

# Površinsko aktivirana rast zrn v neorientiranih elektro pločevinah

## Surface Activated Recrystallization of Non Oriented Electrical Sheets

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

Prejem rokopisa - received: 1996-07-15; sprejem za objavo - accepted for publication: 1996-10-15

Neorientirana elektro pločevina je eden najpomembnejših mehko magnetnih materialov pri pridobivanju in pretvorbi električne energije. Kvalitetne elektro pločevine morajo imeti visoko permeabilnost in nizke vatne izgube. Le-te dosežemo z uravnovešenjem kemijske sestave, predvsem silicija in aluminija ter optimalnimi postopki termomehaničnega procesiranja. Opisan je vpliv površinsko aktivnih elementov in njihov selektiven vpliv na rekristalizacijo in rast zrn s prostorsko orientacijo, ki zagotavlja minimalne vatne izgube.

**Ključne besede:** neorientirana elektro pločevina, površinsko aktivni elementi, površinska segregacija, segregacija po mejah zrn, rekristalizacija, rast zrn, vatne izgube, permeabilnost.

*Non oriented electrical steel sheet is one of the most important soft magnetic materials for generation and transformation of electrical energy. Magnetic properties of high quality electrical silicon steel sheets are high permeability and low core loss. They depend on chemical composition of steels, alloying elements, especially silicon and aluminium and the optimal processes of thermo-mechanical processing. A review of surface active elements and their selective influence on recrystallization and grain growth with crystallographic orientation which assure minimal core losses is given in the present paper.*

**Key words:** non oriented electrical sheet, surface active elements, surface segregation, grain boundary segregation, core loss, permeability

### 1 Uvod

Elektro pločevina je kjučni mehkomagnetni material za proizvodnjo in pretvorno električne energije. Uporablja se v obliku lamer za jedra električnih, vrtečih se strojev, transformatorjev in naprav. V teh se spreminja smer magnetnega polja v odvisnosti od frekvence izmeničnega toka. Za spremembo smeri magnetenja je potrebna energija, ki se izraža v obliku vatnih izgub na kilogram teže pločevine (W/kg) pri določeni indukciji. Vatne izgube so torej energija, ki je potrebna za preusmerjanje elementarnih magnetnih domen z zasukom med njimi (Blochove stene) in za pokrivanje izgubnih tokov. Na vatne izgube vplivajo kemijska sestava elektro pločevine, legirni elementi in elementi nečistoč v sledih, orientacija kristalnih zrn, velikost zrn, napetosti, debelina pločevine in stanje površine.

Silicijeva jekla za elektro pločevine delimo v dve veliki skupini in sicer v neorientirana oziroma neteksturirana in orientirana oziroma teksturirana. Pri prvih mora biti pločevina izotropna, da so vatne izgube neodvisne od smeri, pod katero se gleda na smer valjanja iz nje izrežejo lamele za magnetna jedra. Orientirane pločevine imajo Gossovo teksturo (110)[001], ki se razvije pri sekundarni rekristalizaciji. Te vrste pločevin imajo nižje vatne izgube in iz njih izdelujejo posebno oblikovana magnetna jedra za transformatorje.

V svetu proizvedejo letno okoli 10 milijonov ton neorientirane elektro pločevine, od tega 66 tisoč ton v slovenskem prostoru. Zahteve po energijsko zmogljivejših motorjih in transformatorjih vzpodbujujo vedno nove raziskave in razvoj neorientiranih elektro pločevin z visoko permeabilnostjo ter nizkimi vatnimi izgubami ob čim nižjih proizvodnih stroških.

Na magnetne lastnosti neorientiranih elektro pločevin vplivajo kemijska sestava, orientacija kristalnih zrn, velikost zrn, debelina pločevine in napetosti<sup>1,2</sup>. Okvirna kemijska sestava neorientiranih pločevin je 0.5 do 3.0% Si, do 0.35% Mn, od 0.3% do 1.0% Al do 0.03% C, 0.001% S in 0.001% P ob čim manjših vsebnosti Cr, Ni in Cu in Fe do 100%. Silicij, aluminij in mangan zvišujejo upornost materiala in s tem vplivajo na znižanje izgubnih tokov. Istočasno pa ti elementi vplivajo še na velikost zrn in teksturo. Mangan stabilizira žveplo, ki se veže v MnS, zviša permeabilnost in zmanjša vatne izgube. Aluminij, podobno kot silicij, zviša električno upornost; v višjih koncentracijah aluminij povečuje magnetno permeabilnost<sup>2</sup>.

Majhni dodatki antimona, kositra, selena in telurja v silicijevu jeklu za neorientirano elektro pločevino, ugodno vplivajo na znižanje vatnih izgub<sup>2-10</sup>. Vsi našteti elementi so površinsko aktivni in pri povišani temperaturi segregirajo na površino, meje kristalnih zrn, precipitativ in vključkov<sup>11-15</sup>.

Večina elementov IVA-VIA skupine periodnega sistema elementov, raztopljenih v železu, pri višjih temperaturah segregira na površino ter na kristalne in fazne meje. Ravnotežje elementa A v trdni raztopini in segreg-

<sup>1</sup> Doc. dr. Monika JENKO  
Inštitut za kovinske materiale in tehnologije  
1000 Ljubljana, Lepi pot 11

ranega elementa A na površini preiskovane zlitine: A (raztopljen)  $\leftrightarrow$  A(segregiran) je doseženo pri dovolj višokih temperaturah, pri katerih poteka difuzija<sup>19,20</sup>.

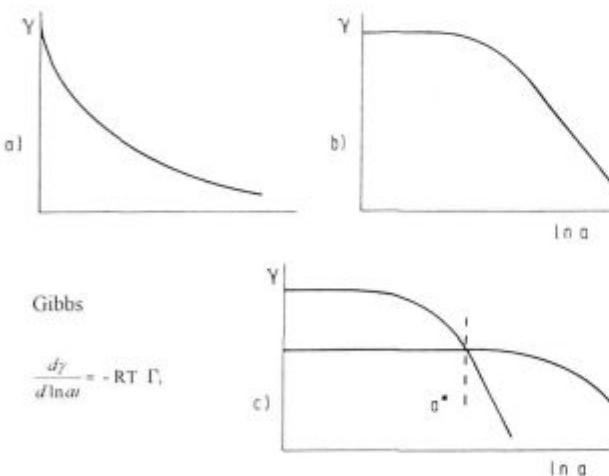
Za nastanek take ravnotežne segregacije so možne tri razlage: a) proste vezi na površini ali mejnih ploskvah zasedejo atomi A, b) površina železa je prekrita s plastjo atomov A z nižjo površinsko energijo od površinske energije železa, c) odhod atomov A iz osnovnega materiala sprosti elastično energijo, posebno v primerih, ko so ti atomi intersticijski ali pa substitucijski, ki so večji od železa<sup>7,20-23</sup>.

