

Rast rekristaliziranih zrn v razogljichenem jeklu z 1,8 % Si in 0,052 % Sb

Recrystallized Grain Growth in Decarburized Steel with 1,8 wt.% Si and 0,052 wt.% Sb

D. Steiner, M. Jenko, F. Vodopivec, *IMT Ljubljana, Lepi pot 11*

L. Kosec, *FNT-Montanistika, Odsek za metalurgijo in materiale, Ljubljana, Aškerčeva 12*

Cilj raziskave je bil določiti vpliv antimona na kinetiko rasti rekristaliziranih zrn v neorientirani elektro pločevini. Vzorce dveh jekel, primerjalnega jekla brez antimona in jekla, mikrolegiranega z 0,052 % antimona, smo žarili v svinčevi kopeli v temperaturnem območju od 700 do 800°C pri različnih časih, od 1 do 60 minut.

Izmerili smo poprečno velikost zrn in kinetiko procesa rasti rekristaliziranih zrn.

Ključne besede: neorientirana elektro pločevina, primarna rekristalizacija, kinetika rasti rekristaliziranih zrn

The aim of our investigation was to determine the effect of antimony on the kinetics of recrystallized grain growth in cold rolled non-oriented silicon steel sheets.

The samples of both steels; manufactured from the same base material, steel doped with antimony and comparing steel without antimony, were annealed in lead bath in the temperature range from 700 to 800°C, for 1 to 60 minutes. The average grain size and kinetics of recrystallized grain growth were investigated.

Key words: non-oriented silicon steel sheet, primary recrystallization, kinetics of recrystallized grain growth

1 Uvod

V sklopu raziskovalnega dela, ki je namenjeno predvsem zmanjšanju vatnih izgub neorientirane elektro pločevine, smo raziskali kinetiko rekristalizacije v razogljichenem silicijevem jeklu, z 0,052 % antimona in brez antimona.

Majhen dodatek antimona v silicijevem jeklu za neorientirano elektro pločevino ugodno vpliva na znižanje vatnih izgub. Antimon vpliva na orientacijo kristalnih zrn tako, da zmanjšuje število zrn, ki so s stališča magnetenja najbolj neugodna. Antimon sodi med površinsko aktivne elemente, ki segregirajo oziroma se adsorbirajo na prostih površinah in s tem vplivajo na rekristalizacijo in razvoj teksture¹.

V prispevku je opisana kinetika procesov v temperaturnem intervalu od 700 do 800°C, ko potekajo procesi rekristalizacije in rasti zrn.

2 Eksperimentalno delo

Analize in preiskave so bile izvršene na trakovih elektro pločevini, ki je bila izdelana iz jekla, mikrolegiranega z 0,052 % antimona in primerjalnega jekla.

Jekli sta bili izdelani s taljenjem v laboratorijski indukcijski peči na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije. Trakovi elektro pločevin so bili izdelani z vročim valjanjem do debeline 2,5 mm, hladno valjani do debeline 1,2 mm, žarjeni za razogljichenje in rekristalizacijo in nato hladno valjani do končne debeline 0,5 mm s 60 % stopnjo hladne deformacije.

Iz tako pripravljene pločevine smo izrezali vzorce, ki smo jih žarili v svinčevi kopeli v temperaturnem intervalu od 700 do 800°C pri različnih časih, od 1 do 60 minut.

Izdelali smo metalografske obruse, na katerih smo izvršili standardne preiskave. Izmerili smo velikost zrn in določili mikrostrukturo.

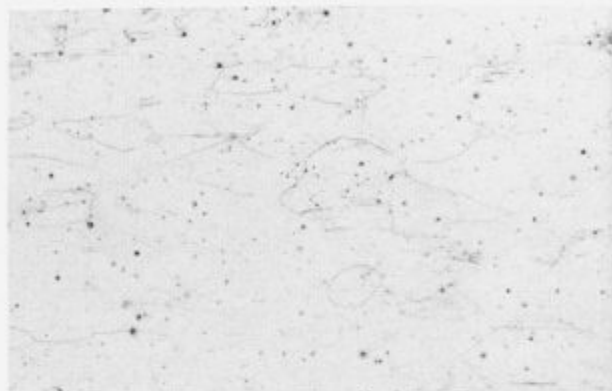
Velikost zrn smo opredelili po metodi določevanja poprečne površine zrn.

