# Rekristalizacija in rast zrn pri žarjenju hladno valjanega jekla z 0.03C, 1.8Si, 0.3Mn, in 0.3Al

# UDK: 669.018.5:621.785.374:621.785.375 ASM/SLA: J23c, N2, M5h, N3m, AYb, 4-53

F. Vodopivec, F. Marinšek, F. Grešovnik in O. Kürner

# 1. CILJ IN NAČIN DELA

V sklopu raziskovalnega dela, namenjenega zmanjšanju anizotropije v vatnih izgubah med vzdolžno in prečno smerjo dinamo trakov, smo raziskali tudi mehanizem in kinetiko rekristalizacije. Vzorce iz industrijskih trakov z debelino 0,5 mm, izvaljanih iz vroče valjanih trakov z debelino 2,3 mm, smo žarili v svinčevi kopeli v temperaturnem intervalu 500 do 900 °C v presledkih po 50 °C. Iz dveh šarž so bili preizkušanci vzeti z glave in noge, iz ene pa le z glave.

Na žarjenih trakovih smo izvršili standardne preiskave: trdota, velikost zrn in mikrostruktura. Velikost zrn smo opredelili po metodi linearne intercepcije. Pri enakomernih zrnih daje ta metoda zelo dobro sliko velikosti; če pa so zrna neenakomerna, je nezanesljiva brez zelo velikega števila merjenj. Zato smo na nekaterih preizkušancih povprečno velikost zrn, ki je bila izmerjena v področjih z enakomernimi zrni, dopolnili tudi s štetjem zrn, ki so po velikosti in obliki močno odstopala od okolice in je bilo očitno, da so rastla nadpovprečno hitro. Za kontrolo hitrosti procesa, predvsem za kontrolo zmanjšanja deformacijske utrditve s popravo smo izmerili tudi trdoto po Vickersu.

# 2. REKRISTALIZACIJA

## 2.1 Nukleacija in rast rekristaliziranih zrn v deformiranem okolju

Po hladnem valjanju je mikrostruktura iz podolgovatih zrn ferita; med njimi so plasti drobnih perlitnih zrn, ki jih na vzdolžnem preseku vidimo kot vzporedne nize drobnih zrn. Redkeje najdemo tudi drobne nize



Slika 1 Pov. 200 × . Hladno valjan trak 4503 N Fig. 1 Magn. 200 × . Cold rolled strip 4503 N



Slika 2 Pov. 200×. Hladno valjan trak 9134 N Fig. 2 Magn. 200×. Cold rolled strip 9134 N

sulfidnih vključkov, bolj so pogosta poljedrična oksidna zrna. V hladno deformiranem jeklu ni mogoče realno opredeliti velikosti zrn, pač pa se dobro razločijo njihove meje (sl. 1). Pri močnejšem jedkanju se v nekaterih podolgovatih zrnih pokaže rebrasta podstruktura (sl. 2). Paketi drsnih lamel-rebra ležijo pod naklonom, ki je simetričen glede na ravnino valjanja. Periodična substruktura kaže, da se pri hladnem valjanju s kombinacijo translacije in rotacije razvije taka deformacijska tekstura, da je v ravnini valjanja povečana gostota ploskev (100) in (111) ter zmanjšana gostota ploskev (110) (1). Prva rekristalizirana zrna najdemo v deformiranih zrnih, ki se močneje jedkajo kot okolica. Nastajajo v predelu kristalnih mej. Ni videti, da bi se rekristalizacija pogosteje začenjala ob perlitnih zrnih, četudi so ta zrna tolika, da bi lahko olajšala kalitev (2), pač pa se pogostoma kali rekristalizacije najdejo ob sulfidnih vključkih v nizih. Ni videti, da bi v enakih drugih pogojih kalitev bila hitrejša v zrnih, kjer poševni paketi drsnih lamel kažejo na valjalniško teksturo. Tudi ni videti, da bi do kalitve prišlo hitreje ob razogljičeni površini kot v notranjosti traka. Vse te značilnosti procesa kalitve rekristaliziranih zrn v deformiranem okolju vidimo pri pazljivem opazovanju na slikah 3 in 4.

V nadaljevanju žarjenja rekristalizacija napreduje predvsem v nizih zgodnje nukleacije, medtem ko v sosednjih zrnih ni videti sprememb v optičnem mikroskopu. Delno rekristalizirana mikrostruktura je zato iz podolgovatih polj drobnih rekristaliziranih zrn in polj nerekristalizirane kovine (sl. 5).

