

# Razogljichenje in rekristalizacija neorientirane elektro pločevine

## Decarburization and Recrystallization of Non-oriented Electrical Steel Sheet

Steiner Petrovič D<sup>1</sup>, M. Jenko, F. Vodopivec, IMT Ljubljana  
F. Marinšek, ACRONI Jesenice

*Opredelili smo kinetiko razogljichenja hladno valjane neorientirane elektro pločevine industrijske izdelave ter hkrati zasledovali proces tudi v hladno valjanih trakovih iz dveh vrst jekel za neorientirano elektro pločevino, ki sta bili izdelani v laboratoriju, s taljenjem v vakuumski indukcijski peči. Vzorce vseh treh neorientiranih elektro pločevin smo žarili v atmosferi vlažnega vodika pri različnih temperaturah, različnih vlažnostih vodika ter različnih časih in analizirali koncentracijo ogljika. Rast rekristaliziranih zrn smo določili v nerazogljichenih in razogljichenih neorientiranih elektro pločevinah glede na mikrostrukturo in merjenje poprečne velikosti rekristaliziranih zrn.*

*Ključne besede: razogljichenje, rekristalizacija*

*The kinetics of decarburization process of industrially and laboratorially manufactured cold rolled non-oriented silicon steel sheets was investigated. Samples of the different electrical steel sheets were decarburized by annealing in wet hydrogen with different dew points and at different times and the carbon content was measured. The recrystallization of decarburized and undecarburized samples of electrical steels, which were annealed in a lead bath, was investigated. The microstructure was examined and average grain size was determined.*

*Key words: decarburization, recrystallization*

### 1. Uvod

Neorientirane elektro pločevine se izdelujejo iz jekla z dodatkom do 3 % silicija.

Proizvodni proces izdelave trakov elektro pločevin obsega vroče in hladno valjanje, žarjenje za razogljichenje, rekristalizacijo in rast zrn ter nanos izolacijske prevleke. Elektro pločevine dosežejo ustrezne lastnosti šele potem, ko jim z razogljichenjem zmanjšamo koncentracijo ogljika pod 0,003 %.

V idealnih razmerah je stopnja razogljichenja odvisna od difuzije ogljika na površino pločevine. Med razogljichenjem pločevine je koncentracija ogljika na površini zmanjšana na zelo nizko vrednost in ogljik difundira iz jekla, tako, da je profil koncentracije ogljika podan z izrazom (1)<sup>1</sup>:

$$c = c_0 \cdot \operatorname{erf}(x/2\sqrt{Dt}) \quad (1)$$

$$\operatorname{erf}(x/2\sqrt{Dt}) = 2/\pi \cdot \int_0^y \exp(-y^2) dy$$

x ... globina razogljichenja

D ... difuzijski koeficient

t ... čas razogljichenja

y ... integracijska spremenljivka

V industrijskih razmerah se izvrši razogljichenje med žarjenjem pločevine v atmosferi vlažnega vodika ali pa v vlažni mešanici dušika in vodika pri temperaturah od 800 do 900 °C.

Proces je voden s kontrolo razmerja parcialnih tlakov vodne pare in vodika oz. razmerja parcialnih tlakov ogljikovega dioksida in monoksida.

Pri visoko legiranih jeklih lahko z ustreznim razmerjem parcialnih tlakov omenjenih plinov preprečimo tvorbo železovega oksida. Pri teh pogojih vseeno pride do oksidacije silicija z železom, kar tvori kompleksni oksidni sloj na površini in ovira difuzijo ogljika na površino in s tem povezano razogljichenje, ki poteka po reakciji:



Silicij stabilizira in širi feritno območje železa, difuzija ogljika pa je v feritu hitrejša kot v austenitu<sup>1,2</sup>.