3 Rezultati in diskusija

3.1 Mikromorfologija rasti zrn

Mikrostruktura po hladnem valjanju je, v nelegiranem primerjalnem jeklu in tudi v jeklu, mikrolegiranem z antimonom, sestavljena iz podolgovatih zrn ferita (sliki 1 in 2). V tako

deformiranem jeklu je nemogoče realno opredeliti velikost zrn, lahko pa z jedkanjem dobimo jasno razločne kristalne meje.



Slika 1: Mikrostruktura hladno valjanega, nelegiranega jekla (jedkano z nitalom, povečava 100×)

Figure 1: Microstructure of cold rolled nonalloyed steel (Etchant: Nital, magnification 100×)



Slika 2: Mikrostruktura hladno valjanega jekla, legiranega z 0,052 % Sb (jedkano z nitalom, povečava 100×)

Figure 2: Microstructure of cold rolled antimony alloyed steel (Etchant: Nital, magnification 100×)

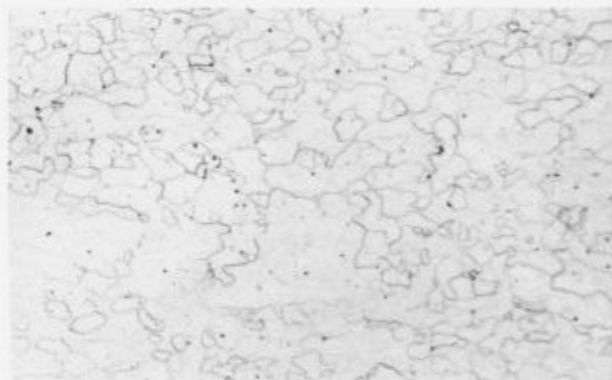
Pri močnejšem jedkanju se v nekaterih zrnih pokaže rebrasta podstruktura. V vzorcih primerjalnega jekla je mikrostruktura po kratkih časih žarjenja, to je po 1 minuti, pri temperaturah žarjenja od 700 do 800°C, sestavljena iz rekristaliziranih zrn in posameznih nerekrystaliziranih področij (slika 3a). Po dveh minutah žarjenja najdemo le še majhen delež nerekrystalizirane osnove, po petih minutah pa je rekristalizacija končana.

Pri jeklu, ki je mikrolegirano z antimonom, je proces rekristalizacije hitrejši, saj je mikrostruktura po žarjenju pri kratkih časih in temperaturah od 700 do 750°C sestavljena iz rekristaliziranih in nerekrystaliziranih zrn (slika 4a), medtem ko je rekristalizacija pri temperaturah nad 750°C tudi pri kratkih časih v celoti končana.

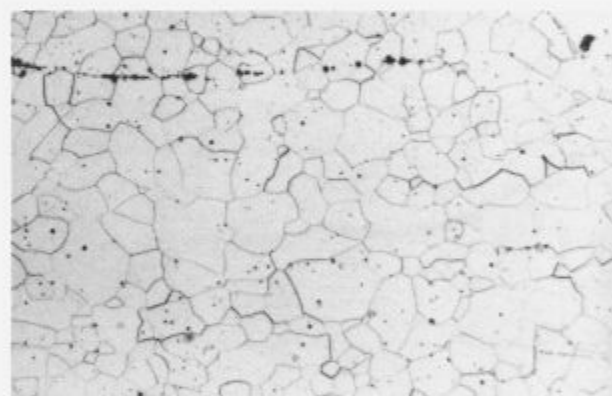
Mikromorfološke značilnosti rasti kristalnih zrn so vse večja in vse bolj poligonala kristalna zrna, čim daljše je žarjenje in čim višja je temperatura (sliki 3b in 4b).

3.2 Kinetika rasti rekristaliziranih zrn

Rast rekristaliziranih zrn smo opredelili v temperaturnem področju od 700 in 800°C, ker se pri temperaturah nižjih od 700°C lahko razvijajo velika prizmatična zrna kot posledica "in situ" rekristalizacije z rastjo poligonizacijskih zrn, ki je omejena s plastasto porazdelitvijo karbidne faze, nastale zaradi nizke temperature vročega valjanja².



a)



b)

Slika 3: Mikrostruktura nelegiranega jekla (jedkano z nitalom, povečava 100×) a) žarjeno; 700°C, 1 min. b) žarjeno; 800°C, 60 min.