Razlaga c) velja za antimon, ki ima večji atomski radij od železa, zato povzroča napetosti v kristalni rešetki železa in povečanje parametra kristalne rešetke. Dejansko vodijo vsi procesi ravnotežne segregacije k znižanju površinske energije ali energije mejnih ploskev po Gibbsovem zakonu (1):

$$\frac{d\gamma}{d \ln \alpha_A} = -RT \cdot \Gamma_A \quad (1)$$

kjer je  $\gamma$  površinska energija,  $\alpha_A$  aktivnost segreganta A in  $\Gamma_A/\text{atom cm}^{-2}$  njegova površinska koncentracija,  $R/\text{kJ mol}^{-1}\text{K}^{-1}$  plinska konstanta,  $T/\text{K}$  absolutna temperatura, **slika 1**.

V mnogih primerih lahko segregacije opišemo z enostavno enačbo, z Langmuir McLeanovo izotermo, ki opisuje segregacijo z določenim številom prostih mest na površini, ki vodijo do maksimalne površinske koncentracije  $\Gamma_A^{\text{sat}}$ , ko so vsa prosta mesta na površini zasedena



**Slika 1:** Shematski diagrami za Gibbsove izoterme: a) površinska energija  $\gamma$  v odvisnosti od aktivnosti adsorbiranega ali segregiranega elementa A, b)  $\gamma$  v odvisnosti od  $\ln a$  in c) grafikon za dve orientaciji z različnimi površinskimi energijami in različno adsorpcijo oziroma segregacijo - po zvišanju aktivnosti in pokritja  $\theta$  je sprva nestabilna površina postala stabilna, vzrok za sekundarno rekristalizacijo ali facetiranje<sup>19-22</sup>

**Figure 1:** Gibbs isotherms: a) surface energy  $\gamma$  in dependence of the activity of the adsorbed or segregated element A, b)  $\gamma$  in dependence of  $\ln a$ , c) schematic diagram for two orientations with different surface energies and different adsorption or segregation behaviour; upon increasing the activity and the coverage  $\theta$ , the surface at the beginning unstable becomes stable, a reason for secondary recrystallization or faceting<sup>19-22</sup>

in s prosto energijo  $\Delta G_A$ , ki je neodvisna od pokritja  $\theta$ . Stopnja pokritja  $\theta$  je tako določena z Langmuir McLeanovim izrazom<sup>2</sup>:

$$\theta = \Gamma_A / \Gamma_A^{\text{sat}} \quad (2)$$

$$\theta_A / (1 - \theta_A) = X_A \exp (-\Delta G_A / RT) \quad (3)$$

$$\text{Pri tem je } \Delta G_A = \Delta H_A - T\Delta S \quad (4)$$

izraz  $\Delta G_A$  vstavimo v Langmuir Mc Leanovo enačbo in dobimo enačbo (5):

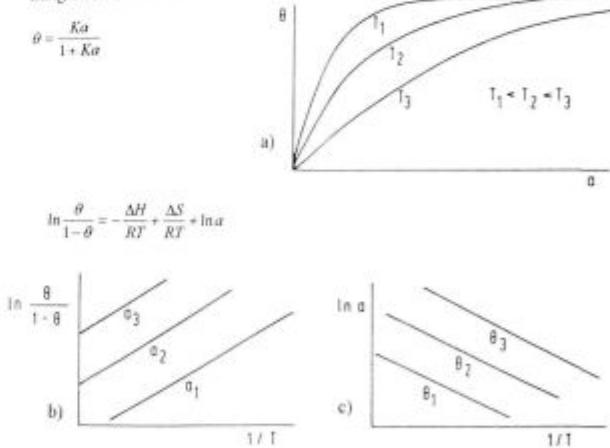
$$\ln [\theta_A / (1 - \theta_A)] = (-\Delta H_A / RT) + (\Delta S_A / RT) + \ln X_A \quad (5)$$

Enačbo (5) uporabljamo za izračun entalpije in entropije segregacije in sicer iz meritve  $\theta_A$  pri konstantni koncentraciji segreganta  $X_A$  v osnovnem materialu (bulk) v odvisnosti od temperature. Takne meritve so bile izvedene za površinsko segregacijo C, Si, P, S, Sb, Sn in za segregacije po mejah zrn Sn, Sb, C in P. Z metodo AES zasledujemo koncentracijo segreganta "in situ" na monokristalih ali na polikristaliničnih materialih v odvisnosti od temperature in sicer obe, površinsko segregacijo in segregacijo po mejah zrn, **slika 2**.

Temeljni procesi industrijske izdelave neorientirane elektro pločevine so vroče in hladno valjanje, razogljčenje, rekristalizacija in rast zrn, ki so kontrolirani s kemijsko sestavo jekla in procesnimi parametri: plinska mešanica med žarjenjem, temperatura in čas žarjenja. Vpliv površinsko aktivnih elementov na kinetiko rekristalizacije, rast in orientacijo zrn ter na oblikovanje tekture je podrobno opisan v članku<sup>24</sup>. Rezultati naših raziskav kažejo, da površinska segregacija vpliva na selektivno rast zrn, ki segajo na površino pločevine in

Langmuir - Mc Lean

$$\theta = \frac{Ka}{1 + Ka}$$



**Slika 2:** Shematski diagrami Langmuir-McLeanove izoterme<sup>19-22</sup> a) stopnja pokritja  $\theta$  v odvisnosti od adsorbiranega ali segregiranega elementa A, b) grafični prikaz za ovrednotenje študij pri konstantni aktivnosti ali koncentraciji elementa A, c) izostere za določitev termodinamičnih podatkov pri konstantnem številu atomov A

**Figure 2:** Langmuir-McLean izoterme: a) degree of coverage  $\theta$  of the adsorbed or segregated element A, b) plot of the evaluation of the studies at constant activity or concentration of the element A, c) isosteres for the determination of the thermodynamic data by constant atoms A

sproži pojav, ki smo ga poimenovali površinsko aktivirana rast zrn. Aktivnost površine lahko dosežemo tako s površinsko segregacijo kot z adsorbcijo površinsko aktivnih elementov.

