

JAN GROJECKI

Instytut Metalurgii Żelaza

PRZYCZYNEK DO BADAŃ REKRYSTALIZACJI STALI  
O ZAWARTOŚCI OKOŁO 3% KRZEMU

Pojedynczy kryształ żelaza jak również stopu żelaza z 3% krzemu cechuje wybitna anizotropia magnetyczna. Kierunkiem łatwego magnesowania jest w tym kryształach kierunek  $[100]$ , kierunkiem trudnego magnesowania kierunek  $[111]$ . Pośrednie własności wykazuje kryształ w kierunku  $[110]$  (rys.1).

Ta właściwość stopu żelaza z krzemem została wykorzystana praktycznie w latach trzydziestych przez Gossa, któremu udało się przez odpowiedni dobór warunków przeróbki plastycznej na zimno oraz obróbki cieplnej międzyoperacyjnej i końcowej wytworzyć w stali krzemowej o zawartości około 3% Si teksturę typu  $(110) [001]$  i dzięki temu poprawić w zasadniczy sposób własności magnetyczne blach transformatorowych. Późniejsze badania rzuciły wiele światła na mechanizm tego procesu, jakkolwiek dotychczas nie wszystkie związane z nim zagadnienia zostały ostatecznie wyjaśnione.

Stwierdzono, że tekstura Gossa powstaje w wyniku tzw. "nierównomiernego rozrostu ziarn" lub inaczej "rekrystalizacji wtórnej". W zakresie temperatur 920-1000°C w zrekrystalizowanym materiale rosną w stosunkowo niewielkiej liczbie zarodki nowych ziarn o orientacji  $(110) [001]$  kosztem otaczającego je materiału. Wielkość tych nowych ziarn nie jest ograniczona grubością blachy, jak to ma miejsce przy normalnym równomiernym rozroście, a jest zależna w pierwszym rzędzie od liczby zarodków. Przy sprzyjających warunkach ziarna wtórne osiągają bardzo duże wymiary rzędu kilku a nawet kilkunastu centymetrów kwadratowych.

Przy przemysłowym stosowaniu technologii Gossa stwierdzono jednak, że pomimo identycznej przeróbki rekrystalizacja wtórna w pewnych wytopach nie zachodzi. Uzyskiwano wówczas materiał stosunkowo drobnoziarnisty o małej anizotropii i niewielkim udziale ziarn o orientacji  $(110) [001]$ . Początkowo sądzono, że trudności te związane są ze zbyt dużą ilością

zanieczyszczeń i że rekryształizacja wtórna zachodzi najłatwiej w materiałach o bardzo dużej czystości. Dlatego też zaskakujące było początkowo spostrzeżenie Fasta[1], któremu na bardzo czystym materiale nie udało się uzyskać w ogóle tekstury Gossa. W szeregu następnych prac [2,3,4] stwierdzono wyraźny udział domieszek, a głównie siarki i azotu w zapoczątkowaniu rekryształizacji wtórnej i rozroście ziarn o orientacji (110) [001]. Wnioski i sugestie wynikające z tych prac można streścić następująco: Domieszki obecne w materiale stanowią czynnik hamujący rozrost większości ziarn. Zarodkami rozrostu nierównomiernego są tylko te nieliczne ziarna, które dzięki swej wielkości i orientacji są najmniej hamowane, a mianowicie ziarna o orientacji (110) [001] lub (100) [001] powstałe po rekryształizacji pierwotnej. Od liczby tych zarodków zależy wielkość ziarna po rekryształizacji wtórnej, liczba zarodków zaś jest ściśle związana z poprzednim procesem. Istnieje pewien zakres zawartości domieszek, przy której zachodzi rekryształizacja wtórna. Przy mniejszej zawartości hamujące działanie obcej fazy jest zbyt słabe dla spowodowania selektywnego rozrostu ziarn, zaś przy nadmiernej ilości obcej fazy także rozrost ziarn o uprzywilejowanej orientacji zostaje zahamowany.