Deformirana zrna v rekristaliziranem okolju najdemo v enakih drugih pogojih v notranjosti in ob površini





Magn. 200 ×. Strip 4495 N, annealed 5 min. at 650 °C



Slika 4 Pov. 500×. Trak 4495 G, žarjen 2 min. pri 650 °C Fig. 4

Magn. 500 ×. Strip 4495 G, annealed 2 min. at 650 °C



Slika 5 Pov. 500×. Trak 4495 N, žarjen 3 min. pri 650 °C Fig. 5



traka (sl. 6). Včasih se meja rekristaliziranega zrna naslanja na niz cementitnih zrn, drugod na meji ni v optičnem mikroskopu opaziti ničesar, nizi cementitnih zrn pa so celo v notranjosti rekristaliziranih zrn (sl. 7). Posamična nerekristalizirana zrna, ki so ohranila od hladnega valjanja podolgovato obliko, najdemo v jeklu še precej po tem, ko je okolica popolnoma rekristalizirana, na primer še po 10 min. žarjenja pri 600 in 650° C. To je močan dokaz stabilnosti teh zrn. Zanimivo je, da imajo vsa rekristalizirana zrna, ki se naslanjajo na posamična mnogo večja nerekristalizirana zrna, konveksno površino (sl. 8). Iz teorije o rasti zrn vemo, da se premika kristalna meja iz zrna s konkavno v zrno s konveksno mejo (3). Zato je ukrivljenost meje znak stabilnosti podolgovatih nerekristaliziranih zrn. O tej stabilnosti bomo razpravljali nekoliko kasneje.

Po končani rekristalizaciji je oblika zrn podolgovata in neravnotežna ter močno odstopa od idealne šesterokotne. V nekaterih primerih so bila po končani rekristalizaciji večja rekristalizirana zrna ob površini, v drugih pa v notranjosti traku. Razlika pa je bila majhna, zato nismo iskali njenega vzroka. Osnovne značilnosti procesa rekristalizacije je mogoče razpoznati pri žarjenju pri temperaturah 600 in 650 °C. Pri 550 °C ni nobene rekristalizacije tudi še po 60-min. žarjenju. Pri 700 °C je proces rekristalizacije mnogo hitrejši, že po 2 min. je rekristalizacija dosegla 99%. Tudi pri tej temperaturi smo



Slika 6 Pov. 200 × . Trak 4503 N, žarjen 5 min. pri 650 °C Fig. 6 Magn. 200 × . Strip 4503 N, annealed 5 min. at 650 °C



Pov. 500 × . Trak 4495 N, žarjen 10 min. pri 650 °C Fig. 7

Magn. 500 × . Strip 4495 N, annealed 10 min. at 650 °C

30

Slika 8 Pov. 500 × . Trak 4495 N, žarjen 5 min. pri 700 °C

Fig. 8 Magn. 500 × . Strip 4495 N, annealed 5 min. at 700 °C



Slika 9 Pov. 200 × . Trak 4503 G, žarjen 2 min. pri 700 °C Fig. 9 Magn. 200 × . Strip 4503 G, annealed 2 min. at 700 °C

našli posamična nerekristalizirana zrna ob razogljičeni površini in v notranjosti traka (sl. 9).

Po rekristalizaciji pri 700 °C so bila zrna bolj poligonalne oblike, kot pri nižjih temperaturah in podobnih časih. To kaže, da z rekristalizacijo nastajajo zrna s popolnejšo poligonalno obliko ali da se prvotna oblika rekristaliziranih zrn spremeni in bolj približa poligonalni. Zadnje se nam zdi bolj verjetno. Kot posebno zanimivost velja omeniti, da so se najbolj pogosto prav pri 700°C posamična podolgovata zrna porazdelila v manjša zrna z izrazito podolgovato, na vzdolžnem preseku traka valjasto obliko (sl. 10). Dve meji sta v ravnini valjanja omejeni z nizi cementitnih zrn, dve meji pa sta pravokotni nanjo, torej pokončni na daljšo os prvotnih zrn. Natančno opazovanje pokaže, da se nekatere vodoravne meje naslanjajo na cementitne nize, drugod pa zrna nemoteno rastejo preko njih. Kristalna meja lahko prekorači pregrado, ki jo predstavlja niz karbidnih ali drugih zrn, pri neki oddaljenosti zrn v pregradi in razliki v notranji energiji med zrnoma, ki sta udeležena v procesu premika (3). Da ne bi razpravo o tem širili, velja omeniti, da najdemo v dinamo jeklu pogoje za oboje, za stabilne in nestabilne pregrade, in je učinek pregrade odvisen od temperature in od trajanja žarjenja.

Nismo našli neposrednega dokaza za razlago, kako nastane kristalna meja valjastega zrna, ki je pravokotna na podolžno os prvotnih zrn. Za primer, ko take meje nastanejo med valjanjem jekla v dvofaznem področju avstenita in ferita, je razlaga poznana (4), vendar je za proces rekristalizacije ni mogoče uporabiti, ker temelji na prisotnosti obeh faz. Pokončna meja valjastih zrn skoraj gotovo ni produkt klasične rekristalizacije, verjetno se izoblikuje v procesu rasti valjastega zrna v pogojih, ko lateralno rast omejujeta cementitni pregradi in rekristalizirani matriks. Oblika kaže, da je proces rekristalizacije ali drugega načina odprave deformacijske utrditve omejen na notranjost posameznih zrn.

