

Poprava in rekristalizacija legirane neorientirane elektro pločevine

Recovery and Recrystallization of Alloyed Non-Oriented Electrical Steel Sheet

N. Lipovšek¹, F. Vodopivec, M. Jenko, D. Steiner Petrovič, IMT Ljubljana
L. Kosec, OMM - NTF, Univerza v Ljubljani

Prejem rokopisa - received: 1995-10-04; sprejem za objavo - accepted for publication: 1996-01-22

Kinetiko poprave in rekristalizacije smo določili na razogljiveni in nerazogljiveni neorientirani elektro pločevini. Vzorce obeh smo žarili v atmosferi vlažnega vodika pri različnih temperaturah, v temperaturnem območju od 550 do 700°C in različnih časih žarjenja od 1 do 55 minut. Analizirali smo količino ogljika in določili poprečno velikost zrn. Hitrost poprave in rekristalizacije smo določili na osnovi meritev trdote in mikrostrukture. Proces poprave poteka pri temperaturah 550, 575 in 600°C. Proces rekristalizacije se začne pri temperaturi 625°C in pri 700°C je rekristalizacija zaključena že po prvi minuti. Jeklo z začetno vsebnostjo 0,021% C se je med 55 minutnim žarjenjem na temperaturi 700°C, v atmosferi vlažnega vodika, razogljilo do 0,006% C.

Ključne besede: poprava, rekristalizacija, neorientirana elektro pločevina, razogljivenje

The kinetics of recovery and recrystallization of decarburized and undecarburized steel for non-oriented electrical sheets was determined. The samples were annealed in wet hydrogen with different dew points in the temperature range from 550 to 700°C and at different times from 1 to 55 minutes. The carbon content was measured, the average grain size was determined, and the hardness was measured. At the temperatures of 550, 575 and 600°C only recovery occurred. Recrystallization started at 625°C, at the temperature of 700°C it was finished already after 1 minute of annealing. The content of carbon was diminished from 0,021% to 0,006% by annealing in wet hydrogen by 700°C.

Key words: recovery, recrystallization, non-oriented electrical sheet, decarburization

1 Uvod

Jekla za neorientirano elektro pločevino vsebujejo do 2,5% silicija. Pločevina mora biti izotropna, kar pomeni, da so magnetne lastnosti neodvisne od smeri valjanja, iz katere se glede na smer valjanja izrežejo lističi za magnetna jedra.

Merilo kvalitete elektro pločevine so visoka permeabilnost in nizke vatne izgube. Magnetne lastnosti pločevine so odvisne od kemijske sestave, velikosti zrn, teksture, napetosti, debeline lamel in stanja površine.

Silicij poveča električno upornost in ugodno vpliva na zmanjšanje vrtničastih tokov in s tem neposredno vpliva na vatne izgube. Histerezne izgube se zmanjšajo z boljšo čistostjo jekla, to je z manjšo vsebnostjo nekovinskih vključkov, predvsem pa z znižanjem vsebnosti ogljika.

Trakovi za elektro pločevino se vroče izvaljajo do debeline 2,5 mm, nato sledi luženje in hladno valjanje do končne debeline 0,50 ali 0,30 mm.

Trakovi se žarijo pri temperaturi 840°C za razogljivenje v plinski mešanici dušika, vodika in vodne pare z rosiščem pri 45 do 55°C.

Pri hladni deformaciji se v kovino vnese energija, ki ustvarja gonilno silo za popravo in rekristalizacijo. Ko pri žarjenju hladno valjane elektro pločevine temperatura naraste dovolj visoko, se energija začne sproščati in pride najprej do poprave, tej pa sledi rekristalizacija, ki

obsega nukleacijo novih zrn in postopno zamenjavo deformiranih zrn z novimi.

2 Eksperimentalni del

Analize in preiskave smo izvedli na trakovih neorientirane elektro pločevine industrijske izdelave. Jeklo je bilo izdelano po vakuumskem postopku in nato vroče in hladno izvaljano v trak.

