipitação.

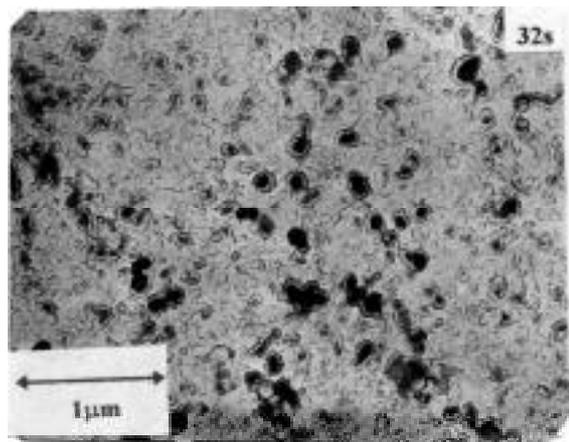
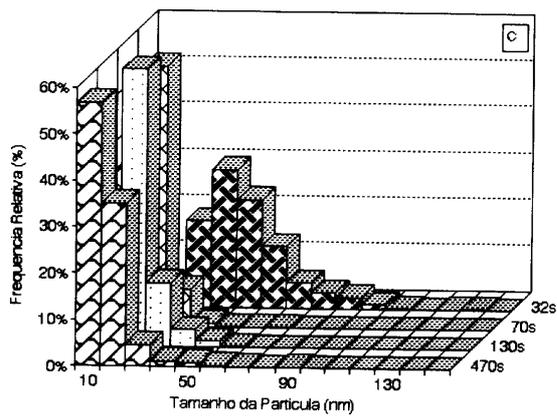
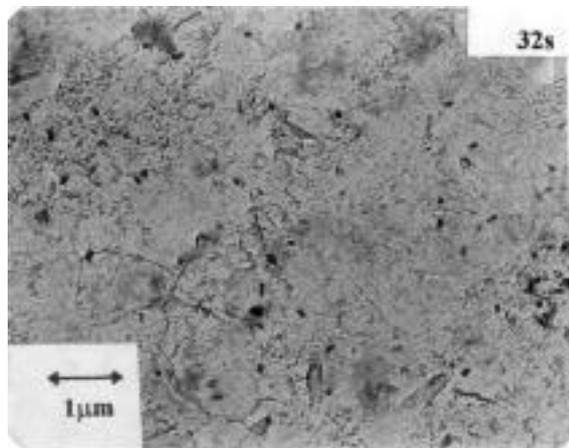
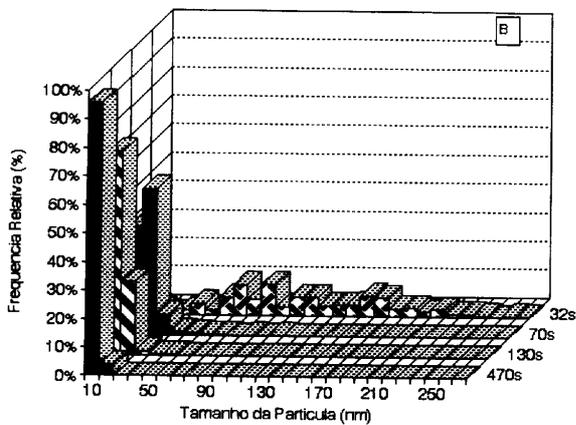
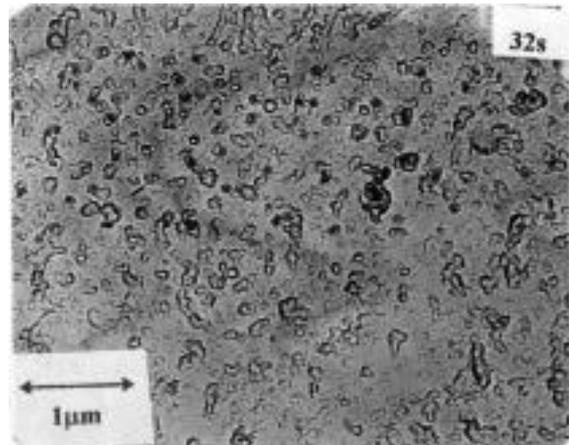
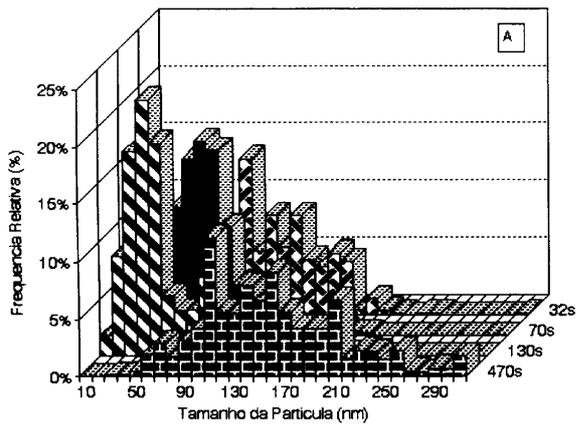