Pri temperaturah nad 700 °C je bila rekristalizacija končana hitreje, kot je trajalo najkrajše žarjenje (30 sek. v svinčeni kopeli), zato iz mikrostrukture ni mogoče razpoznati značilnosti procesa začetka rekristalizacije. Oblika zrn po najkrajšem žarjenju je zelo poligonalna (sl. 11), šesterokotnost pa tem popolnejša, čim višja je bila temperatura žarjenja.

Poskusimo najti razlago za stabilnost posamičnih zrn, ki po končani rekristalizaciji okolice ohranijo podolgovato obliko, dobljeno pri valjanju. Pred rekristalizacijo in med njo poteka tudi poprava. Meritve trdote,



Slika 10 Pov. 500 × . Trak 4495 N, žarjen 30 min. pri 700 °C

Fig. 10 Magn. 500 × . Strip 4495 N, annealed 30 min. at 700 °C



Fig. 11 Magn. 200×. Strip 4482 G, annealed 1 min. at 750 °C o katerih bomo razpravljali kasneje, kažejo, da poprava, torej izločanje deformacijske utrditve brez spremembe oblike kristalnih zrn, lahko zmanjša trdoto skoraj toliko kot rekristalizacija. To pove, da je poprava v ugodnih pogojih proces mehčanja, ki je skoraj tako učinkovit kot rekristalizacija, le da poteka že pri nižji temperaturi, ko rekristalizacije ni ali je zanemarljiva. Logična je zato predpostavka, da je stabilnost podolgovatih zrn v rekristaliziranem matriksu rezultat poprave. Ta toliko zmanjša deformacijsko utrditev, da se v času, ki je bil na voljo pri določeni temperaturi, rekristalizacija še ni mogla začeti. Ko poprava zmanjša deformacijsko utrditev na približno isti nivo kot v rekristalizirani okolici, ni več močne gonilne sile za rekristalizacijo. V podolgovatih zrnih se s popravo izoblikuje poligonizirana substruktura. Mogoče se dislokacije uredijo v pregrade, ki so pokončne na dolgo os nerekristaliziranih zrn, iz njih se v kasnejši fazi razvijejo že omenjene pokončne meje valjastih zrn. Sčasoma postanejo podolgovata zrna nestabilna zato, ker je pri njih preveliko razmerje med površinsko in celotno energijo, kar po teoriji pomeni tudi manjšo stabilnost v primerjavi z okolišnimi rekristaliziranimi zrni, ko ta dosežejo določeno velikost (3). Zato pri neki velikosti rekristalizirani matriks požre podolgovata zrna. Zadnjo fazo rekristalizacije lahko nekoliko zadržijo pregrade iz cementitnih zrn. Nismo uspeli opredeliti, ali je stabilnost podolgovatih zrn povezana s prostorsko orientacijo, ki mogoče olajša proces poprave, ali je samo posledica statističnega začetka procesa rekristalizacije, ki se nekje začne takoj, drugod pa se malo zamudi in da popravi priliko, da zmanjša utrditev kovine v posamičnih zrnih, kar seveda nazaj zadrži rekristalizacijo.

Omenili smo že, da je proces rekristalizacije zelo hiter pri temperaturi 750 °C in višje. Dokaz, da je tudi pri visoki temperaturi enak ali podoben kot pri nizki, je v dejstvu, da najdemo tudi pri 850 °C posamična valjasta zrna, ki so produkt rekristalizacije, omejene na notranjost deformiranega zrna.

#### 2.1 Kinetika rekristalizacije

Kinetiko rekristalizacije smo opredelili z meritvami trdote. Na slikah 12, 13 in 14 je prikazana evolucija trdote pri žarjenju jekel pri temperaturah 600, 650 in 700°C. Pri 750°C in višje so jekla dosegla naravno trdoto (ta je odvisna od sestave, velikosti kristalnih zrn in





Reduction of steel hardness in annealing at 650°C



količine ogljika) že po 30 sek. žarjenja, zato diagrami ne povedo ničesar. Pri najnižji temperaturi žarjenja 550°C praktično ni zmanjšanja trdote, kar seveda pomeni, da ni ne poprave in ne rekristalizacije. Pri temperaturi 600 °C se v vseh jeklih trdota približno linearno zmanjšuje s trajanjem žarjenja. Mikrostruktura kaže, da tudi po 60 min. žarjenja rekristalizacija pri tej temperaturi ni dosegla 50 %, zato gre del izločanja deformacijske energije na račun izločanja utrditve s popravo. Da je to res, se vidi tudi po tem, da je kinetika izločanja deformacijske energije enaka tudi pri kratkih žarjenjih, ko rekristalizacije praktično ni. Po 60 min. žarjenja dosega trdota v povprečju okoli 200 HV. Pri 650 in 700 °C, ko je rekristalizacija praktično popolna in sta še zanemarljiva rast zrn in razogljičenje, dosega trdota okoli 180 HV in je nekoliko manjša tudi zaradi sferoidizacije cementita. Majhna razlika v trdoti po 60 min. žarjenja pri 600, 650 in 700°C je potrdilo za predpostavko, da je prav učinkovita poprava vzrok za stabilnost posamičnih nerekristaliziranih zrn pri žarjenju jekla pri temperaturah počasne rekristalizacije. Odvisnost med trdoto in trajanjem žarjenja je podobna pri 650 in 700°C, vendar se, razumljivo, končna trdota hitreje doseže pri višji temperaturi. Sodeč po trdoti je hitrost rekristalizacije v vseh

jeklih praktično enaka, različne trdote v začetku ali po žarjenju so posledica različne deformacijske utrditve zaradi razlik v sestavi, enaka je tudi razlaga za razlike v končni trdoti. Verjetno precej prispevajo k razlikam v trdoti tudi količina in porazdelitev cementita v trakovih. Na to možnost kažejo relativno velika odstopanja med meritvami na trakovih, posebno na tistih, ki so bili rekristalizirani pri višjih temperaturah.