Polovico vroče valjanega traku smo žarili za razogljivenje 2 uri pri temperaturi 840°C. Razogljiven in nerazogljiven, vroče valjan trak smo razškajali in v laboratoriju hladno izvaljali do končne debeline 0,5 mm.

Iz tako pripravljenega traku smo izrezali vzorce z velikostjo 30 x 20 mm, ki smo jih žarili v atmosferi vlažnega vodika v temperaturnem intervalu od 550 do 700°C v presledkih po 25°C.

Časi žarjenja na tem temperaturnem področju so bili 1, 5, 15, 35 in 55 minut.

Po žarjenju so bili izdelani metalografski obrusi za oceno in ovrednotenje procesov poprave in rekristalizacije z optičnim mikroskopom, kjer smo izmerili tudi velikost deformiranih zrn v razogljivenih in nerazogljivenih vzorcih.

Trdote smo merili po Vickersu z obtežbo 100g (sila 1N).

Vsebnost ogljika v vzorcih smo določili pred žarjenjem in po njem, s sežigom vzorcev in z IR absorbcijo z napravo LH tip CSA 2003.

¹ Nataša LIPOVŠEK, inž.met.
Inštitut za kovinske materiale in tehnologije
1000 Ljubljana, Lepi pot 11

3 Rezultati in diskusija

3.1 Morfologija zrn

Mikrostruktura razogljčenega jekla po hladni deformaciji je iz ferita, zrna pa so razpotegnjena v smeri valjanja. Po mejah zrn ponekod najdemo cementitne izločke.

Poprečna velikost feritnih zrn je pri nerazogljčeni pločevini po hladni deformaciji po dolžini 110 μm in po širini 16,6 μm . Pri razogljčeni pločevini je poprečna dolžina zrn 161 μm in širina 23,6 μm , zrna so torej večja zaradi rasti med žarjenjem za razogljčenje.

Pri temperaturah od 550 do 600°C poteka poprava. Začetek rekristalizacije pri razogljčeni pločevini zaznamo znotraj posameznih deformiranih zrn po 5 minutah zadrževanja na temperaturi 625°C. Po 15 minutah žarjenja je rekristaliziralo 50% deformirane osnove in po 55 minutah 90% (slika 1). Po 15 minutah žarjenja na temperaturi 650°C je rekristalizacija končana. Pri 700°C je rekristalizacija končana že po 1 minuti.

V nerazogljčeni pločevini se pri 625°C po 15 minutah žarjenja pojavijo kali in posamezna rekristalizirana zrna ter po 55 minutah se delež rekristalizirane osnove poveča na 80% (slika 2). Po 1 minuti žarjenja na 650°C najdemo v mikrostrukturi na mejah deformiranih zrn veliko število kali in drobna rekristalizirana zrna. Stopnja rekristalizacije je 5%. Rekristalizacija je končana po 55 minutah žarjenja pri temperaturi 650°C. Pri temperaturi 700°C je rekristalizacija končana po 5 minuti. Rekristalizacija je hitrejša pri razogljčeni pločevini.

Rekristalizacija poteka v razogljčeni pločevini znotraj deformiranih zrn. Počasnejšo rast zrn v nerazogljčeni pločevini si razlagamo s prisotnostjo ogljika v obliki cementitnih izločkov, ki zavirajo rast zrn.

3.2 Poprava in rekristalizacija

Z optičnim mikroskopom ni mogoče spremljati procesa poprave, zato je najbolj primerno merilo zanjo vpliv časa in temperature žarjenja na trdoto. Na sliki 3 je prikazana odvisnost med trajanjem žarjenja in trdoto po Vickersu za nerazogljčeno in na sliki 4 za razogljčeno jeklo.

Pri temperaturah 550, 575 in 600°C je poprava počasna in zato počasno zmanjševanje trdote. Po 55 minutah žarjenja doseže trdoto 180 HV. Mikrostruktura kaže, da je po 55 minutnem žarjenju pri 625°C rekristaliziralo 80% kovine, pri 650°C pa 99% in temu ustrezno je bolj hitro zmanjšanje trdote. Zmanjšanje trdote je hitrejše pri 675 in 700°C, kjer se rekristalizacija konča že po 15 oziroma po 1 minuti žarjenja.