## 2 Eksperimentalno delo

Preiskovana silicijeva jekla so bila izdelana iz enakega osnovnega materiala, razlikovala so se le po vsebnosti antimona. Kemijska sestava v utežih procentih je podana v **tabeli 1**.

**Tabela 1:** Kemijska sestava preiskovanih jekel (ut.%)

Jeklo	Si	Al	Mn	C	S	P	Sb
1	1.85	0.19	0.18	0.005	0.001	0.001	0.05
2	1.94	0.19	0.20	0.004	0.001	0.001	0.1
3	2.00	0.19	0.20	0.004	0.001	0.001	0.0

Osnovni material za silicijeva jekla smo pretalili v vakuumu, ulili v ingote ter vroče izvaljali v trakove končnih debelin 4 mm in 2.5 mm. Vroče valjane trakove debeline 2.5 mm smo nato hladno izvaljali do končne debeline 0.5 mm in 0.15 mm.

Za "in situ" študij površinskih segregacij in segregacij po mejah zrn smo uporabili spektroskopijo Augerjevih elektronov - AES. Vsebnost antimona v eksperimentalnih jeklih je pod mejo detekcije AES metode. Šele pri povišanih temperaturah, ko pride do obogativne prostih površin lahko z AES metodo zasledujemo segregacijo Sb. Obogatitev površine z Sb smo določili z zasledovanjem PHR (peak height ratio - razmerje višine vrhov) amplitude Sb( $M_3N_{4.5}N_{4.5}$ ) in Fe( $L_3M_{2.5}M_{2.3}$ ). Augerjevih prehodov pri kinetičnih energijah 454 eV oziroma 651 eV<sup>18</sup>. Pri naših prejšnjih raziskavah<sup>8-10</sup> smo merili temperaturo v analizni komori Augerjevega spektrometra direktno s termočlenom, ki smo ga točkovno privarili na zadnjo stran vzorca v neposredno bližino analiznega mesta. Pri sedanjih raziskavah smo merili temperaturo indirektno.

Z AES metodo smo študirali tudi "in situ" segregacije na mejah zrn. Vzorci cilindrične oblike s prelomno zarezo so bili izdelani iz vroče valjanega traku debeline 4 mm. Vložili smo jih v epruvete iz kremenčevega stekla, evakuirali do  $10^{-6}$  mbars in zatalili. Tako pripravljene vzorce smo žarili 24 ur na temperaturi 1000°C, ohladili v vodi in nato starali 200 in 500 ur na temperaturi 550°C. Vzorce smo nato vgradili v spektrometer Augerjevih elektronov in ohladili do -120°C ter prelomili "in situ". Vzorci so se prelomili v glavnem transkristalno, AES meritve smo izvedli na vseh sicer redkih interkristalnih ploskvah.

Rekristalizacijo silicijevega jekla, legiranega z 0.05% Sb in primerjalnega jekla iz enakega osnovnega materiala brez Sb smo študirali v temperaturnem področju od 550 do 850°C. Kinetiko rekristalizacije smo določili na razogličenih vzorcih.

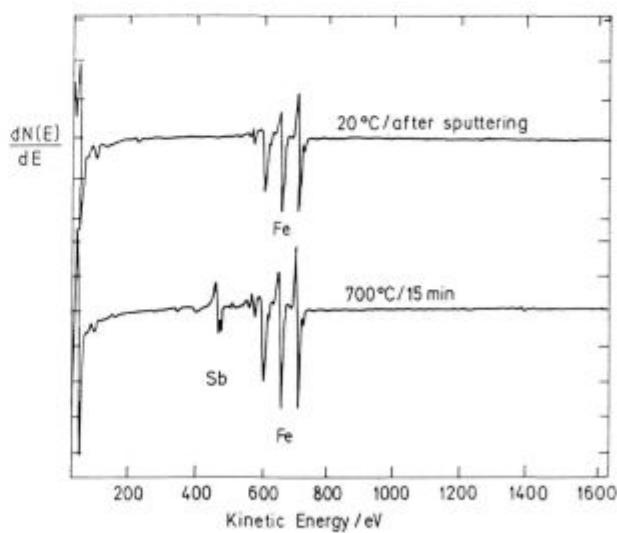
## 3 Rezultati

Maksimalno ravnotežno segregacijo Sb pri vzorcu legiranemu z 0.05% Sb smo določili po 15 minutnem žarjenju na konstantni temperaturi 700°C, **slika 3**.

Naše prejšnje raziskave so pokazale, da je stopnja površinske segregacije antimona na neorientirani elektro pločevini odvisna od kristalografske orientacije zrn<sup>10-14</sup>. Enak pojav so opazili tudi na monokristalih zlitine Fe-Sb<sup>16</sup>. Zato smo na neorientirani elektro pločevini z metodo jedkalnih figur določili zrna z orientacijo (100) in (111) ter raziskali odvisnost površinske segregacije antimona od kristalografske orientacije zrn.