# 3, RAST REKRISTALIZIRANIH ZRN

# 3.1 Morfologija rasti

Rekristalizirana zrna niso vsa enako stabilna. Stabilnost je povezana z velikostjo, obliko (poliedrična, podolgovata) in s številom kristalnih mej. Zrna z več stranicami rastejo, zrna z manj stranicami pa izginjajo (3). Zrna, ki imajo konkavno mejo, rastejo v zrna, ki imajo konveksno mejo, če ni kake pregrade, ki bi ustavila migracijo kristalne meje.

Pri žarjenju dinamo traka za rekristalizacijo opazimo štiri oblike rasti kristalnih zrn. Eno je rast v deformiranem matriksu, ki je nismo merili in o njej ne bomo razpravljali. Drugo je vsesplošna in zvezna rast zrn, pri kateri izginjajo prvotna rekristalizirana zrna zato, ker so imela neravnotežno obliko (so bila preveč sploščena, so imela premalo stranic) ali pa so bila premajhna in so imela zato veliko razmerje površinske energije proti celotni energiji. Tretji proces je zelo pospešena rast posamičnih zrn, poimenovali bi jo lahko kot sekundarno rekristalizacijo posamičnih zrn. Najprej s koalescenco dveh zrn, med katerima je zelo majhna razlika v prostorski orientaciji in sta zato ločena z malokotno kristalno mejo, nastane novo zrno, ki je mnogo večje, kot zrna v okolici. Tako zrno ima zato manjše razmerje med površinsko in celotno energijo, je termodinamično bolj stabilno, zato požira manjša zrna v okolici. Na slikah 15 in 16 je prikazana faza koalescence kristalnih zrn s površino blizu lege (001) in (113). Veliko podobnost v prostorski orientaciji kristalne mreže v obeh zrnih, ki se zlivata, potrjuje enaka oblika jedkalnih figur in naklon njihovih robov, glede na isto referenčno smer. Pospešeno rast posamičnih zrn opazimo v dinamo jeklu pri temperaturi 750 °C, pri 800 °C pa je že zelo intenzivna v vseh trakovih. Hitro rastoča posamična zrna najdemo na površini, tik ob površini in v notranjosti (sl. 17), ven-



Slika 15 Pov. 500 × . Trak 9134 N, žarjen na industrijski liniji, koalescenca dveh zrn z rombastimi jedkalnimi figurami

Magn. 500 × . Strip 9134 N, annealed in industrial line, coalescence of two grains with rhombic etching pits



Slika 16 Pov. 300 × . Trak 9135 N, žarjen na industrijski liniji, koalescenca dveh zrn s trikotnimi jedkalnimi figurami







dar bolj pogosto na površini. Značilno zanje je, da imajo številne in konkavne meje z manjšimi sosedi. V notranjosti traka najdemo hitro rastoča zrna na mestih, kjer je manjša gostota cementitnih zrn. Pospešena rast posamičnih zrn je odvisna od dveh pogojev: od slučaja, ki pripelje v kontakt dve zrni s podobno prostorsko orientacijo, in od možnosti za rast zlitega zrna na račun sosedov.

Čim daljše je žarjenje, tem večja je možnost, da se bosta v procesu enakomerne rasti vseh zrn srečali dve zrni, ki sta ločeni z malokotno kristalno mejo. Zato število posamičnih hitro rastočih zrn raste s podaljšanjem trajanja žarjenja. Podoben je vpliv povišanja temperature, ki omogoči, da koalescenca premaga večje razlike v prostorski orientaciji kristalnih zrn. Čim več zrn ima prostorsko orientacijo, ki je blizu teksture rekristalizacije, tem večja je verjetnost, da bodo sosedna zrna ločena z malokotno mejo, torej več bo koalescence in centrov hitre rasti. Zato lahko pričakujemo več pospešene rasti v traku z rekristalizacijsko teksturo, in to je tudi osnovni vzrok za to, da so v teksturiranih gradivih večja kristalna zrna.