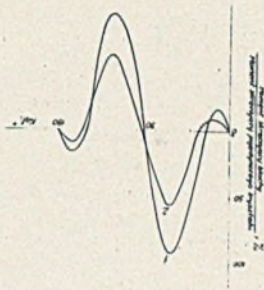
Jak wiadomo, w miarę wzrostu temperatury obróbki cieplnej ilość wydzieleni obcej fazy, przy danej zawartości domieszek, stopniowo maleje. W związku z tym selektywny rozrost ziarn winien występować przy pewnej zawartości domieszek jedynie w określonym zakresie temperatur obróbki. Materiał zgnieciony, zawierający pewną ilość obcej fazy podlegać będzie po rekryształizacji następującym przemianom:

równomierny rozrost ziarn	selektywny rozrost ziarn	równomierny rozrost ziarn
$t_1$	$t_2$	$t_3$
temperatura ->		

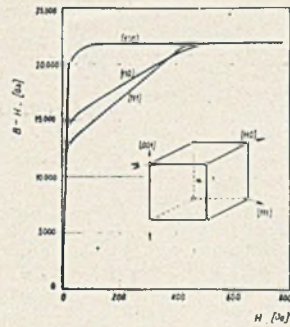
Końcowa temperatura obróbki cieplnej zimnowalcowanych blach transformatorowych wynosi zazwyczaj około  $1150^{\circ}\text{C}$  tj. znacznie powyżej temperatury  $t_3$ . Stąd wniosek, że końcowy wynik obróbki powinien zależeć od czasu przebywania materiału w zakresie temperatur  $t_2-t_3$ .

To przypuszczenie znalazło pełne potwierdzenie w naszych doświadczeniach. Próbki nagrzewane do temperatury  $1150^{\circ}\text{C}$  z różną szybkością (około  $20^{\circ}\text{C}/\text{godz.}$  i około  $1000^{\circ}\text{C}/\text{godz.}$ ) wykazały różną strukturę i różną anizotropię magnetyczną.

OPIS RYSUNKÓW



1



2



3



4



5



6



7

Nr rys.	Opis (struktura)	Powiększenie X
1	Krzywa magnesowania pojedynczego kryształu żelaza w poszczególnych kierunkach krystalograficznych.	—
2	Krzywa anizotropii zimnowalcowanej blachy transformatorowej nagrzewanej powoli — krzywa 1 i nagrzewanej szybko — krzywa 2.	—
3	Struktura blachy transformatorowej zimnowalcowanej o zawartości węgla 0,03 %.	1
4	Struktura blachy transformatorowej zimnowalcowanej o zawartości węgla 0,008 %.	1
5	Ziarna kolumnowe rosące od krawędzi w blasze transformatorowej walcowanej na zimno.	1
6	Drobnoziarnista struktura blachy transformatorowej walcowanej na zimno po końcowej obróbce cieplnej.	1
7	Struktura blachy, jak na rys. 6 po dodatkowym zgncie krytycznym i rekryształizacji.	1

Próbki nagrzewane z szybkością około  $1000^{\circ}\text{C}/\text{godz.}$  miały drobnoziarnistą strukturę i anizotropię znacznie mniejszą, niż próbki nagrzewane powoli (rys.2). Oznacza to, że ich czas przebywania w zakresie temperatur  $t_2-t_3$  był za krótki dla pełnego przebiegu wtórnej rekrystalizacji.

Jak wiadomo, stal transformatorowa w czasie procesu technologicznego podlega wielokrotnym obróbkom cieplnym (po walcowaniu na gorąco, po poszczególnych etapach walcowania na zimno). Celem tych obróbek jest homogenizacja materiału, usunięcie naprężeń, obniżenie zawartości węgla. Ze względu na końcowy wynik jest rzeczą ważną, aby temperatury tych wyżarów były niższe od  $t_2$ , w przeciwnym bowiem przypadku pożądanego rozrostu ziarn w czasie końcowej obróbki cieplnej nie zachodzi.