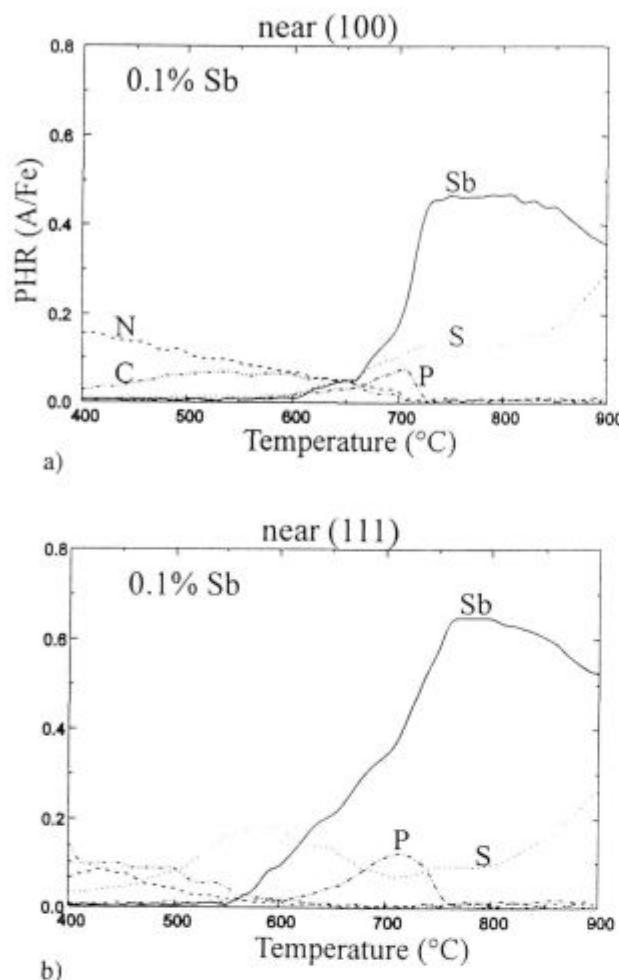
Na **sliki 4** je prikazana temperaturna odvisnost površinske segregacije antimona a) na zrnu z orientacijo (100) in b) na zrnu z orientacijo (111). Površino vzorca, ki je bil legiran z 0.1% Sb, smo pred segrevanjem očistili z jedkanjem z Ar<sup>+</sup> ioni in nato "in situ" žarili v analizni komori Augerjevega spektrometra. Temperaturo smo zviševali po 50°C v 20 minutnih presledkih. Antimon je pričel segregirati z zaznavno hitrostjo pri temperaturi 600°C in je z naraščajočo temperaturo naraščal; pri temperaturah  $T > 800^\circ\text{C}$ , segregacija antimona pojema. Iz **slike 4** je razvidno, da je stopnja površinske segregacije antimona (PHR) na zrnu s kristalografsko orientacijo (111) enaka 0.65, na zrnu z orientacijo (100) pa le 0.45.

Vzrok za nižjo stopnjo površinske segregacije antimona pri temperaturah  $T > 800^\circ\text{C}$  smo podrobno opisali že v naših prejšnjih objavah<sup>10-12,14</sup>. Z metodo TDS smo ugotovili, da pri  $T > 800^\circ\text{C}$  prične Sb desegregirati oziroma odparevati zaradi visokega parnega tlaka, poleg tega pa se pri teh temperaturah prične pojavi "borbe za prosta mesta na površini" in izpraznjena mesta, ki jih je prej zasedal antimon, zasede žveplo<sup>7,16,17,21-23</sup>.



**Slika 3:** AES spekter neorientirane elektro pločevine, legirane z 0.05% Sb pred žarjenjem in AES spekter maksimalne ravnotežne površinske segregacije Sb po 15 minutah žarjenja na temperaturi 700°C

**Figure 3:** AES spectrum of maximum equilibrium antimony surface segregation on the steel with 0.05% Sb, obtained after 15 minutes of annealing at 700°C



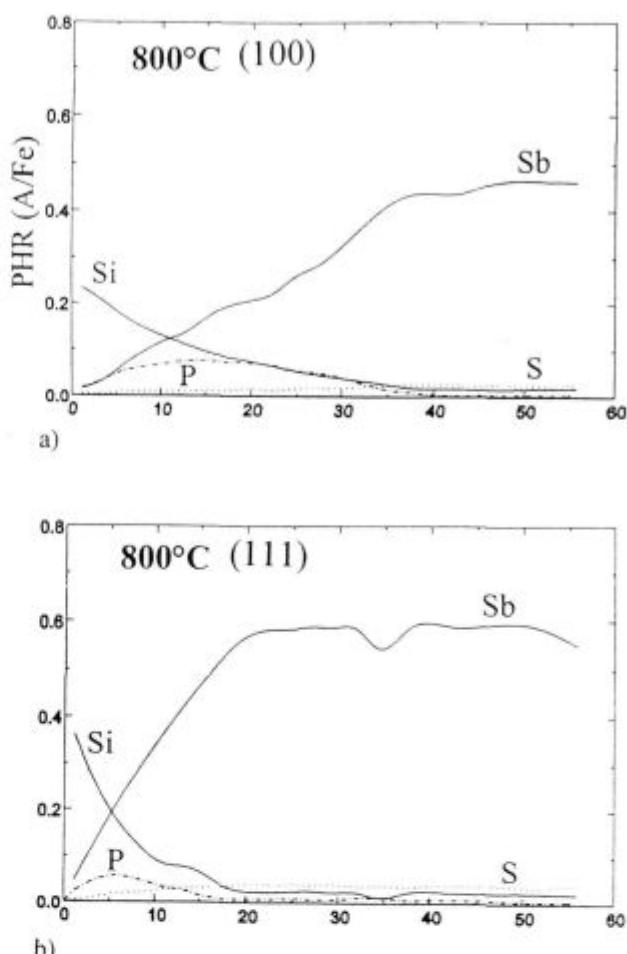
Slika 4: Temperaturna odvisnost površinske segregacije antimona za jeklo z 0.1% Sb a) na zrnu z orientacijo (100), b) na zrnu z orientacijo (111)

Figure 4: Temperature dependence of surface segregation on steel alloyed with 0.1% Sb, on a) (100) oriented grain and b) (111) oriented grain

Kinetiko segregacije smo določili na zrnih z orientacijo (100) in (111) pri konstantnih temperaturah 800°C, prikazana na sliki 5 ter pri 850°C na sliki 6.

Na sliki 5 je prikazana kinetika površinske segregacije antimona pri temperaturi 800°C v odvisnosti od časa žarjenja a) za zrno z orientacijo (100) in b) za zrno z orientacijo (111). Stopnja segregacije, ki jo ocenjujemo z razmerjem višine vrhov (PHR) na zrnu z orientacijo (111) je 0.6, na zrnu (100) pa je PHR enak 0.45. Podobne rezultate dobimo tudi pri temperaturi žarjenja 850°C, prikazanih na sliki 6.