Figure 3: Microstructure of nonalloyed steel (Etchant: Nital, magnification 100×) a) heated; 700°C, 1 min. b) heated; 800°C, 60 min.

Pri višjih temperaturah od 800°C se lahko pojavi anormalna rast zrn, zaradi anizotropije v energiji kristalnih mej³.

Odvisnost med trajanjem žarjenja in velikostjo zrn za primerjalno jeklo in jeklo z dodatkom antimona, je prikazana v linearnih koordinatah (slika 5) in v semiparaboličnih koordinatah (slika 6). Kinetika rekristalizacije v obeh primerih sledi isti zakonitosti, ki jo opisuje enačba 1;

$$d = K_p \cdot t^n + d_0 \quad (1)$$

kjer pomeni:

d - velikost zrn

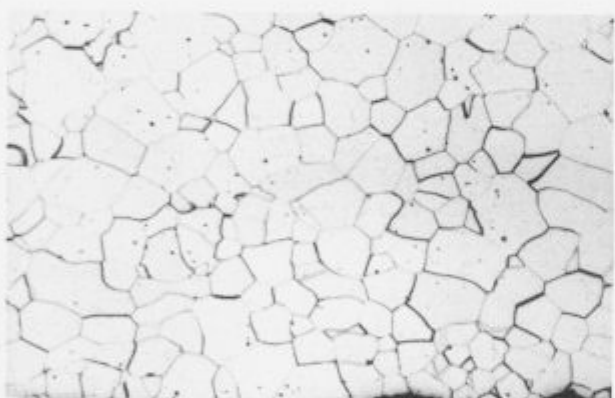
d_0 - konstanta-Burke⁴ jo označuje kot velikost zrn po rekristalizaciji

K_p - parabolična konstanta rasti

t - čas žarjenja



a)



b)

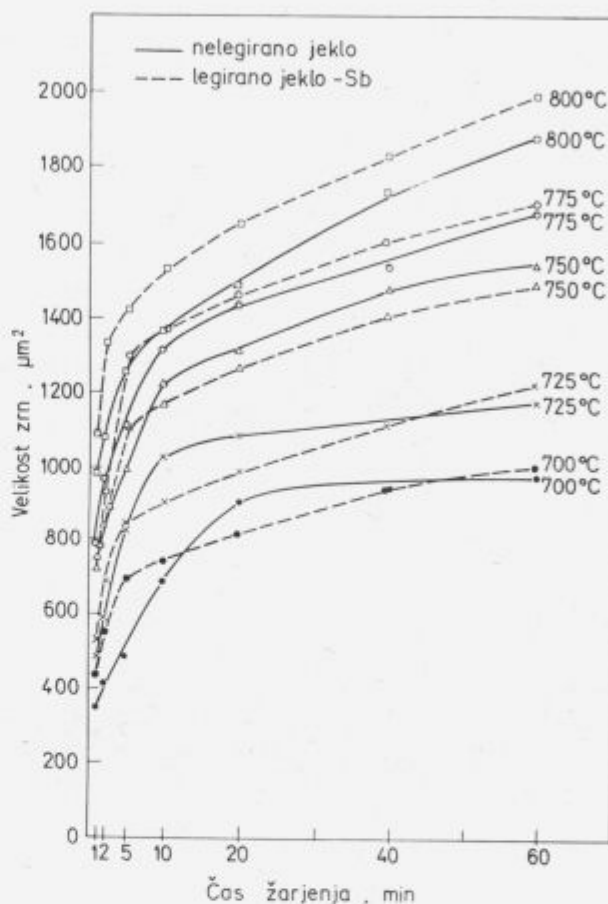
Slika 4: Mikrostruktura jekla, legiranega z 0,052 % Sb (jedkano z nitalom, povečava 100 \times) a) žarjeno; 700°C, 1 min. b) žarjeno; 800°C, 60 min.

Figure 4: Microstructure of antimony alloyed steel (Etchant: Nital, magnification 100 \times) a) annealed; 1 min. at 700°C b) annealed; 60 min. at 800°C

Za jekla s podobno sestavo zasledimo v literaturi^{3,5,6} podatek o vrednosti eksponenta $n = 1/2$, kar je eksperimentalno določeno iz serije raziskav in kaže parabolično kinetiko rasti rekristaliziranih zrn. Po teoriji, ki sta jo postavila Burke in Turnbull⁴ je kinetika rasti zrn, ki jo opisuje parabola dokaz, da je gonilna sila za rast zrn razlika v ukrivljenosti meje zrna.