Fig.1. Histograma de distribuição do tamanho de partícula e respectivas micrografias de transmissão referente a amostra com ensaio de compressão (1 passe), região da superfície.

a)1173 K

b)1273 K

c)1373 K

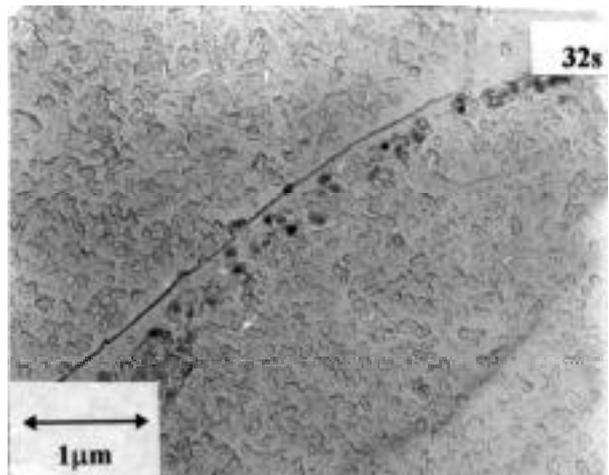
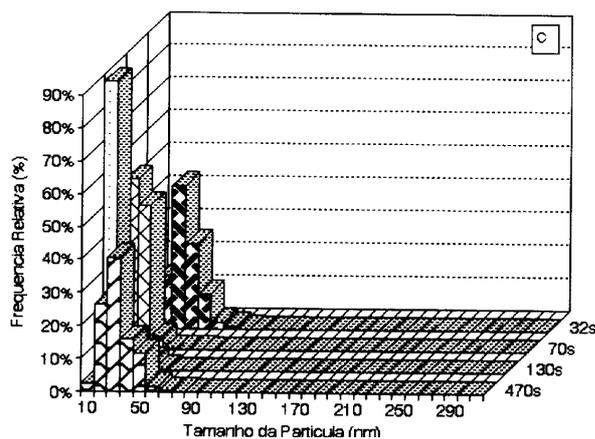
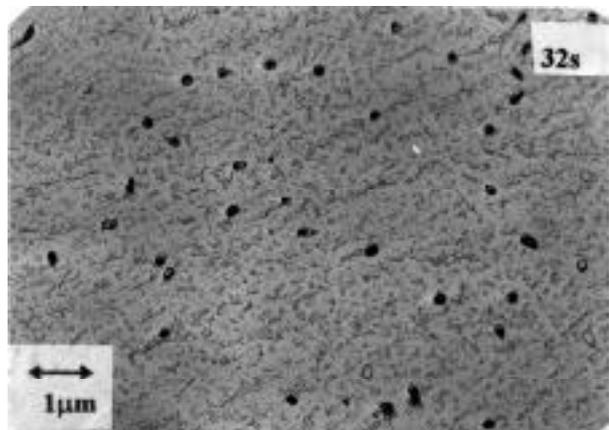
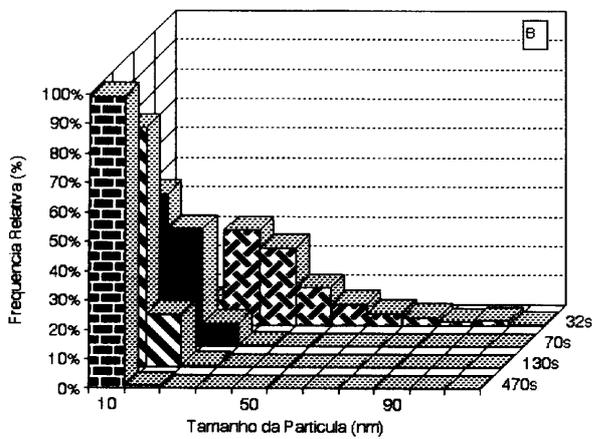
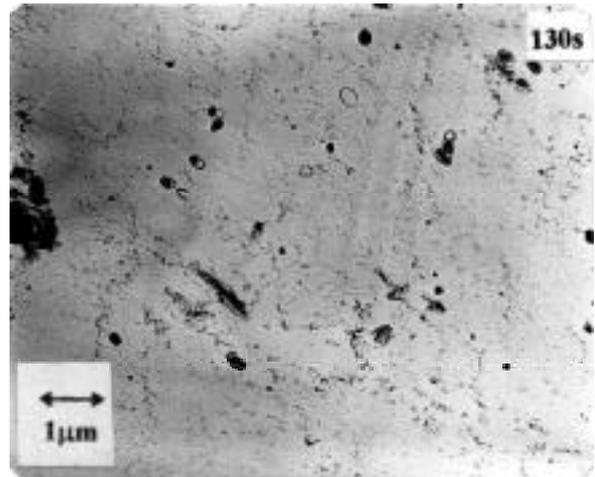
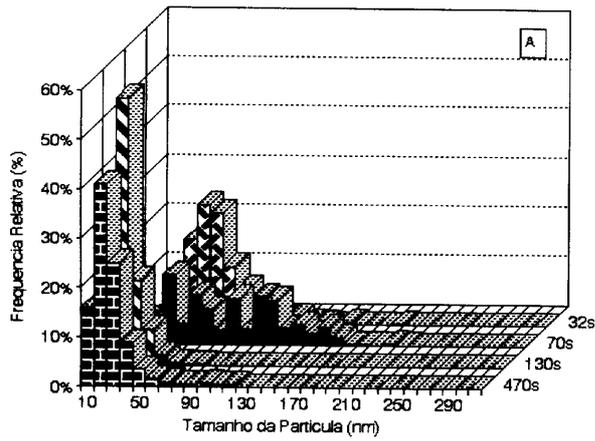