Dobljeni rezultati se skladajo z literaturnimi podatki raziskav kinetike površinske segregacije Sb na monokristalu Fe-4ut.% Sb<sup>17</sup> in lahko zaključimo, da je maksimalna segregacija antimona na zrnih z gostozloženo atomsko ravnino (111). Rezultati LEED raziskav so pokazali, da je struktura segregiranega Sb na površini zrn



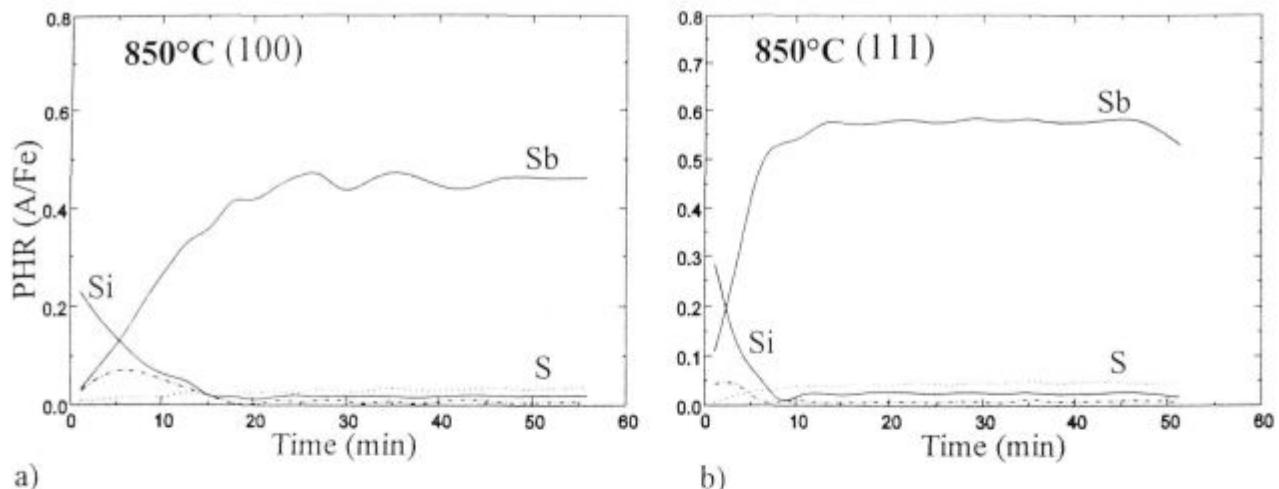
Slika 5: Kinetika segregacije Sb na površini neorientirane elektro pločevine, legirane z 0.1% Sb izmerjena pri 800°C a) na zrnu z orientacijo (100) in b) na zrnu z orientacijo (111)

Figure 5: Antimony surface segregation kinetics of steel with 0.1% Sb, measured at 800°C, a) on a grain with (100) crystallographic orientation; b) on a grain with (111) crystallographic orientation

z orientacijo (100) c (2x2) debeline 0.5 monoplasti, ter p (1x1) na zrnih orientacij (111) debeline 1 monoplasti<sup>16</sup>.

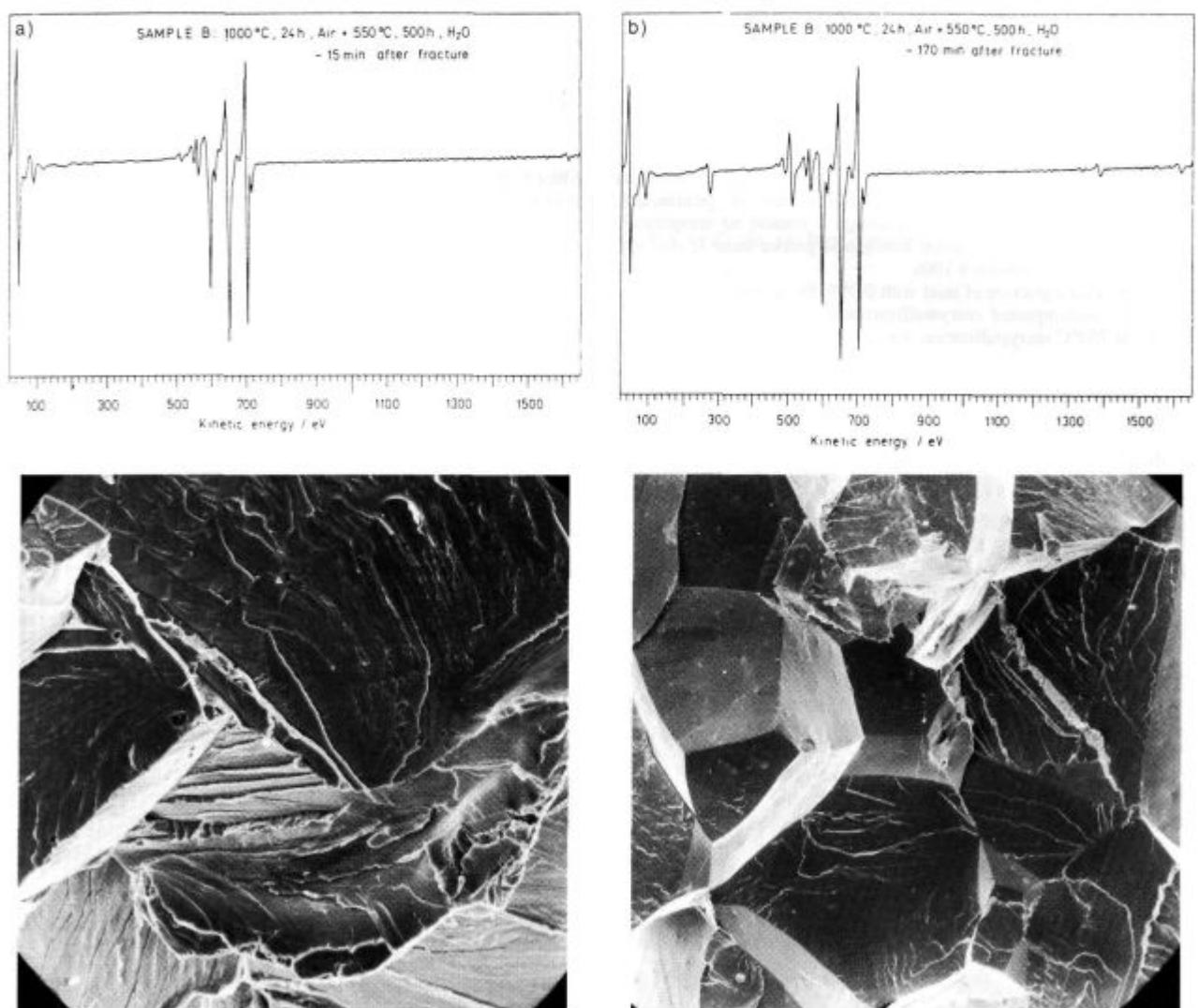
Segregacijo antimona po mejah zrn smo raziskali z metodo AES v obeh jeklih, legiranih z antimonom, ki so bila starana 200 in 500 ur v vakuumu pri tlaku  $10^{-6}$  mbar na temperaturi 550°C. Prelomne ploskve so bile večinoma transkristalnega tipa, le nekaj je bilo interkristalnih. V obeh preiskovanih jeklih antimona na mejah zrn nismo izmerili, pač pa v zanemarljivo majhnih količinah ogljik, aluminij in silicij. Antimon, ki segregira na kristalne meje izpodrine ogljik, ki preprečuje krhkost materiala, kar je tudi vzrok za pretežno transkristalen prelom<sup>22,23</sup>. Na sliki 7 je prikazan AES spekter posnet na a) transkristalni ploskvi in b) na interkristalni ploskvi preloma.