V temperaturnem območju od 600 do 900 °C je difuzivnost ogljika podana z naslednjo enačbo<sup>1,4</sup>:

$$D_{\text{C}}(\text{Fe}-\alpha) = \frac{X^2}{t} \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (3)$$

x ... difuzijska pot

t ... čas

Q ... aktivacijska energija za difuzijo ogljika

R ... splošna plinska konstanta

T ... temperatura

<sup>1</sup> Darja STEINER PETROVIČ, dipl. inž. met.  
Inštitut za kovinske materiale in tehnologije  
Lepi pot 11, 61000 Ljubljana

Optimalna temperatura razogljčenja se viša z naraščajočo koncentracijo silicija. Pri konstantni temperaturi je razogljčenje v silicijevih jeklih hitreje kot v jeklih, ki niso legirana s silicijem<sup>2</sup>.

## 2. Eksperimentalno delo

Analize in preiskave smo izvršili na trakovih neorientirane silicijeve elektro pločevine, industrijske izdelave (N6) ter na neorientiranih elektro pločevinah laboratorijske izdelave z različnimi kemijskimi sestavami.

Tabela 1: Kemijska sestava

Oznaka jekla	C	Si	Mn	Al	P	S	Sb
	(mas. %)						
N1	0,0400	2,00	0,20	0,50	0,001	0,001	
N3	0,0420	2,00	0,20	0,50	0,001	0,001	0,052
N6	0,0210	2,02	0,25	1,00	0,014	0,003	
N4	0,0310	1,78	0,22	0,28	0,001	0,017	
D1	0,0035	2,12	0,22	0,28	0,001	0,001	
D2	0,0040	1,85	0,18	0,19	0,001	0,001	0,052

Iz trakov jekel vseh vrst smo izrezali vzorce dimenzij  $30 \times 20$  mm, ki smo jih za razogljčenje žarili pri temperaturah 800, 820, 840 in 860 °C v atmosferi vlažnega vodika, ki smo ga navlažili pri temperaturah 40 in 55 °C z vodnim vlažilnikom.

Časi žarjenja so bili 1, 2, 5, 10, 20, 40, 60 minut.

Po žarjenju smo koncentracijo ogljika določili s sežigom dela vzorcev v toku kisika z IR absorbcijo z napravo LH tip CSA 2003.

Žarjenje za rekristalizacijo je potekalo v svinčevi kopeli pri temperaturah od 700 do 800 °C, ki smo ji za dezoksidacijo dodali indij ter zaščitili površino kopeli pred oksidacijo z grafitnim prahom.

Izbrani časi žarjenja so bili 1, 2, 5, 10, 20, 40 in 60 minut.

Iz vzorcev smo po končani toplotni obdelavi izdelali metalografske brusce. Za preučevanje mikrostrukture smo uporabili optični mikroskop Leitz-Wetzlar. Vzorce smo fotografirali pri 100-kratni povečavi.

Velikost zrn smo statistično obdelali po metodi kroga<sup>3</sup>.

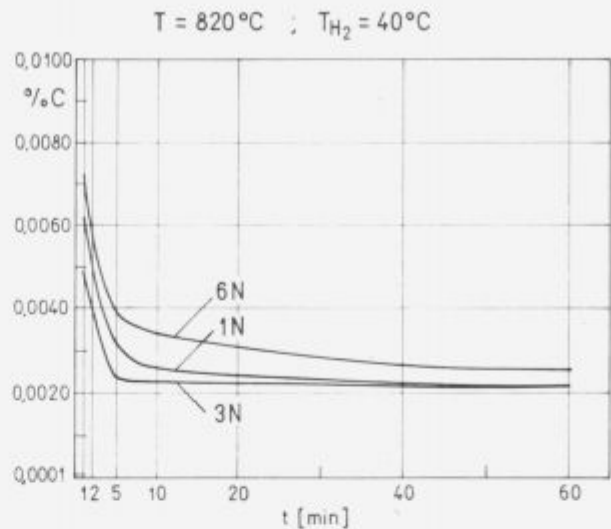
## 3. Rezultati in diskusija

Pri raziskavi smo spreminjali parametre procesa razogljčevanja; temperaturo, čas in vlažnost vodikove atmosfere ter ugotovili, da optimalni padec koncentracije ogljika v vzorcih dosežemo že po kratkih časih (1 minuta) razogljčevalnega žarjenja.