Fig. 15

Posamična hitro rastoča kristalna zrna so zrna z največjo bodočnostjo, saj bodo končno požrla vse sosede. Zato je zelo važno, da se opredeli, kakšna je njihova prostorska orientacija. Jedkalne figure so imele v 90 % primerov v velikih zrnih trikotno obliko, le posamična zrna so imela lego blizu kockaste ali rebraste. Polarna figura za ploskev (001), določena iz jedkalnih figur, v hitro rastočih zrnih v industrijsko izdelanem traku je pokazala, da je gostota polov v kockasti in rebrasti legi zelo majhna, nasprotno pa je gostota polov velika na področju ploskev, ki so izpeljane iz oktaedrske (1) in so neželene. To se ujema z virom 5, kjer najdemo podatek, da je tekstura rekristalizacije (111) [112].

Cetrti proces rasti zrn je hitra vsesplošna rast zrn, lahko bi rekli vsesplošna sekundarna rekristalizacija, ki jo sproži razogljičenje jekla. Razogljičenje je intenzivno od temperature 800 °C naprej, zato to obliko rasti opazimo tudi od te temperature dalje, ko je tudi velika gibljivost atomov v kristalni mreži. Že pri nižji temperaturi najdemo včasih v razogljičenem sloju skupine večjih zrn, vendar bi težko ta proces okarakterizirali kot hitro rast, saj jih najdemo šele po polurnem žarjenju. Odvisno od lokalnih prilik in od pogojev žarjenja so zrna v razogljičenem sloju samo nekoliko večja kot v notranjosti (sl. 18), stebrasta (sl. 19) ali pa mešane velikosti in oblike. Razogljičenje pri žarjenju v svinčeni kopeli ni bilo enakomerno. Ponekod je bilo po istem žarjenju jeklo razogljičeno po celi debelini traku, nekaj mm proč pa je bil razogljičen le površinski sloj, zato so bila zrna v notranjosti mnogo manjša kot ob površini. To je razlog, da je bila velikost zrn v vzorcih, žarjenih pri 850 in 900 °C, 10 in več minut precej heterogena.

Pri temperaturah 850 in 900 °C se cementitna zrna raztopijo in okoli njih nastane majhno polje avstenita, ki je bogato z ogljikom in ga razpoznamo po tem, da premeni pri ohlajanju v perlit ali v martenzit. Avstenitna zrna so večja od cementitnih, iz katerih so nastala, so nad velikostjo mikrona, pri kateri glede na količino avstenita lahko pričakujemo, da bi lahko zavirala migracijo mej feritnih zrn. Proti pričakovanju je bila v temperaturnem področju obstojnosti avstenita rast zrn podobno inhibirana, kot v področju cementita. (O tem bo več govora nekoliko pozneje.)

Velja končno še omeniti, da včasih zavirajo migracijo mej feritnih zrn tudi drobni vključki manganovega sulfida, ki so v jeklu v obliki plasti zaradi nizke temperature valjanja traka. V industrijsko žarjenem traku naj-



Slika 18 Pov. 200 × . Trak 4495 N, žarjen 5 min. pri 900 °C Fig. 18 Magn. 200 × . Strip 4495 N, annealed 5 min. at 900 °C



Slika 19 Pov. 200 × . Trak 4503 G, žarjen 3 min. pri 900 °C

Fig. 19 Magn. 200 × . Strip 4503 G, annealed 3 min. at 900 °C



Osnovna področja evolucije mikrostrukture pri žarjenju hladno valjanih trakov

#### Fig. 20 Basic regions of the microstructure evolution in annealing cold rolled strips

demo primere, ko feritna meja brez motnje prekorači niz vključkov, drugod pa se ob njem ustavi, kljub temu da je na obeh straneh meje feritno zrno različne velikosti, torej tudi različne stabilnosti. Sulfidov pa je v jeklu relativno malo in njihov vpliv v procesu izoblikovanja mikrostrukture jekla ni pomemben.

Zaradi boljše predstave o dogajanjih med žarjenjem hladno deformiranega jekla smo v sliko 20 vrisali meje področij, kjer potekajo posamični procesi.

# 3.2 Kinetika rasti rekristaliziranih zrn

Nad temperaturo 750°C so aktivni trije mehanizmi rasti rekristaliziranih zrn. Njihov proizvod je mikrostruktura z različno velikimi zrni ferita. Rekristalizirana zrna pod temperaturo 750°C niso popolnoma poligonalna. Zato daje intercepcijska dolžina le približno predstavo o realni velikosti, nič pa ne pove o intervalu velikosti zrn, razen če se izvrši na istem vzorcu zelo veliko število meritev. Vendar pa je intercepcijska dolžina dovolj zanesljiva, da je mogoče izmeriti hitrost rasti zrn in opredeliti vpliv temperature. Kot smo že omenili, smo nadpovprečno velika zrna ovrednotili s štetjem. To je bilo lahko do trenutka, ko so rastla v okolici drobnih zrn, skoraj nemogoče pa od trenutka naprej, ko so bila velika tudi zrna v matriksu, torej potem, ko je prišel do močnejše veljave vpliv razogljičenja na rast zrn.