Rekrystalizacijo neorientirane elektro pločevine legirane z 0.05% Sb in primerjalne pločevine, enake kemikaljske sestave le brez Sb, smo raziskali v temperaturnem



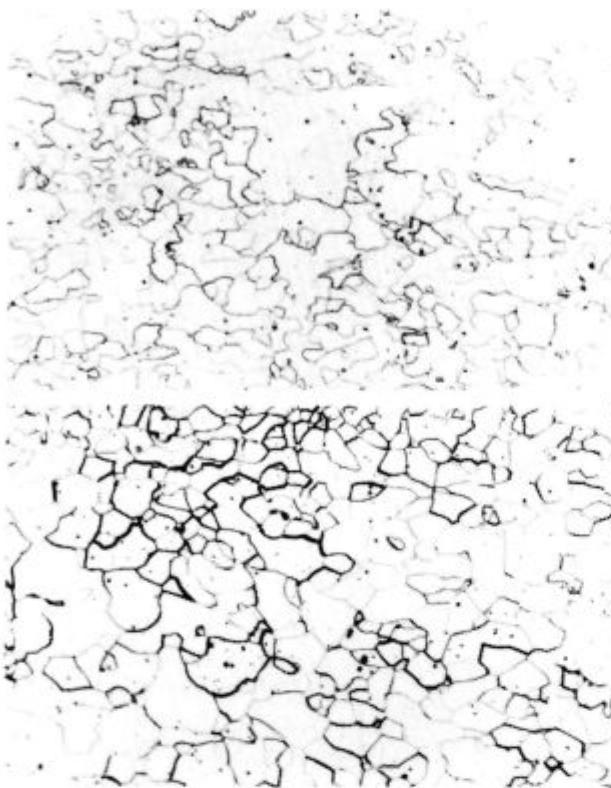
Slika 6: Kinetika segregacije Sb na površini neorientirane elektro pločevine, legirane z 0.1% Sb izmerjena pri 850°C a) na zrnu z orientacijo (100) in b) na zrnu z orientacijo (111)

Figure 6: Antimony surface segregation kinetics of steel with 0.1% Sb, measured at 850°C, a) on a grain with (100) crystallographic orientation; b) on a grain with (111) crystallographic orientation



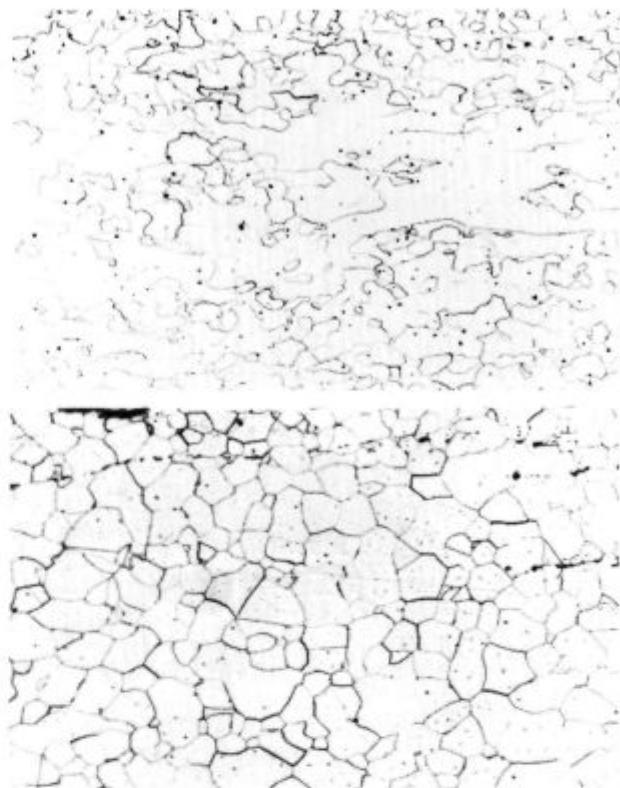
Slika 7: a) AES spekter posnet na transkristalni ploskvi preloma silicijevega jekla legiranega z 0.1% Sb in SEM posnetek preloma; b) AES spekter posnet na interkristalni ploskvi preloma silicijevega jekla legiranega z 0.1% Sb in SEM posnetek preloma

Figure 7: AES spectra taken on a) a transgranular facet and SEM image of fractured sample and b) an intergranular facet of non oriented silicon steel with 0.1% Sb and SEM image of fractured sample



**Slika 8:** Mikrostruktura jekla z 0.05% Sb: a) žarjenega 1 minuto na temperaturi 700°C, je iz rekristaliziranih zrn in posameznih nerekristaliziranih področij, b) žarjenega 1 minuto na temperaturi 750°C, rekristalizacija je v celoti končana in poteka samo še rast zrn, jedkano z nitalom, povečava 100x