Po tej teoriji transport atomov preko meje poteka v smeri središča ukrivljenosti, torej konkavna meja napreduje na račun konveksne. Kinetika rasti zrn kaže, da se pri kritičnem času žarjenja pojavi prelom na kinetični krivulji, po katerem je hitrost rasti zrn manjša.

Zanesljive razlage preloma še nimamo. Pred časom je bila predložena hipoteza, da se hitrost rasti rekristaliziranih zrn v jeklu s podobno sestavo zmanjša, ko doseže količina ogljika v trdni raztopini ferita neko določeno vrednost⁷.



Slika 5: Odvisnost velikosti zrn od časa žarjenja za legirano in nelegirano jeklo

Figure 5: Relationship between average grain size and annealing time for antimony alloyed and nonalloyed steel

Na **sliki 7** je prikazana odvisnost med obratno vrednostjo temperature in naravnim logaritmom paraboličnih konstant rasti K_{pA} in K_{pB} , ki sta izračunani iz naklona kinetičnih krivulj (**slika 6**).

K_{pA} predstavlja nagib krivulj pri krajših časih žarjenja, K_{pB} pa pri daljših časih.

Obstajata torej dve fazi rasti zrn, hitrejša po krajših časih in počasnejša po daljših časih žarjenja na določeni temperaturi.

Rast zrn je termično aktiviran proces, zato spremembo hitrosti rasti s spreminjanjem temperature opisuje Arrheniusova enačba,

$$v_r = k_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R \cdot T}\right) \quad (2)$$

kjer pomeni:

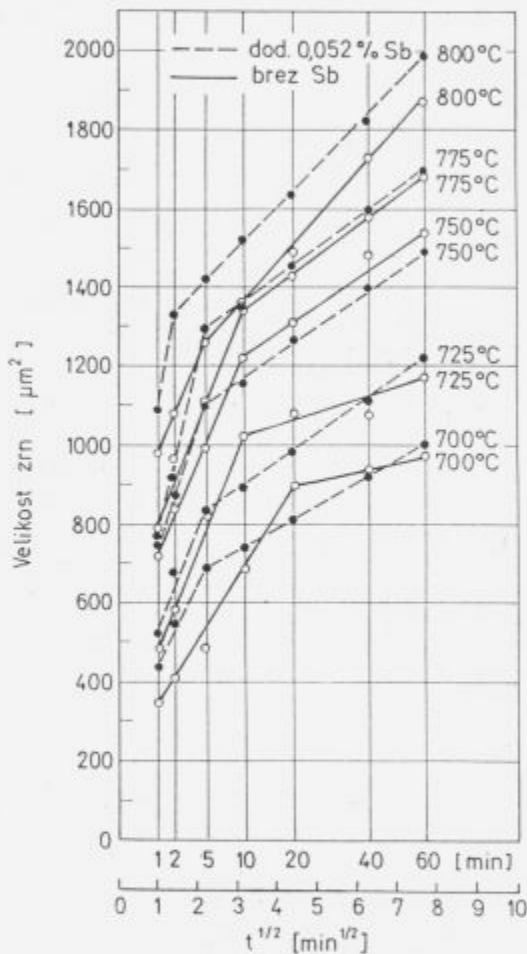
v_r hitrost rasti rekristaliziranih zrn

k_0 konstanta (frekvenčni faktor)

Q aktivacijska energija

T temperatura

R splošna plinska konstanta



Slika 6: Odvisnost velikosti zrn od časa žarjenja za legirano in nelegirano jeklo

Figure 6: Relationship between average grain size and heating time for antimony alloyed and nonalloyed steel

Enačbo 2 logaritmiramo in priredimo za dve temperaturi T_1 in T_2 :

