

ANÁLISE DA DISTRIBUIÇÃO DA PARTÍCULA DE MnS DURANTE ENSAIO DE COMPRESSÃO A QUENTE.

V.A.Rodrigues⁽¹⁾, W.À.Monteiro⁽¹⁾, N.M.A.Ferreira⁽¹⁾, N.B.Lima⁽¹⁾, M.A.Cunha⁽²⁾, A.S.Saliba⁽³⁾

(1) IPEN/CNEN (2) IUE-CIA. Aços Especiais Itabira- Acesita(3)
Escola Politécnica (USP)-Departamento de Engenharia Metalúrgica.

Resumo

Foi feito o estudo da distribuição das partículas de MnS em amostras de aço Fe-3%Si durante ensaio de compressão a quente com três diferentes temperaturas de ensaio e tempo de encharque de 32 segundos. A análise foi feita por meio de microscopia eletrônica de transmissão e os dados foram tratados em planilha para microcomputador. A análise da distribuição das partículas mostrou que o diâmetro da partícula está no intervalo de 30 a 90nm.

INTRODUÇÃO

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 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 [1]. Para monitorar o processo de precipitação é fundamental desenvolver técnicas confiáveis que forneçam informações sobre o processo. Embora exista vários métodos para o estudo de precipitação, tais como: microscopia eletrônica de transmissão, extração química ou eletroquímica e medida de restividade elétrica, atualmente tem-se optado pelas técnicas mecânicas (juntamente com microscopia eletrônica) por muitas razões tais como: a) os ensaios mecânicos podem informar diretamente a que temperatura a precipitação ocorre, b) os ensaios mecânicos podem ser testados em amostras maiores, enquanto que somente pequena porcentagem da amostra pode ser analisada na microscopia eletrônica e c) o tempo experimental e o esforço requerido para determinar as relações PTT são muito menores que as requeridas para outros métodos [2].

Neste trabalho foi feito o estudo da precipitação da partícula de MnS após deformação a quente por ensaio de compressão.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.

A composição química do aço utilizado neste trabalho é apresentado na tabela 1

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

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

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 de quatro lâmpadas de halogênio (potência de funcionamento de 8kW).

No forno está ligado um termopar de Pt/Pt-Rh que é preso em uma garra na parte superior do pistão que se moverá para fazer o ensaio e a ponta do termopar fica encostada lateralmente no corpo de prova.

Neste forno tem-se um tubo de quartzo que é colocado a aproximadamente 0,10m de altura do corpo de prova. Durante o ensaio, este tubo é abaixado vedando o corpo de prova após injeção de argônio, formando-se uma camada que circunda a amostra. A vedação no tubo de quartzo é feita com lã de vidro. O corpo de prova é recoberto de alumina com a finalidade de evitar oxidação e para que as garras fiquem presas ao corpo de prova. Isto é necessário, pois há resíduos de oxigênio no tubo.

A fig. 1. mostra como foi feito o ensaio de 1 passe de compressão. O forno atinge a temperatura de 1573K em 600 segundos, a amostra fica nesta temperatura durante 1800 segundos para que haja a solubilização completa do MnS na matriz ferrítica. Após este tempo, a temperatura é

diminuída com uma taxa de 1,5K/s até atingir a temperatura de ensaio. A temperatura estabiliza-se em 120 segundos, e então, é aplicada a carga para a realização do ensaio de compressão; mantém-se constante a temperatura de ensaio durante o tempo de encharque seguido de têmpera.

Para o estudo do comportamento da precipitação das partículas de MnS foram feitos, do material de partida, corpos cilíndricos de dimensões 0,015m de altura e 0,010m de diâmetro. A altura (paralela ao eixo de compressão) desses corpos de prova é paralela à direção de laminação das placas (material de partida).