**Figure 8:** Microstructure of steel with 0.05% Sb: a) annealed 1 minute at 700°C, uncompleted recrystallization was found, a) annealed 1 minute at 750°C recrystallization was complete



**Slika 9:** Mikrostruktura jekla brez Sb a) po 1 minuti žarjenja na 700°C je iz rekristaliziranih zrn in posameznih nerekristaliziranih področij, b) po 10 minutah žarjenja na 750°C je rekristalizacija končana, jedkano z nitalom, povečava 100x

**Figure 9:** Microstructure of comparative steel: a) annealed 1 minute at 700°C, uncompleted recrystallization was found, a) only at 10 minutes of the annealing at 750°C recrystallization was complete

področju od 550 do 900°C, časi žarjenja pa so bili od 1 do 60 minut, kar podrobneje opisujemo v članku<sup>24</sup>. Vzoreci so bili predhodno razogljičeni, vsebnost ogljika je bila 20 ppm. Določili smo velikost rekristaliziranih zrn v odvisnosti od temperature in časa žarjenja. Pri jeklu, ki je bilo legirano z antimonom, je mikrostruktura po kratkih časih žarjenja 1-5 minut pri temperaturah 700 in 750°C iz rekristaliziranih zrn in nerekristaliziranih področij (**slika 8a**), medtem, ko je pri temperaturah  $T > 750^\circ\text{C}$  tudi po kratkih časih v celoti končana (**slika 8b**) in poteka le še rast zrn. Pri primerjalnem jeklu poteka proces rekristalizacije počasneje, saj je mikrostruktura pri vseh temperaturah žarjenja od 700 do 800°C in časih 1 in 2 minuti iz rekristaliziranih zrn in posameznih nerekristaliziranih področij. Rekristalizacija je končana pri vseh temperaturah od 700 do 800°C šele po 10 minutah, **slika 9**.

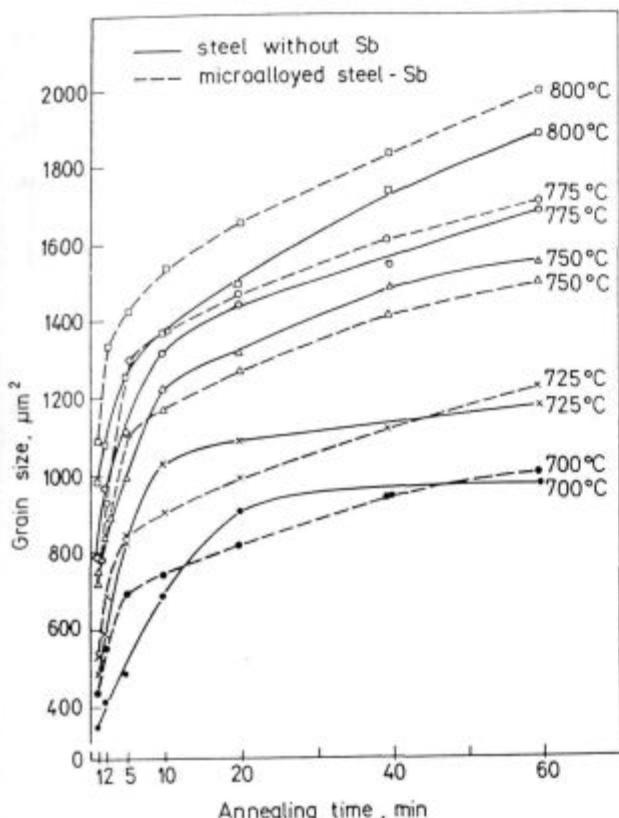
Na **sliki 10** je prikazana velikost zrn v odvisnosti od temperature pri različnih časih žarjenja od 1 do 60 minut za obe preiskovani jekli. Iz slike je razvidno, da antimona vpliva na rast rekristaliziranih zrn. Pri temperaturah, ko je bila rekristalizacija končana  $T > 750^\circ\text{C}$ , so bila zrna v

heklu legiranem z antimonom večja kot v primerjalnem jeklu.

Površinska segregacija antimona v jeklu legiranim z 0.05% Sb selektivno vpliva na rast zrn s kristalografsko orientacijo (100) tako, da le-ta rastejo na račun ostalih drugače orientiranih (111) in (110) zrn. Pojav selektivne površinske segregacije antimona vodi do zmanjšanja števila zrn z magnetno trdo (111) in srednjo (110) smerjo. Število zrn z orientacijo (100) v ravnini pločevine se ne spremeni, pač pa se poveča njihova velikost na račun ostalih drugače orientiranih zrn.

Pri jeklu legiranem z 0.1% Sb se površinska energija vseh zrn z različnimi kristalografskimi orientacijami v ravnini pločevine zniža, zato nismo opazili preferenčne rasti zrn.

Kristalografska orientacija zrn v jeklih legiranih z 0.05% Sb in 0.1% Sb ter v primerjalnem jeklu je bila določena z rentgenskim difraktometrom. Polove figure kažejo, da je bilo v jeklu z 0.05% Sb število zrn z orientacijo (100) v ravnini pločevine povečano. Na **sliki 11** so prikazane polove figure (200) za jeklo legirano z 0.05% Sb.



**Slika 10:** Velikost zrn v odvisnosti od temperature in časa žarjenja za jeklo legirano z antimonom in primerjalnim jeklom

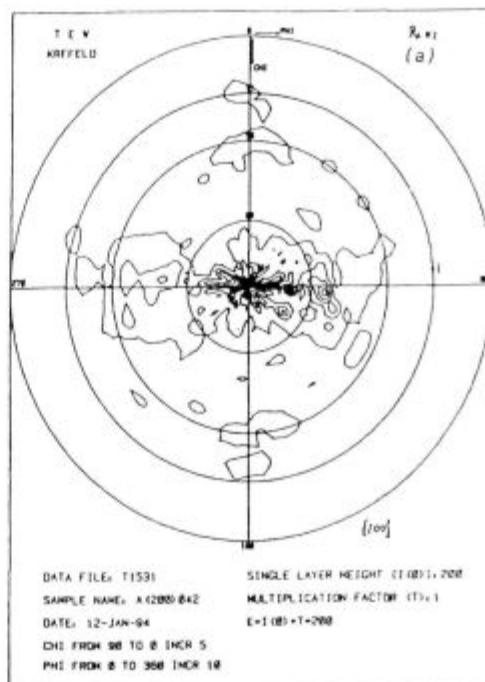
**Figure 10:** The dependence of grain size on the annealing time for steel with 0.05% Sb and comparative steel

#### 4 Zaključki

Z raziskavami površinske segregacije antimona na zrnih z orientacijo (100)[001] in (111)[001] in študijem kinetike ravnotežne segregacije smo dokazali, da je stopnja površinske segregacije antimona odvisna od kristalografske orientacije zrn v ravnini neorientirane elektro pločevine. Maksimalno segregacijo antimona, 0.6 monoplasti<sup>12,14</sup>, smo izmerili na zrnih s kristalografsko orientacijo (111).