Sliki 1 in 2 prikazujeta padec koncentracije ogljika v odvisnosti od časa razogljčevalnega žarjenja pri temperaturah 820 in 840 °C, v atmosferi vlažnega vodika, navlaženi pri temperaturi vode 40 in 55 °C, za tri vrste nerazogljčenih elektro pločevin.

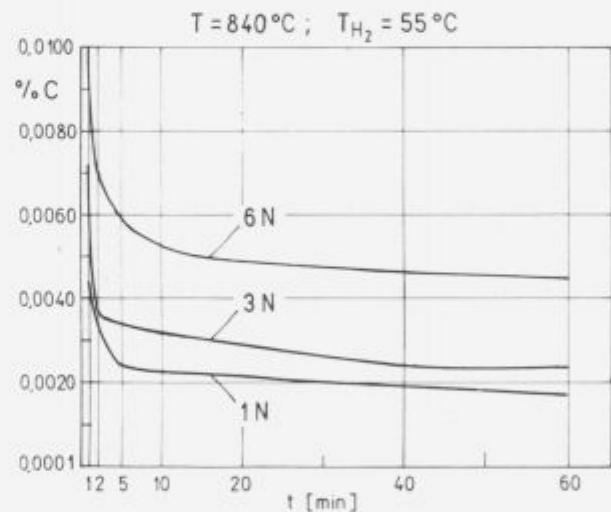
Dokler je prisotna porozna oksidna plast, poteka razogljčenje kot proces ovirane difuzije. Pri površini, deloma pokriti s plastjo oksida, nastopa tudi podaljšana difuzijska pot, ki prav tako zmanjša možnost prehajanja ogljika skozi površino.

Kot za vse difuzijske procese je tudi pri razogljčenju odvisnost difuzijske poti od časa podana z enačbo, iz katere lahko ob znanem difuzijskem koeficientu izračunamo potrebni čas razogljčevanja.



Slika 1: Odvisnost med koncentracijo ogljika in časom razogljčevalnega žarjenja pri temperaturi 820 °C in točki rosišča vodika pri 40 °C

Figure 1: Relationship carbon content - time of decarburization annealing at the temperature 820 °C and hydrogen dew point at 40 °C



Slika 2: Odvisnost med koncentracijo ogljika in časom razogljčevalnega žarjenja pri temperaturi 840 °C in točki rosišča vodika pri 55 °C

Figure 2: Relationship carbon content - time of decarburization annealing at the temperature 840 °C and hydrogen dew point at 55 °C

$$x^2 = 2 \cdot D \cdot t \quad (4)$$

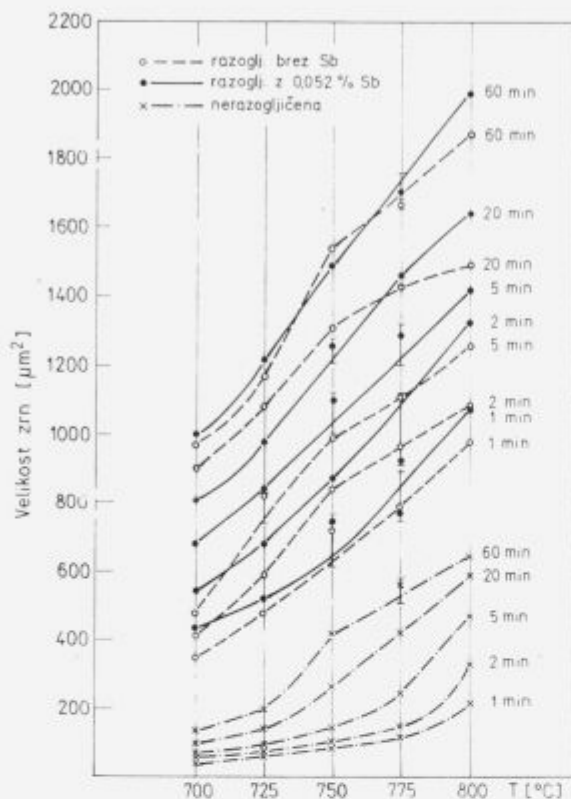
x ... difuzijska pot  
D ... difuzijski koeficient  
t ... čas

Za doseg optimalnih magnetnih lastnosti je za elektro pločevine pomembna tudi velikost zrn.