Fig.2. Histograma de distribuição do tamanho de partícula e respectivas micrografias de transmissão referente a amostra com ensaio de compressão (1 passe), região da espessura intermediária.

a)1173 K

b)1273 K

c)1373 K

### III-3. Análise do Tamanho de Grão. (Microscopia Óptica 2 passes de compressão)

A tabela 4 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 4-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 ( $\mu\text{m}$ ) | Diâmetro Médio ( $\mu\text{m}$ )         |
|-----------------|------------------------------|----------------------------------|--|
|                 |                              | <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 4, 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.4-Análise da Distribuição e Tamanho do Precipitado de MnS (Microscopia Eletrônica de Transmissão 2 passes)

A tabela 5 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 5- 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 5 e a Figura 3, 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 partículas estariam agrupando-se em colônias de precipitados menores ocorrendo a inibição do crescimento do grão na superfície [8].

Analisando-se a Tabela 5 e as Figura 4 que mostra 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 sub-contornos e discordâncias, ou estes, por si só, já se constituiriam 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.

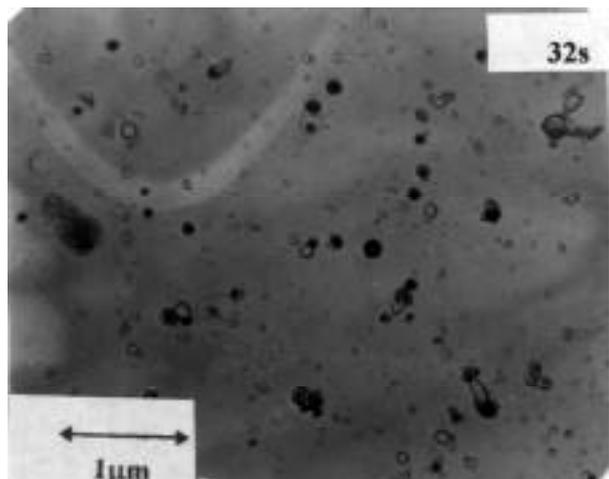
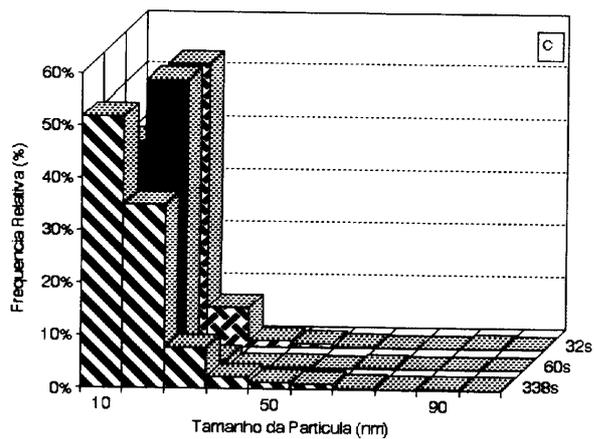
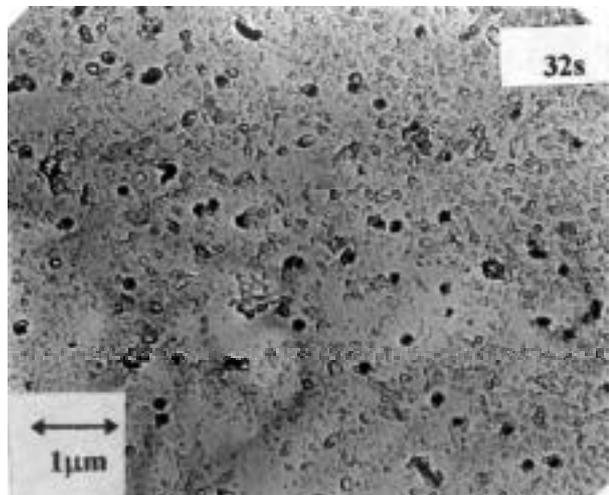
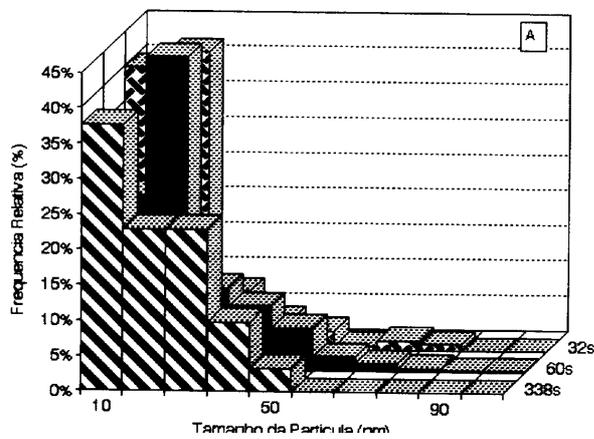
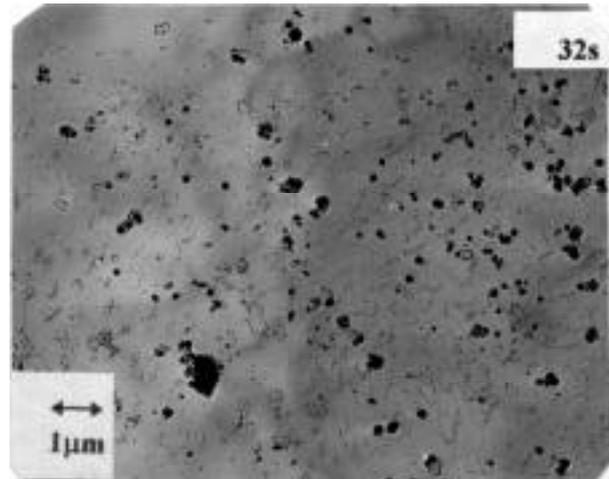
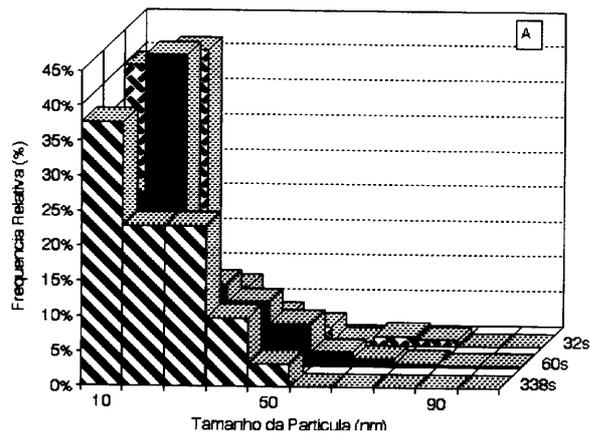