Dokazali smo selektivnost površinske segregacije antimona na površini neorientirane elektro pločevine, legirane z 0.05 ut. % Sb. Antimon segregira na površino neorientirane elektro pločevine in zniža površinsko energijo zrn s kristalografsko orientacijo (100), ki rastejo na račun zrn z drugačno (110) in (111) kristalografsko orientacijo. Pri prebitku površinske segregacije Sb se površinska energija vseh zrn zniža, vsa zrna rastejo, vendar preferenčne rasti zrn z orientacijo (100) v jeklu legiranem z 0.1 ut. % Sb ni.

Dokazali smo, da je v preiskovanih jeklih segregacija antimona po mejah zrn zanemarljivo majhna. Na rekrstalizacijo in oblikovanje tekture, pri tem mislimo na povečanje števila zrn s kubično teksturom (100)[001] selektivno vpliva površinska segregacija antimona, kar v



**Slika 11:** Polove figure (200) za jeklo z 0.05% Sb

**Figure 11:** Pole figures of 0.05% Sb steel. Small share of grains with texture (100)[001] was obtained

praksi vodi do znižanja vatnih izgub neorientirane elektro pločevine.

#### Zahvala

Delo je finančno podprtlo Ministrstvo za znanost in tehnologijo v okviru temeljnega projekta J2-7228.

#### 5 Literatura

- <sup>1</sup>F. E. Luborsky, J. D. Livingstone, G. Y. Chin, Magnetic properties of Metals and Alloys, v knjigi: R. W. Chan in P. Haasen, Eds., *Physical Metallurgy*, North Holland, Amsterdam 1996, 2501-2565
- <sup>2</sup>G. Lyudkovski, P. K. Rastogi, *Metall. Trans. A*, 15A, 1984, 257
- <sup>3</sup>H. Shimanaka, T. Irie, K. Matsumura and K. Nakamura, *J. Magn. Magn. Mat.*, 19, 1980, 63
- <sup>4</sup>P. Marko, A. Šolym, V. Frič, *J. Magn. Magn. Mat.*, 41, 1984
- <sup>5</sup>F. Vodopivec, F. Marinšek, D. Gnidovec, B. Praček, M. Jenko, *J. Magn. Magn. Mat.*, 97, 1991, 281
- <sup>6</sup>F. Kovač, Š. Nižnik, *Metallography 95*, Proceedings, Slovakia, April 1995, Paper 14, p. 84-87
- <sup>7</sup>H. J. Grabke, *Iron and Steels*, ISIJ int. 35, 1995, 2, 95-113
- <sup>8</sup>M. Jenko, F. Vodopivec, B. Praček, *App. Surf. Sci.*, 70/71, 1993, 118
- <sup>9</sup>M. Jenko, F. Vodopivec, B. Praček, M. Godec and D. Steiner, *J. Mag. Mag. Mat.*, 133, 1994, 229
- <sup>10</sup>M. Jenko, F. Vodopivec, H. J. Grabke, H. Viehaus, B. Praček, M. Lucas, M. Godec, *Steel research*, 65, 1994, 11, 500
- <sup>11</sup>M. Jenko, H. Viehaus, M. Lucas, F. Vodopivec, M. Godec, D. Steiner Petrovič, *Metals, Alloys, Technologies*, 28, 1994, 4, 561-565
- <sup>12</sup>M. Jenko, F. Vodopivec, H. Viehaus, M. Godec, D. Steiner Petrovič, *Journal de Physique IV*, Colloque C7, 5, novembre 1995, C7-225-231
- <sup>13</sup>D. Steiner Petrovič, F. Vodopivec, M. Jenko, *Journal de Physique IV*, Colloque C7, 5, novembre 1995, C7-255-258
- <sup>14</sup>M. Jenko, F. Vodopivec, H. Viehaus, M. Milun, T. Valla, M. Godec, D. Steiner Petrovič, *Fizika A4*, 1995, 3, 91-98

- <sup>15</sup>P. Ševc, J. Janovec, M. Lucas, H. J. Grabke, *Steel research*, 66, 1995, 12, 537-542
- <sup>16</sup>V. Rusenberg, H. Viehaus, *Surf. Sci.*, 172, 1986, 615
- <sup>17</sup>H. Viehaus, *Analytica Chimica Acta*, 297, 1994, 43-53
- <sup>18</sup>C. Lea, M. P. Seah, *Phil. Mag.*, 35, 1977, 213
- <sup>19</sup>M. Wutz, H. Adam, W. Wachler, *Theory and Practice of Vacuum technology*, Friedr. Vieweg & Sohn, Braunschweig 1989
- <sup>20</sup>E. D. Hondros, M. P. Seah, S. Hofman, P. Lejček, Interfacial and surface microchemistry, v knjigi: R. W. Chan in P. Haasen, Eds., *Physical Metallurgy*, North Holland, Amsterdam 1996, 1201-1289
- <sup>21</sup>H. J. Grabke, *Kovine, zlitine, tehnologije*, 1/2, 1993, 9
- <sup>22</sup>H. J. Grabke, *Kovine, zlitine, tehnologije*, 1996, 6 (v tisku)
- <sup>23</sup>R. Mast, H. Viehaus, H. J. Grabke, *Kovine, zlitine, tehnologije*, 1996, 6 (v tisku)
- <sup>24</sup>F. Vodopivec, M. Jenko, D. Steiner Petrovič, B. Breskvar, F. Marinšek, *Steel research*, 67, 1996, 3 (v tisku)