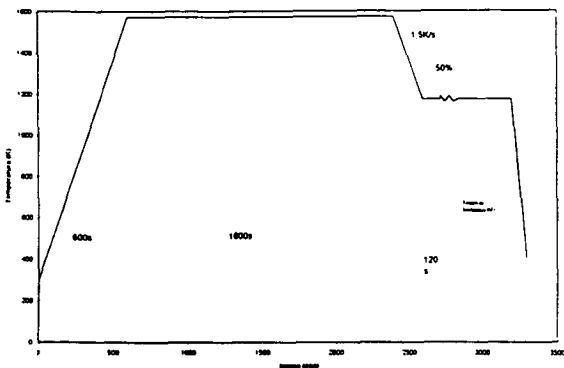


Fig.1. Rampa de aquecimento do forno, mostrando esquema de ensaio de de compressão a quente para um passe de compressão.

Antes de cada ensaio, o corpo de prova é aquecido a 1573K para a dissolução de MnS na matriz ferrítica e posteriormente é levado à temperatura de ensaio (1173, 1273 e 1373K). Fez-se a compressão de 50% de redução de altura e tempo de encharque de 32 segundos seguido de têmpera.

Para o estudo da evolução de precipitados de MnS, foi feita a caracterização por meio de microscopia eletrônica de transmissão (JEOL-JEM-200), utilizando-se, para a preparação de amostras, a técnica de réplica de extração de precipitados. Para a determinação do diâmetro dos precipitados de MnS foram feitas cópias das micrografias eletrônicas que resultaram em um aumento global de 60.000 vezes. As figs 2, 3 e 4, mostram micrografias eletrônicas referentes às três temperaturas de ensaio.

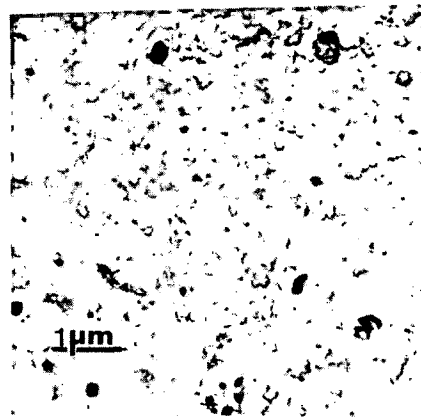


Fig.2. Micrografia da amostra referente ao ensaio de compressão a 1173K por 32s.

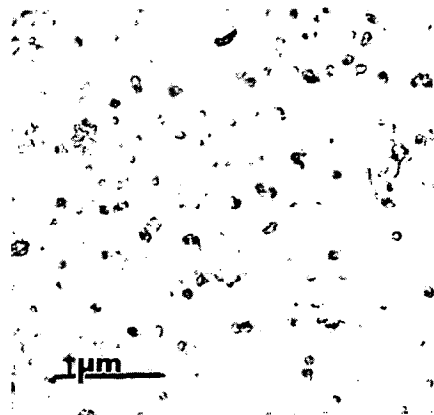


Fig.3. Micrografia da amostra referente ao ensaio de compressão a 1273K por 32s.

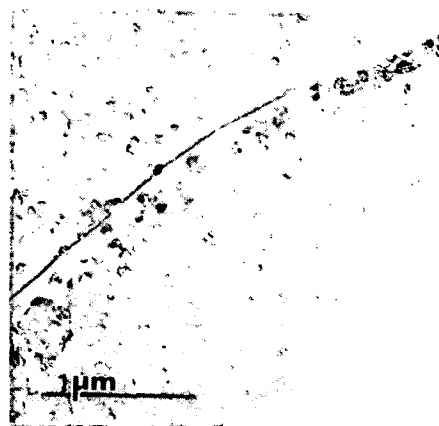


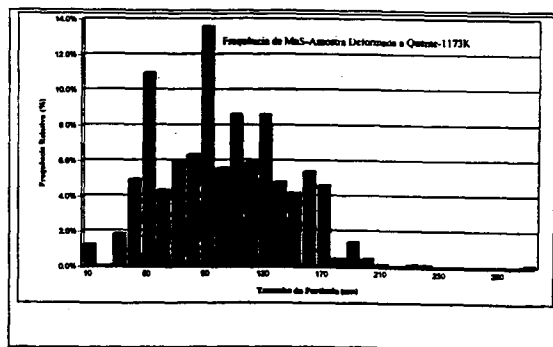
Fig.4. Micrografia referente ao ensaio de compressão a 1373K por 32s.