Fig.3. Histograma de distribuição do tamanho de partícula e respectivas micrografias de transmissão referente a amostra com ensaio de compressão (2 passes), região da superfície.

a) 1173 K

b) 1273 K

c) 1373 K

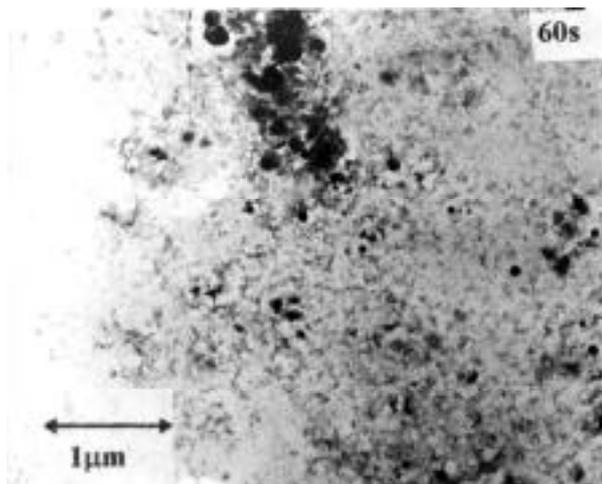
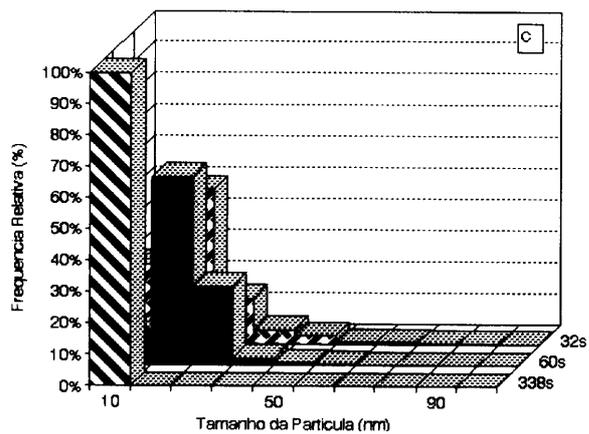
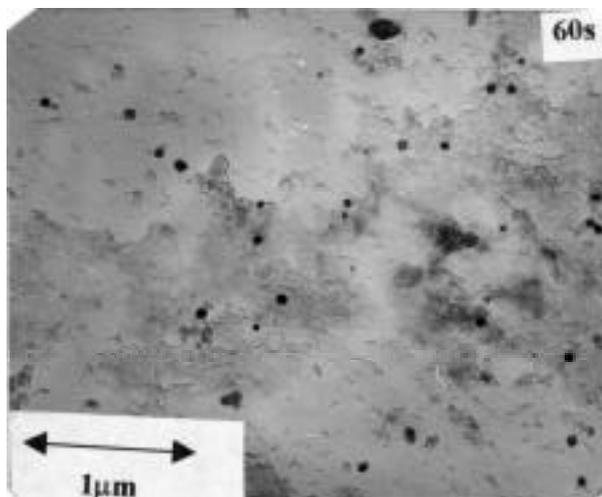
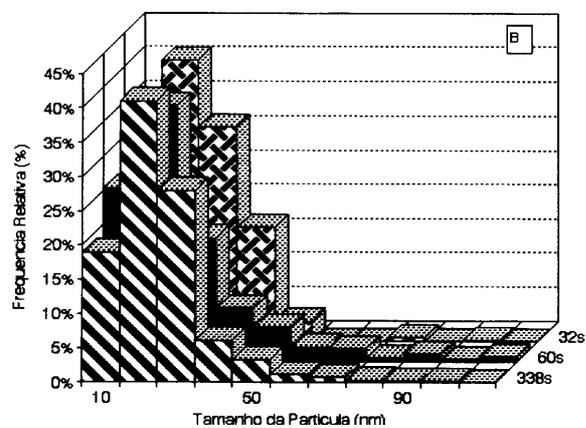
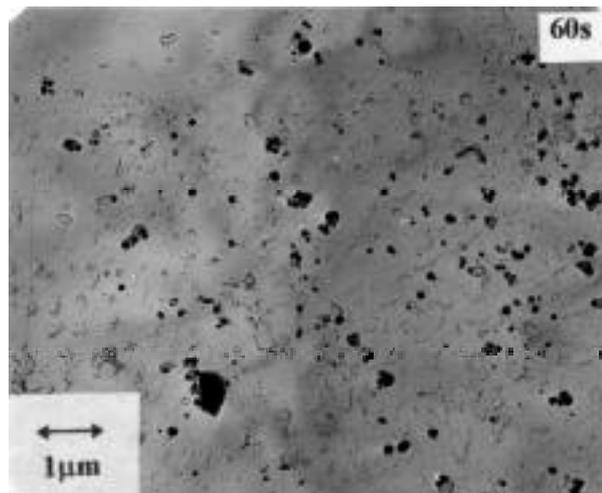
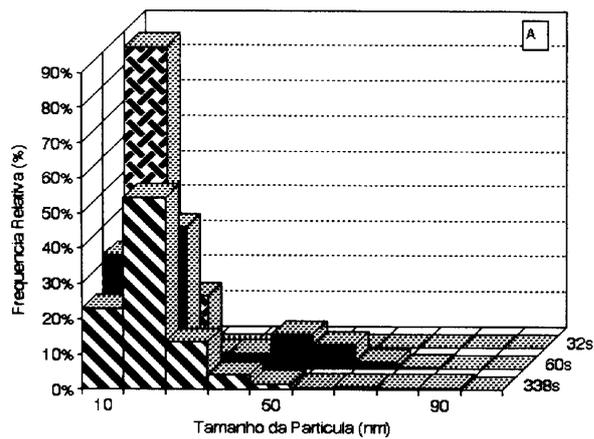