Obok temperatury i czasu końcowej obróbki cieplnej istotne znaczenie posiada atmosfera. W ogólności dąży się do uzyskania możliwie czystej atmosfery (wodór o niskim punkcie rosy, wysoka próżnia itd.), aby nie tylko uniemożliwić dyfuzję szkodliwych zanieczyszczeń z atmosfery do metalu, ale aby zapewnić najlepsze warunki rafinacji. Wynik końcowy zależy nie tylko od atmosfery, ważny jest również stopień rozwinięcia powierzchni, kontakt między atmosferą a metalem.

Badania obróbki cieplnej przeprowadzono w próżni  $10^{-4}\text{Tr}$  w dwóch wariantach: na pojedynczych paskach luźno zawieszonych w piecu i na blachach ciasno ułożonych w pakiety. Okazało się, że rekrystalizacja wtórna blach w pakietach nie zachodzi zawsze. Istotny wpływ posiada w tym przypadku stan materiału wyjściowego, a ściślej zawartość węgla. Stwierdzono, że na przykład przy wyjściowej zawartości węgla około 0,03% uzyskuje się strukturę niejednorodną (rys.3), podczas gdy przy początkowej zawartości węgla  $0,008\pm 0,015\%$  uzyskuje się jednorodną gruboziarnistą strukturę (rys.4). Dalsze doświadczenia wykazały, że niezależnie od operacji cieplnych, stosowanych w czasie wytwarzania blach i związanej z tym zawartości węgla można osiągnąć pożądanego przebiegu rekrystalizacji wtórnej w czasie końcowej obróbki cieplnej blach w pakietach, jeśli blachy te wstępnie wyżarzyć w utleniająco-redukującej atmosferze. Taką obróbkę przeprowadzono w wilgotnym wodorze (punkt rosy  $+15^{\circ}\text{C}$ ) przy temperaturze  $750^{\circ}\text{C}$  w czasie 5 minut.

Dalsze doświadczenia dotyczyły możliwości wywołania nierównomiernego rozrostu ziarn w blachach nie wykazujących zdolności do rekrystalizacji w normalnym procesie. Stwierdzono, że w materiale takim, ciętym przytępionymi nożycami w czasie następnej obróbki cieplnej przy wysokiej tempera-

turze mogą rosnać od krawędzi blachy duże ziarna kolumnowe (rys.5). Podobne zjawisko zaobserwowali Rathenau i Custers [5] na stopie żelaza z niklem o zawartości 50% Ni. Orientacja ziarn powstających w wyniku takiej "wymuszonej" wtórnej rekrytalizacji jest jednak inna niż ziarn będących wynikiem zwykłej wtórnej rekrytalizacji.

W innym doświadczeniu próbki z blachy obrobionej cieplnie, posiadającej drobnoziarnistą strukturę (rys.6) i słabą teksturę poddawano zgniotowi krytycznemu i następnej rekrytalizacji. Po wyżarzeniu przy temperaturze 1150°C z powolnym nagrzewaniem nastąpił znaczny rozrost ziarn, które osiągnęły wielkość zbliżoną do ziarn powstających w wyniku rekrytalizacji wtórnej (rys.7). Ten znaczny rozrost ziarn nie spowodował jednak wzrostu stopnia doskonałości tekstury (anizotropia magnetyczna nie zmieniła się) ani też poprawy własności magnetycznych.

Fakt, że wywołany w tych ostatnich doświadczeniach rozrost ziarn (uzyskany bez zmiany zawartości obcej fazy w materiale) nie prowadzi do wzrostu anizotropii blach wydaje się potwierdzać sugestię na temat roli domieszek w procesie teksturowania stali krzemowej.

#### LITERATURA

- [1] J.D.Fast - Philips Res. Rep. 11, 1956, 490.
- [2] J.May, D.Turnbull - J.Appl. Phys. Suppl. 30, 1959 nr 4, 210.
- [3] H.C.Fiedler - Trans. Met. Soc. AIME 221, 1961 nr 6, 1201.
- [4] M.Markuszewicz - Prace IH 13, 1961 nr 2, 59.
- [5] G.W.Rathenau, J.F.H.Custers - Philips Res. Rep. 4, 1949 nr 4.