Rekristalizacija se prične z nastankom kali, ki se pojavijo v razogljčeni pločevini na drsnih linijah. Po določenem času žarjenja na dovolj visoki temperaturi notranjost posameznih zrn rekristalizira, nastanejo nova drobna zrna, sosednja zrna pa ne rekristalizirajo in ohranijo deformirano obliko.



Slika 1: Mikrostruktura razogljčene neorientirane elektro pločevine po 35 minutah žarjenja pri 625°C (100 x)

Figure 1: Microstructure of decarburized non-oriented electrical steel sheet after 35 minutes of annealing at 625°C (100 x)

Odvisnost med trajanjem žarjenja pri različnih temperaturah in trdoto je prikazana v semiparaboličnih koordinatah na slikah 3 in 4, kjer je na abscisi nanesen čas v $t^{1/2}$.

Izračun po Arrheniusu pokaže, da je v nerazogljčeni pločevini aktivacijska energija višja kot v razogljčeni pločevini. Vrednost aktivacijske energije je za nerazogljčeno pločevino $Q = 81,4 \text{ kJ/mol}$ in za razogljčeno $Q = 52,1 \text{ kJ/mol}$. Razliko si razlagamo s prisotnostjo ogljika, izločenega v obliki cementitnih precipitativ, ki ovirajo proces poprave verjetno z oviranjem urejanja dislokacij v polygonizacijske podmeje.

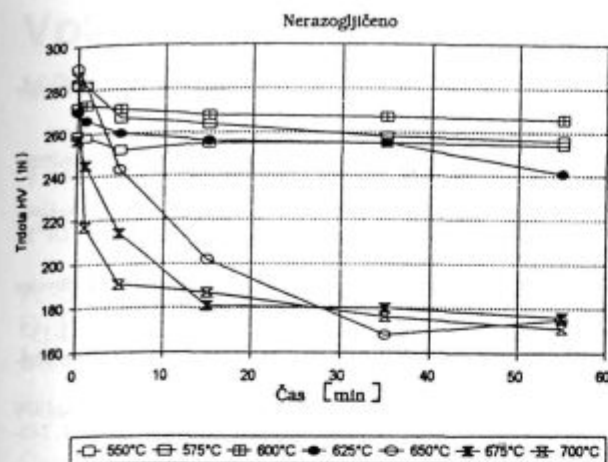
3.3 Kinetika rekristalizacije

Pri nizkih temperaturah je mogoče določiti kinetiko rekristalizacije z oceno deleža rekristaliziranega jekla. Sliki 5a in 5b prikazujeta deleže rekristalizirane mikrostrukture v razogljčeni in nerazogljčeni pločevini v odvisnosti od časa in od temperature žarjenja.



Slika 2: Mikrostruktura nerazogljčene neorientirane elektro pločevine po 15-minutnem žarjenju pri 625°C (100 x)

Figure 2: Microstructure of undecarburized non-oriented electrical steel sheet after 15 minutes of annealing at 625°C (100 x)



Slika 3: Odvisnost med časom žarjenja in trdoto po Vickersu za nerazogljčeno pločevino za različne temperature

Figure 3: Vickers hardness of undecarburized steel sheet in dependence of the annealing time and temperature

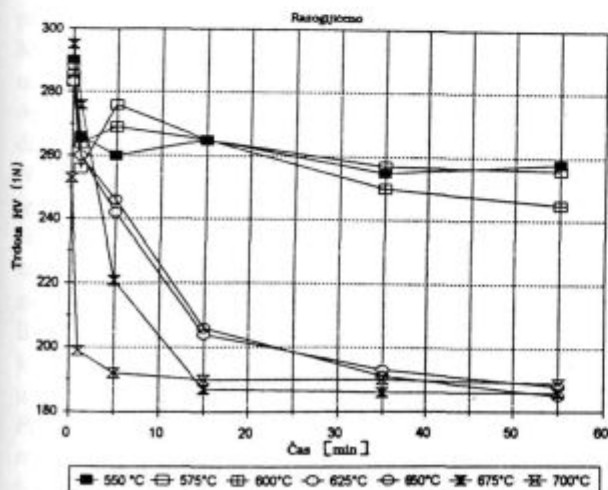
Kinetika kaže, da je pri 700°C proces rekristalizacije končan po 5 minutah žarjenja v razogljčenem in po 15 minutah v nerazogljčenem jeklu.