Fig.4. Histograma de distribuição do tamanho de partícula e respectivas micrografias de transmissão referente a amostra com ensaio de compressão (2 passes), região da espessura intermediária.

a)1173 K

b)1273 K

c)1373 K

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 5 mostra o espectro de EDS; observam-se os picos de Mn e S associados com partículas formadas no aço estudado. Além desses picos, nota-se a presença de Si, C, Cu e Fe; o Si e Fe são elementos da matriz; o C e o Cu são devido ao método utilizado para preparação da amostra (artefactos de preparação).

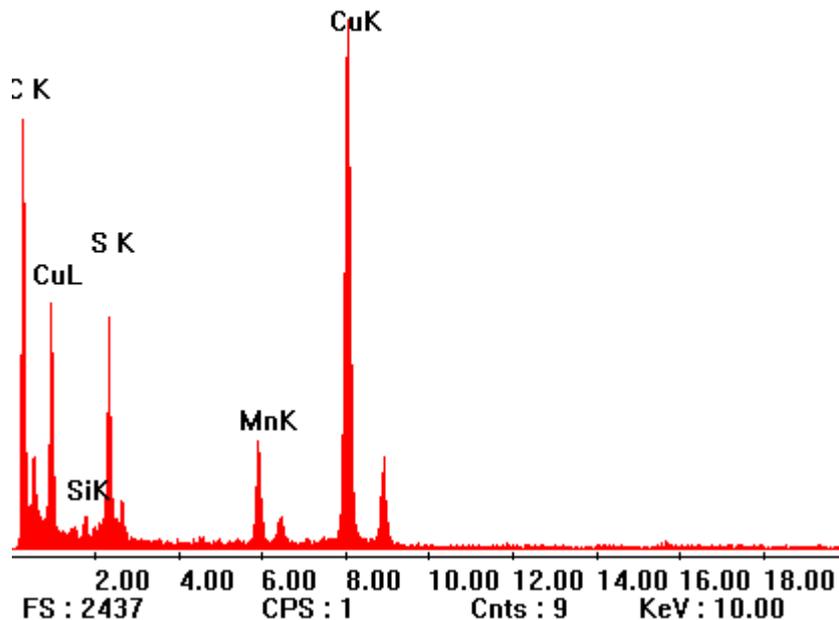


Fig.5. Espectro de EDS, mostrando os picos de S e Mn na amostra de Fe-3%Si.