Na sliki 21 je prikazana odvisnost med trajanjem izotermnega žarjenja (v parabolični abscisi) in linearno intercepcijsko dolžino za 1 trak, podatki o rasti zrn v drugih trakovih so v viru (1). V vseh primerih sledi rast zrn kvadratni parabolični zakonitosti  $d = k_1 t^{1/2} + d_0$ . V izrazu so: d - velikost zrn po času t, k1 - parabolična konstanta rasti, do - neka konstanta (velikost zrn po rekristalizaciji). Med jeklom v razogljičenem sloju in jeklom v notranjosti traku ni bilo v tej fazi izmerljive razlike v hitrosti rasti. Ko se temperatura rekristalizacije poveča, se v nekaterih primerih ohranja parabolična kinetika skozi vse trajanje žarjenja, v drugih primerih pa se krivulja prelomi in zrna so večja od tistih, ki bi jih dobili z ekstrapolacijo parabole. Vzrok je že omenjena vsesplošna hitra rast, ki jo inducira razogljičenje. Naklon premice v grafikonih izraža numerično vrednost parabolične konstante rasti in je značilen za vsako tem-



Kinetika enakomerne rasti rekristaliziranih zrn v traku 4495 G pri različnih temperaturah





Kinetika povečanja števila zrn z anormalno hitro rastjo v traku 4495 G pri različnih temperaturah



Kinetics of the increase of grain number with abnormally fast growth in the 4495 G strip at various temperatures



Slika 23

Vpliv temperature na hitrost splošne rasti rekristaliziranih zrn in na večanje števila zrn z anormalno hitro rastjo

Fig. 23 Influence of temperature on the rate og general growth of recrystalized grains, and on the increase of number of grains with an abnormally fast growth

peraturo. Rast zrn je toplotno aktiviran proces, zato parabolična konstanta raste s temperaturo po Arheniusovi eksponencialni odvisnosti  $k_1 = k_2 eksp(-Q/RT)$ , kjer so: Q - aktivacijska energija procesa rasti, T - temperature v °K, R - univerzalna plinska konstanta in k2 konstanta. Na sliki 23 je prikazana odvisnost med recipročno vrednostjo temperature in hitrostjo rasti, ki je izražena s parabolično konstanto. Točke v diagramu so določene kot povprečje meritev na treh šaržah in petih trakovih, zato so zanesljive. Kot je bilo pričakovati, je odvisnost značilna za termično aktivirane procese, vendar le do temperature 800 °C; nad to mejo je povprečna hitrost rasti mnogo manjša. Hitrost rasti je določena na osnovi paraboličnega dela kinetične krivulje, je torej zanesljiva za vse temperature, kjer je bilo te dele kinetike mogoče opredeliti, torej za vse temperature od 650 do 900°C, do časa, ko ni bilo izrazito hitre rasti zaradi razogljičenja. Prelom krivulje na sl. 23 zato ni posledica razogljičenja. Mogoči sta dve razlagi zmanjšanja hitrosti parabolične rasti zrn ferita nad temperaturo, ko se v jeklu cementit premeni v avstenit. Po prvi razlagi gre za neposreden vpliv avstenita, ki naj bi po Zenerjevem modelu zaviral migracijo kristalnih mej. Gostota avstenitnih zrn pa je za ta model mnogo premajhna in ni pričakovati, da bi bila lahko učinkovita, razen če avstenit nima tudi drugačnega efekta na rast, kot druge faze z zavornim učinkom. Druga razlaga je, da se zaradi višje temperature raztopi več ogljika v feritu in se zaradi tega sprevrže vpliv tega elementa na rast zrn. Taki primeri so znani iz drugih sistemov (6). Sedaj ni na voljo podatkov, na osnovi katerih bi lahko podprli enega od predlaganih ali kak drug model počasnejše parabolične rasti zrn pri temperaturah od 800°C naprej.

Slika 22 prikazuje, kako trajanje žarjenja in temperatura vplivata na število zrn z nadpovprečno velikostjo v enem od trakov. Število teh zrn raste po podobni parabolični zakonitosti, kot je splošna rast. To je logično, saj oba procesa ureja difuzivnost atomov železa.

Parabolična konstanta množenja velikih zrn raste s temperaturo žarjenja tudi po Arheniusovi odvisnosti (sl. 23). Za razliko od splošne rasti ni preloma nad 800 °C, ko pride jeklo v dvofazno področje. To je bilo pričakovano, saj velika zrna rastejo predvsem tam, kjer ni avstenita.