$$\ln v_{r1} = \ln k_0 - (Q / R \cdot T_1) \quad (3)$$

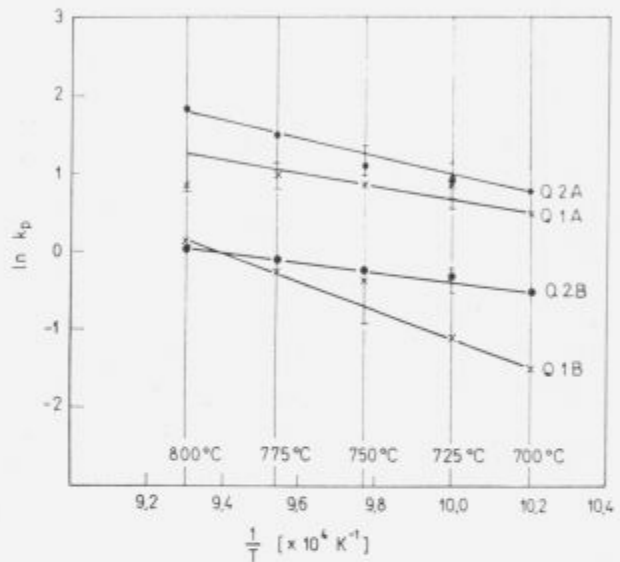
$$\ln v_{r2} = \ln k_0 - (Q / R \cdot T_2) \quad (4)$$

Enačbi 3 in 4 odštejemo in dobimo enačbo 5,

$$\ln (v_{r1} / v_{r2}) = Q / R \cdot (1 / T_2 - 1 / T_1) \quad (5)$$

iz katere lahko izračunamo aktivacijsko energijo procesa, ki v bistvu predstavlja smerni koeficient premice (slika 7) in je značilna za najpočasnejšo reakcijo, ki proces tudi krmili.

Poprečna velikost zrn je bila po končanem žarjenju za rast rekristaliziranih zrn vedno večja v jeklu, mikrolegiranem z antimonom. Razen tega, da se pri jeklu brez antimona rast zrn pri temperaturah nad 750°C nekoliko upočasnjuje, ni bistvene razlike v sami kinetiki procesa rasti rekristaliziranih zrn v obeh jeklih.



Slika 7: Odvisnost logaritmov konstant rasti Kp_A in Kp_B od obratne vrednosti temperature za legirano in nelegirano jeklo

Figure 7: Relationship between logarithm values of constants Kp_A and Kp_B and mutual value of temperature

4 Zaključki

Nukleacija in rast rekristaliziranih zrn sta selektivni, zato rekristalizacija v trakovih obeh jekel ni homogen proces.

Nerekristalizirani deli kovine se ohranjajo dlje v primerjalnem jeklu, to je v jeklu brez dodatka antimona. Razlog za to je poprava, ki v nekaterih zrnih zniža gonilno energijo za rekristalizacijo.

Pri višjih temperaturah in daljših časih žarjenja je proces rekristalizacije hitre in vpliv antimona se kaže v večji poprečni velikosti zrn po rekristalizaciji, kar lahko povežemo z dejstvom, da antimon segregira po prostih površinah in s tem zavira nastanek rekristalizacijskih kalijev. Manjše število zrn pa raste intenzivneje.

V obeh vrstah jekla lahko rast rekristaliziranih zrn opišemo z enostavno parabolo in v obeh jeklih tudi zasledimo hitrejšo ter počasnejšo fazo rasti zrn; hitrejšo po kratkih in počasnejšo po daljših časih žarjenja.

Razlaga za to so lahko segregacije elementov nečistoč, ki se v jeklu lahko nahajajo, a jih v preiskovanih jeklih nismo analizirali.

Pri višjih temperaturah in daljših časih žarjenja sta rekristalizacija in rast rekristaliziranih zrn hitri. Zrna postajajo vse večja in vse bolj poliedrična. Tudi s poskusi pri najvišjih temperaturah žarjenja v obeh preiskovanih jeklih še nismo opazili pojava anormalne rasti zrn.

Obe jekli, mikrolegirano z antimonom in tudi primerjalno, kažeta enakomerno poligonalno feritno strukturo.

5 Literatura

- ¹ M. Jenko, F. Vodopivec, F. Grešovnik, B. Praček, M. Kern: Poročilo Metalurškega inštituta, 89-002/II
- ² F. Vodopivec: Železarski zbornik, 25, (1991), str. 13 - 19
- ³ F. Vodopivec, F. Marinšek, F. Grešovnik, O. Kärner: Železarski zbornik, 21, (1987), str. 29 - 37
- ⁴ J.E. Burke, T. Turnbull: Progr. Metal. Phys., 3, (1952), str. 220
- ⁵ F. Vodopivec, F. Marinšek: Steel Research, 57, (1986), 10, 531
- ⁶ H.V. Atkinson: Acta Metallurgica, 36, (1988), št. 3469
- ⁷ D. Hajnže: Diplomsko delo, Ljubljana, 1991