#### IV-CONCLUSÕES.

##### IV.1. Ensaio de Compressão a Quente (1 passe).

Para temperaturas baixas (1173 e 1273 K), o tamanho do grão aumenta para tempos crescentes de encharque na região da superfície e na região da espessura intermediária (Microscopia Óptica). Por meio de MET, observou-se que quanto ao tamanho do precipitado de MnS, comparando-se a a região da superfície e a região da espessura intermediária, constata-se maior variação na superfície. Assim sendo, comparativamente, estes dois estariam inibindo o crescimento do grão na superfície, ocorrendo o inverso na região da espessura intermediária.

Para temperatura alta (1373 K) há diminuição do tamanho de grão para tempos crescentes de encharque nas duas regiões estudadas. Por meio de MET, observou-se que as partículas estão menores na região da espessura intermediária indicando que estão ancorando os subcontornos, já que em altas temperaturas há recuperação rápida da microestrutura, eliminando discordâncias e defeitos cristalinos.

Comparando-se as duas regiões, há diminuição do tamanho do grão da região da superfície para a região da espessura intermediária em baixas temperaturas, ocorrendo o inverso para a alta temperatura, onde o grão apresenta-se maior; os precipitados apresentam-se menores na região da espessura intermediária para as três temperaturas estudadas. Para baixas temperaturas, a microestrutura permanece com defeitos cristalinos ocorrendo precipitação das partículas. Para altas temperaturas pode haver dissolução total ou parcial das partículas de MnS e/ou dissolução parcial dos sítios preferenciais de nucleação, não ocorrendo precipitação dos sulfetos de manganês e, conseqüentemente, os grãos apresentam-se maiores [8].

#### IV.2. Ensaio de Compressão a Quente (2 passes).

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.

#### 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] Chih-Wen Chen, Magnetism and Metallurgy of Soft Magnetic Materials, Dover Publications, Inc., New York, 1986, pp.239.
- [3] T.Watanabe. "Grain Boundary Character Distribution (GBCD) Analysis of Grain Growth-Related Phenomena in Polycrystalline Materials". Materials Science Forum, vols.94-96, (1992), 209-220.
- [4] T.Nakayama and Y.Ushigami. "Modeling of Secondary Recrystallization in 3% Silicon Steels". Materials Science Forum, vols.94-96, (1992), 413-418.

- [5] 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.
- [6] Sun, W.P."Measurement and Analysis of MnS Precipitation in Electrical Steels". A Thesis submitted of the Faculty of Graduate Studies and Research in Partial Fulfilment of Requirements for Degree of Doctor of Philosophy. Department of Mining and Metallurgical Engineering. Mac Gill University, Montreal, Canadá, January, 1991.
- [7] V.A.Rodrigues, W.A.Monteiro et al, "Influência da Precipitação do MnS na Liga Fe-3%Si após Ensaio de Compressão a Quente". Anais do 49º Congresso da ABM, Outubro-1994, pp.175-283.
- [8] 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.
- [9] Sun, W.P.; Liu, W.J.; JONAS, J.J."A Creep Technique for Monitoring MnS Precipitation in Si Steels". Metallurgical Transactions A, vol.20A, pp.2707-2715, Decembre, 1989.
- [10] Sun, W.P.; Militzer, M., JONAS, J.J." Strain-Induced Nucleation of MnS in Electrical Steels". Metallurgical Transactions A, vol.23A, pp.821-830, 1992.

### **Time Effect of MnS Particles Precipitation in the Fe-3%Si Steel During Thermomechanical Processing.**

#### **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 1800s. After the specimens were cooled down to 1373, 1273 and 1173K, hold for 32, 70, 130 and 470s and the compression of 50% is applied during the holding time and then water quenched, in the process with two holding time, the first holding time is 60s (50% is applied), then the compression of 30% is applied (second holding time: 32, 60 and 338s), then water quenched. Grain size characterization was carried out using OM 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 the second holding time process for the two temperatures on the two studied regions. Hot compression process with two holding time provides more dislocation and defects increasing the possibility of MnS particles precipitate and providing higher MnS particle density.

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. À Dra.Helena de Souza Santos (IFUSP) pela colaboração na realização de análises das amostras utilizadas para realização deste trabalho.