Analizirajmo nekoliko bolj podrobno sliko 23. Logaritem hitrosti vsesplošne rasti zrn in naraščanja števila velikih zrn sta proporcionalna recipročni vrednosti temperature. To je dokaz, da sta oba procesa resnično termično aktivirana in da hitrost odreja najpočasnejši proces, za katerega je značilna aktivacijska energija, ki jo predstavlja naklon premice. Realno vrednost aktivacijske energije dobimo le, če kinetiko predstavimo v pravi fizikalni obliki. Intercepcijska dolžina je zelo praktična, vendar ni realna fizikalna predstava velikosti zrn, saj je zrno prostorska tvorba in nepravilne oblike. Pravo merilo njegove rasti je sprememba povprečne prostornine v enoti časa. Ta sprememba je sorazmerna tretji potenci linearne velikosti oz. intercepcijske dolžine, če predpostavimo, da je zrno pravilne poliedrične oblike in raste v vseh smereh enakomerno. To pa se ne dogaja, saj rast ovirajo različne prepreke, na primer cementit in zrna ferita, ki so lahko bolj stabilna in zato rastejo hitreje. Vse to je vzrok, da iz kinetičnih podatkov, ki bazirajo na merjenju intercepcijske dolžine, dobimo le približno aktivacijsko energijo. Kinetiko enakomerne rasti zrn uravnava hitrost prestopa atomov železa iz zrna, ki se zmanjšuje, v zrno, ki raste preko skupne kristalne meje, torej difuzija atomov železa v feritu. Aktivacijska energija zanjo je 2.37.105 J/gram atom (7). Iz naklona premice, ki na sl. 24 predstavlja splošno rast, in z upoštevanjem idealne prostorninske rasti zrn izračunamo aktivacijsko energijo 1.71.105 J/gram atom. To je manj od aktivacijske energije za proces difuzije železa v feritu. Tudi za druge kovine se ugotavlja, da je aktivacijska energija za proces rasti rekristaliziranih zrn nižja od aktivacijske energije procesa samodifuzije (8).

Poglejmo, kaj pokaže podobna analiza hitrosti naraščanja števila velikih zrn. Premica, ki to kinetiko predstavlja na sl. 23, ima manjši naklon, to pomeni manjšo aktivacijsko energijo, 0,26.10<sup>5</sup> J/mol, ki je prava ali navidezna aktivacijska energija koalescence zrn, ki je začetna faza pospešene rasti posamičnih zrn ferita.

Rast posamičnih zrn je mogoča, če so izpolnjeni naslednji pogoji: kal v obliki zrna, ki je večje, torej zrno stabilnejše od zrn v okolici, primerna tekstura in področje kovine z malo ogljika. Ogljika je v trdni raztopini v feritu malo in po podatkih v viru 9 malo vpliva na migracijo mej feritnih zrn, zato sklepamo, da je potreben tretji dejavnik za rast odsotnost cementitnih in avstenitnih zrn v polju hitro rastočega zrna. V mikrostrukturi se razloči, da ležijo vsa velika zrna v področjih z malo cementita, da lahko cementi blokira migracijo kristalne meje in da je hitrost rasti zrn mnogo hitrejša v razogljičenih delih trakov. To so tri eksperimentalna dejstva, ki podpirajo utemeljenost sklepa, da je anormalno hitra rast posamičnih zrn mogoča le v jeklu z malo cementita, lahko pa tudi z malo ogljika v trdni raztopini v ogljiku.

#### SKLEPI

 Procesa nukleacije in rasti rekristaliziranih zrn v hladno deformiranem jeklu sta zelo selektivna, zato proces rekristalizacije v traku ni enakomeren, temveč poteka ponekod hitreje, drugod počasneje. Nerekristalizirani deli kovine se ohranjajo mnogo dlje, kot bi bilo pričakovati iz povprečne kinetike. Vzrok je poprava, ki v nekaterih zrnih toliko zniža gonilno energijo za rekristalizacijo, da ta ni več mogoča ali pa se izvrši na specifičen način. Pri višjih temperaturah je proces rekristalizacije zelo hiter in posebnosti ne pridejo do izraza, zato je proizvod rekristalizacije enakomerna in drobnozrnata mikrostruktura.

2. Rast rekristaliziranih zrn poteka po 4 mehanizmih. Prvi je rast v deformiranem okolju, drugi je vsesplošna rast, ki jo sproži energetsko manj ugodna oblika in različna velikost po rekristalizaciji, tretji je anormalno hitra rast posamičnih zrn v rekristaliziranem okolju, zadnji pa je vsesplošna rast zrn, ki jo inducira razogljičenje. Anormalno hitra rast posamičnih zrn se sproži v rekristaliziranih zrnih, ki imajo primerno prostorsko orientacijo in ležijo v okolju z malo cementita. Začetna stopnja tega procesa je koalescenca sosednjih zrn z zelo podobno prostorsko orientacijo.

3. Izotermna kinetika procesov splošne rasti rekristaliziranih zrn in povečanja števila anormalno hitro rastočih zrn je parabolične oblike. Temperaturna odvisnost splošne rasti se pri 800 °C prelomi in hitrost je nad to mejo manjša, kot bi bilo mogoče pričakovati iz ekstrapolacije od nižjih temperatur. To kaže, da je zadrževalni učinek cementita na migracijo mej manjši, kot je zadrževalni učinek avstenita, ki iz njega nastane nad premensko temperaturo, ali pa da vpliva na hitrost rasti količina ogljika, ki je raztopljen v feritu. Zmanjšanje količine ogljika oz. cementita z razogljičenjem sproži vsesplošno in zelo hitro rast kristalnih zrn.