Slika 3 prikazuje velikost rekristaliziranih zrn v odvisnosti od temperature pri različnih časih žarjenja za nerazogljčeno ter dve vrsti razogljčene pločevine.

Pri nerazogljčenem jeklu opazimo parabolično naraščanje velikosti rekristaliziranih zrn. Pri temperaturah višjih od 750 °C postane ta rast hitrejša, kar je posledica anomalne rasti zrn.

V nerazogljčenem jeklu za neorientirano elektro pločevino je ogljik delno raztopljen v feritu, večina pa ga je vezana v cementitnih izločkih, ki v zadostnem številu ovirajo rast zrn.



**Slika 3:** Odvisnost med velikostjo zrn in temperaturo žarjenja pri različnih časih žarjenja za razogljčeno, legirano in nelegirano jeklo ter nerazogljčeno jeklo

**Figure 3:** Relationship average grain size - temperature by different annealing times for decarburized and non-decarburized steels

Ogljik v obliki cementitnih precipitov ugodno vpliva na nastanek rekristalizacijskih kalí, v fazi rasti pa ta proces zavira.

Pri nerazogljčeni elektro pločevini opazimo popolnoma rekristalizirano mikrostrukturo že pri najnižjih temperaturah in najkrajših časih žarjenja, medtem ko se pri obeh razogljčenih elektro pločevinah nerekrystalizirana področja ohranila dalj časa.

#### 4. Zaključki

Optimalni padec koncentracije ogljika v vzorcih nerazogljčenih elektro pločevin dosežemo že po kratkem času (1 minuta) razogljčevalnega žarjenja pri vseh preiskovanih temperaturah in vlažnostih delovne atmosfere.

V temperaturnem intervalu sprememba vlažnosti ni bistveno vplivala na razogljčenje preiskovanih jekel.

Primerjava rezultatov kaže, da se kljub nižji začetni koncentraciji ogljika industrijsko izdelano jeklo (N6) razogljčuje slabše. To je lahko posledica različne oksidne plasti, ki se tvori na površini. Kinetika razogljčenja je odvisna od strukture nastalega kompleksnega oksida, katerega tvorba je linearno odvisna od časa žarjenja<sup>6</sup>.

V smislu velikosti rekristaliziranih zrn je pomembna razlika med razogljčenim in nerazogljčenim jeklom v tem, da sta začetna in končna velikost zrn v nerazogljčenem jeklu veliko manjši. Veliko manjša velikost rekristaliziranih zrn je posledica koncentracije ogljika, saj znatno zmanjšanje koncentracije ogljika (razogljčenje) povzroči v razogljčenih elektro pločevinah očitno splošno in zelo hitro rast zrn.

#### 5. Literatura

- <sup>1</sup> D. A. Porter, K. E. Easterling, *Phase Transformations in Metals and Alloys*, Second Edition, Chapman and Hall, 1992, 75
- <sup>2</sup> G. Lyudkovsky, P. K. Rastogi, M. Bala, *Journal of Metals*, January, 1986, 23
- <sup>3</sup> R. P. Smith, *Trans. TMS - AIME*, 224, 1962, 105
- <sup>4</sup> J. H. Swisher, *Trans. TMS - AIME*, 242, 1968, 746
- <sup>5</sup> H. Schumann, *Metallographie*, VEB - Leipzig, 1975, 53
- <sup>6</sup> U. Wiesner, J. Kuntze, *Diss. A. AdW der DDR*, Dresden, 1988