Para a construção dos gráficos de distribuição foram medidas 600 partículas para cada temperatura de ensaio. 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 dos precipitados de MnS.

Os dados foram separados da seguinte forma:

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

Deste modo, foram obtidos gráficos de frequência da superfície e espessura intermediária.



RESULTADOS E CONCLUSÕES.

A tabela 2 mostra o tamanho médio da partícula de MnS para as três diferentes temperaturas de ensaio na superfície e na espessura intermediária da amostra.

Tabela 2
Diâmetro Médio da Partícula (nm)

Região de Análise	T(K)	D(nm)
Superfície	1173	119,16
	1273	134,56
	1373	37,93
Espessura Intermediária	1173	71,20
	1273	47,53
	1373	36,25

Observa-se que para temperaturas de 1173 e 1273K houve aumento do diâmetro médio da partícula, decrescendo o tamanho médio para a temperatura de 1373K (superfície). Para a região da espessura intermediária o diâmetro médio da partícula decresce com o aumento da temperatura de ensaio. Comparando-se as duas regiões, observa-se para três diferentes temperaturas a diminuição do diâmetro médio das partículas da superfície para a espessura intermediária da amostra, onde há maior quantidade de defeitos. O tamanho médio também pode ser observado nas figs.5 e 6 que mostram a frequência de partículas de MnS pelo seu tamanho para as três diferentes temperaturas de ensaio e tempos iguais de encharque.

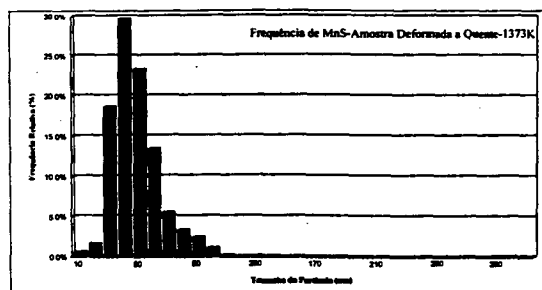
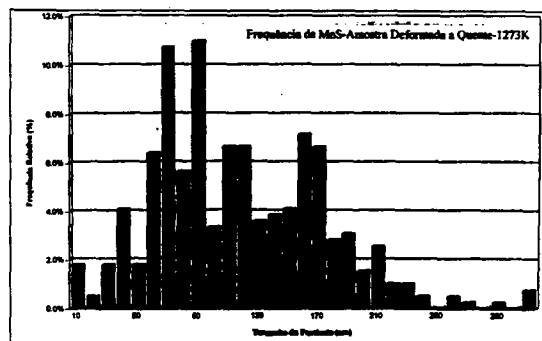


Fig.5.Histograma de distribuição do tamanho da amostra referente ao ensaio de compressão com três diferentes temperaturas (1173, 1273 e 1373K e 32 segundos de encharque, região da superfície).