#### Viri

- F. Vodopivec, F. Marinšek in F. Grešovnik: Poročilo MI Ljubljana, št. 034, 1984.
- T. Gladman, I. D. McIvor in F. B. Pickering: Journal of ISI 209, 1971, 380-390.
- Dj. Drobnjak: Fizička Metalurgija, TM Fakultet, Beograd, 1981.
- F. Vodopivec in M. Gabrovšek: Metals Technology 7, 1980, 186.
- A. C.Fielder: Journal of Mag. and Mag. Materials 26, 1982, 22.
- O. Dimitrov, R. Fromageau in C. Dimitrov: Effects of trace impurities on recrystallisation phenomena; v F. Haessner: Recrystallisation of Metallic Materials, dr. Riederer Verlag, Stutgart, 1978, st. 137.
- A. J. Ekstein: Wärmebehandlung von Stahl, Metallkundliche Anlagen, VEB Deutscher Verlag, Leipzig, 1971.
- F. Haessner in S. Hoffmann: Migration of high angle grain boundaries; v F. Haessner: Recrystallisation of Metallic Materials, dr. Riederer Velag, Stutgart, 1978, str. 63.
  C. Antonione, G. della Gatta, A. Lucci in G. Venturello:
- C. Antonione, G. della Gatta, A. Lucci in G. Venturello: Mem. Scient. Revue de Métallurgie, 65, posebna štev. 15. junij 1965, 315.

# ZUSAMMENFASSUNG

Die Proben im Industrieausmass hergestellten Stahles sind auf 0,5 mm Dicke ausgewalzt und im Bleibad von 30 Sek bis 60 Min. im Temperaturintervall zwischen 500° und 900°C geglücht worden. Bei niedrigen Temperaturen verlaüft der Rekristallisationsprozess selektiv. Die einzelnen Körner behalten beim Walzen erhaltene Form noch lange nach dem die Umgebung vollkommen rekristallisiert ist. Solche Körner sind grösser als die Körner aus der Umgebung und haben nach der Rekristallisation längliche zilindrische Form. Das Wachstum der rekristallisierten Körner folgt der parabolischen isothermen Kinetik. Über 800°C ist die Geschwindigkeit des Kornwahstums kleiner als die durch die Extrapolation von niedrigen Temperaturen angezeigt wird. Das allgemeine Wachstum der rekristallisierten Körner wird über 750°C durch überdurchschnittlich schnelles Wachstum der einzelnen Körner geleitet. Es beginnt durch die Koaleszenz zweier benachbarten Körner mit ähnlicher Raumorientation. Auch die Zahl der überdurschschnittlich grossen Körner wächst nach der parabolischen Kinetik. Beide Prozesse des Kornwahstums sind thermisch aktiviert, jedoch hat die Vergrösserung der Zahl der grossen Körner kleinere Aktivationsenergie. Bei niedriger Temperatur wird die Verformungsverfestigung durch die Erholung wirkungsvoll verringert. Die Wirksamkeit der Erholung ist die Ursache für die Arteigenheiten im Rekristallisationsprozess bei mittleren Glühtemperaturen.

## SUMMARY

The samples of industrial steel were rolled to 0.5 mm and annealed in a lead bath for periods of 30 sec. to 60 min. and in the temperature interval between 500 and 900° C. At low temperatures the recrystallization process is selective. Single grains retain the shape obtained in rolling still long after the surrounding was completely recrystallized. Such grains are bigger than those in the surroundings, and they have oblong cylindrical shape after the recrystallization. The growth of recrystallized grains follows the law of parabolic isothermal kinetics. Above 800 °C the growth rate is smaller than that when extrapolated from lower temperatures. General growth of recrystallized grains is from 750 °C on accompanied by an extraordinary fast growth of single grains which starts with the coalescence of two neighbouring grains with a similar space orientation. Also the number of extraordinary big grains is increasing according to the parabolic kinetics. Both processes of the grain growth are thermally activated, but the increase of the number of big grains has smaller activation energy. At low temperatures the deformation hardening is effectively reduced by the recovery. Just the effectiveness of the recovery is the reason for the particularities in the recrystallization process at the medium annealing temperatures.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Образцы промышленных сталей были прокатаны на толцину 0,5 мм и подвергнуты обжигу в свинцовой ванне от 30 сек. до 60 мин. в температурном интервале между 500 и 900 °C. При низких температурах процесс рекристаллизации селективный. Отдельные зёрна сохраняют свою форму, полученную при прокатке ещё долго после того как окружаещая среда уже вполне рекристаллизована. Эти зёрна по величине больше чем зёрна окружающей среды имеют после рекристаллизации продолговатую валковую форму. Росту рекристаллизированных зёрен следует параболическая изотермическая кинетика. Свыше 800 °C рост зёрен уменьшается, на что указывает экстраполяция с более низких температур. Общий рост кристаллизованных зёрен сопровождает начиная с температуры 750 °С сверхсредний быстрый рост отдельных зёрен, который начинается с коалесценциём двух соседних зёрен с подобной ёмкостной ориентацией. Также число зёрен сверх нормальной величины растёт по параболической кинетики. Оба процесса роста зёрен термически активированы. При низкой температуре эта деформационная закалка существенно уменьшить с дополнительным исправлением. Именно эффективность исправления является причиной специфичностью в процессе рекристаллизации обжига при средних температурах.