Aktivacijska energija rekristalizacije je za razogljčeno pločevino $Q = 133,8$ kJ/mol, za nerazogljčeno pa $Q = 131,5$ kJ/mol. Enaka aktivacijska energija kaže, da cementitni precipitati, po tem se razlikujeta obe vrsti jekla, ne vplivajo na mehanizem rasti zrn.

3.4 Kinetika razogljčenja

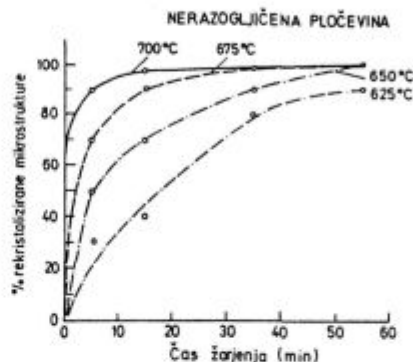
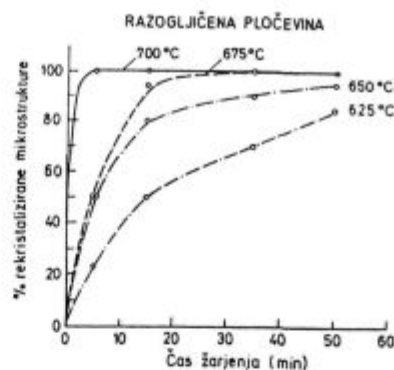
Slika 6 prikazuje kinetiko razogljčenja neorientirane elektro pločevine v temperaturnem intervalu od 550 do 700°C in pri žarjenju od 1 do 55 minut.

Med žarjenjem v atmosferi vlažnega vodika se je jeklo z začetno vsebnostjo ogljika 0,021% C razogljčilo



Slika 4: Odvisnost med časom žarjenja in trdoto po Vickersu za razogljčeno pločevino za različne temperature

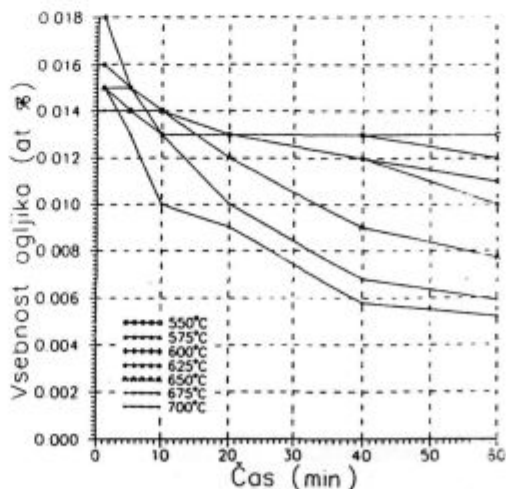
Figure 4: Vickers hardness of decarburized steel sheet in dependence of the annealing time and temperature



Slika 5 a in b: Kinetika rekristalizacije za razogljčeno in nerazogljčeno elektro pločevino pri različnih temperaturah žarjenja

Figure 5 a and b: Kinetics of recrystallization of decarburized and undecarburized non-oriented electrical steel sheets by different annealing temperature

na največ okoli 0,006% C, kar je nad dovoljeno vrednostjo, je torej razogljčenje premajhno. Vendar pa je zadostno, da je lahko vplivalo tudi na vzporedno potekajoče procese poprave in rekristalizacijo. To in oblika kinetične krivulje kažeta, da razogljčenje po 55 minutah pri 700°C še ni končano. Za doseg 0,002 do 0,003% C



Slika 6: Kinetika razogljčenja jekla za neorientirano pločevino v temperaturnem intervalu od 550 do 700°C in časih žarjenja od 1 do 55 minut

Figure 6: The kinetics of decarburization of the non-oriented steel sheet in the temperature range from 550 to 700°C and annealing times from 1 to 55 minutes

po razogljčenju je potrebna višja temperatura ali pa daljše trajanje žarjenja.