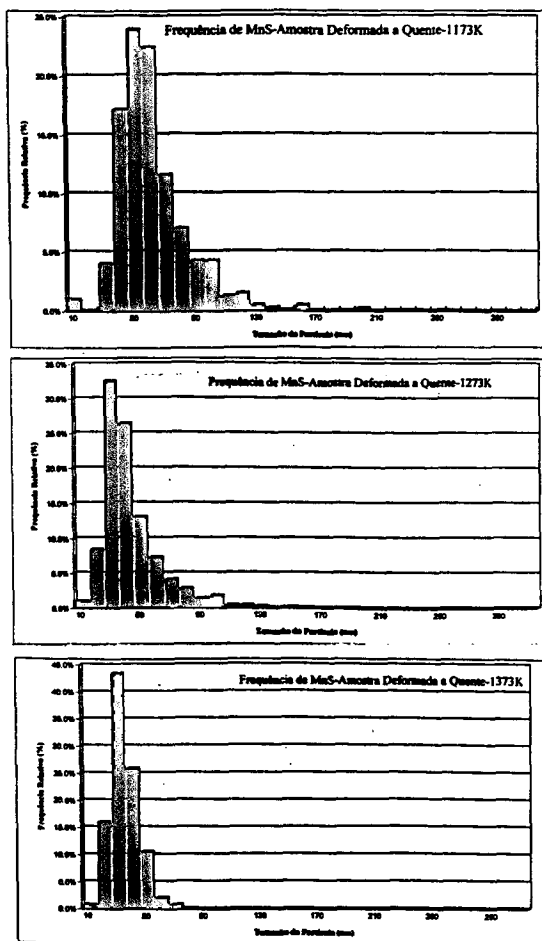


Fig.6.Histograma de distribuição do tamanho da amostra referente ao ensaio de compressão com três diferentes temperaturas (1173, 1273,1373K) e 32 segundos de encharque, região da espessura intermediária.

Observa-se que para as temperaturas de 1173 e 1273K, nota-se precipitação não homogênea em relação ao tamanho e densidade de precipitados. Neste intervalo de temperatura a densidade de discordâncias é baixa devido a rápida recuperação antes da recristalização, sugerindo uma precipitação não homogênea. Para alta temperatura 1373K, a recuperação da microestrutura deformada ocorre rapidamente antes da nucleação. As discordâncias são reduzidas em poucos segundos e pode permanecer uma rede de discordâncias como subcontornos de grãos [3]. A análise da curva PTT, mostra que para a porcentagem de carbono e enxofre utilizado neste trabalho, sugere que a maior velocidade de precipitação ocorre aproximadamente a 1473K; nesta temperatura observa-se maior densidade de precipitação [2].

Comparando-se as figs.5 e 6, nota-se que na região da espessura intermediária da amostra, os histogramas de frequência apresentam-se com maior

homogeneidade em relação a distribuição. A densidade da partícula aumenta e o tamanho médio da partícula diminui da superfície para a região da espessura intermediária da amostra. Sabe-se que nessa região ocorre maior quantidade de defeitos, por ser essa a região do cone de deformação para o ensaio de compressão [4], sugerindo assim maior precipitação de finas partículas nessa região.

CONCLUSÕES.

Os resultados ainda são preliminares por ainda estarmos analisando tempos maiores de tratamento térmico, e só após os mesmos poderemos verificar a reprodutividade dos resultados. mas podemos afirmar que:
 a)O tamanho da partícula decresce e a densidade aumenta com temperaturas crescentes, sugerindo maior velocidade de precipitação para altas temperaturas.
 b)O tamanho da partícula decresce e a densidade aumenta da superfície para a região da espessura intermediária da amostra para as três temperaturas de ensaio por essa região conter maior número de defeitos.

AGRADECIMENTOS.

Os autores agradecem a Acesita o material fornecido e a oportunidade de publicação desse trabalho.

Agradecemos ao Prof. Dr. Ronaldo Barbosa pela colaboração nos ensaios de compressão a quente.

V.A.Rodrigues agradece ao suporte financeiro do CNPq.

REFERÊNCIAS.

- [1]Sun,W.P.,Miltzer M.,Jonas,J.J.,"Strain-Induced Nucleation of MnS in Electrical Steels". Metall.Trans.A,1992,vol.23A,pp.821-30.
- [2]Sun,W.P.,Liu,W.J.,Jonas,J.J.,"A Creep Technique for Monitoring MnS Precipitation in Si Steels".Metall.Trans.A,1989,vol.20A,pp.2707-15.
- [3]Obara,T.,Takamiya,T.,Takeuchi,H.,Kan,T.,"Control of Inhibitor Precipitation for Producing Grain-Oriented Si-Steel". The paper presented at ASM Conference held in Cincinnati, Oct.21-1991.
- [4]Souza,S.A.,Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos. Editora Edgard Blücher Ltda.

SUMMARY

Grain-oriented electrical Si steel was mechanically conformed by hot compression processing. The analysis of MnS precipitates distribution after the hot compression process with samples cooled to 1173, 1273 and 1373K, held for 32seconds with 50%, showed that the diameter size of particles covers range values from 30 to 90 nm. Characterization was made by transmission electron microscopy (200Kv), utilizing a precipitate replica technique.