4 Sklepi

1. Raziskali smo popravo, rekristalizacijo in razogljčenje neorientirane elektro pločevine industrijske izdelave v temperaturnem intervalu od 550 do 700°C in trajanju žarjenja od 1 do 55 minut.
2. Poprava je bila edini proces izločanja deformacijske utrditve pri temperaturah 550, 575 in 600°C.
3. Proces rekristalizacije se začne na temperaturi 625°C, pri višjih temperaturah je rekristalizacija hitrejša in je končana po 1 minuti žarjenja pri temperaturi 700°C.
4. Med popravo se trdota znižuje počasi, z začetkom rekristalizacije pa se zmanjšanje trdote močno pospeši.
5. V razogljčenem jeklu so, po enakem času žarjenja, rekristalizirana zrna večja, kot v nerazogljčenem.
6. Med žarjenjem v varovalni atmosferi vlažnega vodika, se je jeklo z začetno vsebnostjo ogljika 0,021 %C razogljčilo na 0,006 %C, kar kaže, da je bila temperatura žarjenja za razogljčenje prenizka, ali pa trajanje žarjenja prekratko.

5 Literatura

- ¹ S. Taguchi: *Transaction ISIJ*, 17, 1977, 604-615
- ² M. Jenko, F. Vodopivec, F. Grešovnik, B. Praček, M. Kern: *Poročilo metalurškega inštituta* 89-002/I
- ³ D. Steiner: *Diplomsko delo*, Univerza v Ljubljani, Ljubljana 1993
- ⁴ T. B. Massalski: *Binary Alloy Phase Diagrams*, ASM, Materials Park, Ohio 1991, 1772
- ⁵ F. Vodopivec, M. Jenko, D. Hajnže, B. Drogenik, B. Praček, A. Osojnik: *Poročila Inštituta za kovinske materiale in tehnologije*, DP št. 91-002, 1991
- ⁶ R. W. Chan, P. Haasen: *Physical Metallurgy*, North Holland Physics publishing, Amsterdam 1983, 1595-1665
- ⁷ V. Marinković: *Nauk o kovinah*, skripta, Ljubljana, poglavje 8, 1-13
- ⁸ P. Cotterill, P. R. Mould: *Recrystallization and Grain Growth in Metals*, Surrey University Press, London 1976
- ⁹ C. E. Binchenall: *Physical Metallurgy*, New York, McGraw-Hill, 1959
- ¹⁰ D. Drobnyak: *Fizička metalurgija*, TM - Fakultet, Beograd, 1981, 243-325
- ¹¹ J. E. Burke, T. Turnbull: *Progr. Metal. Phys.*, 3, 1952, 220
- ¹² D. A. Aboaw: *Metallography*, 3, 1970, 383
- ¹³ F. Vodopivec, F. Marinšek, F. Grešovnik, O. Kürner: *ŽEZB*, 21, 1987, 29-37
- ¹⁴ D. Steiner Petrovič, M. Jenko, F. Vodopivec, F. Marinšek: *Kovine, zlitine, tehnologije*, 29, 1995, 1/2, 62-64
- ¹⁵ A. Kveder: *Metalurški priročnik*, 777-779, Tehniška založba Slovenije, Ljubljana 1972
- ¹⁶ F. Vodopivec, F. Marinšek, F. Grešovnik, B. Praček: *Poročilo MI*, Ljubljana 1988, 11-20
- ¹⁷ F. Vodopivec, F. Marinšek, F. Grešovnik, D. Gnidovec, B. Praček: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 134, 1990, 1-8
- ¹⁸ F. Vodopivec: *ŽEZB*, 25, 1991, 13-19
- ¹⁹ F. Vodopivec, F. Marinšek: *Steel Research*, 57, 1986, 10, 531
- ²⁰ H. V. Atkinson: *Acta Metallurgica*, 36, 1988, 3469
- ²¹ P. Brissonneau: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 41, 1984, 38-46