

INSTITUTUL POLITEHNIC "BRAIAN VUIA" TIMISOARA
FACULTATEA MECANICA

CERCETARI PRIVIND RECRISTALIZAREA PRIMARA SI
SECUNDARA A ORELUSII JILICIOS CU GRAUURI
ORIENTATI PENTRU TRANSFORMATORI ELECTRICI

TEZA DE DOCTORAT

BIBLIOTECA CENTRALĂ
UNIVERSITATEA "POLITEHNICA"
TIMIȘOARA

INSTITUTUL POLITEHNIC TIMIȘOARA	
B	
Volume	504401
Data	207 9

Conducător științific
Prof.dr.ing.M. Arupenloșcu

Autor
ing.Constantinoseu Sara

T I M I Ș O A R A

- 1985 -

" Un obiectiv important al întregii activități este realizarea unei noi calități a muncii și vieții, accentuarea și dezvoltarea pe o bază superioară, a revoluției tehnico-științifice în România. În acest cadru, oamenilor de știință, cercetării științifice și tehnologie le revin răspunderi de mare importanță care necesită concentrarea tuturor forțelor de cercetare, învățământ și producție într-un tot unitar, în vederea realizării tuturor programelor din fiecare domeniu de activitate."

NICOLAE CIABOANĂ

Terminând această lucrare, rodul unei munci îndelungate și asidue, țin în seamă cele mai vii mulțumiri și încredințări din partea conducătorului lucrării - prof. dr. ing. Maria Trușculescu care pe tot parcursul elaborării acestei lucrări coordonant activitatea cu cea mai înaltă competență, îndrumând în mod cel mai înțelept exigența și vigoarea științifică cu înțelegerea și bunăvoința. În mulțumesc pentru afecțiunile, grije și atenția acordate pe tot parcursul elaborării lucrării și pentru răbdarea și bunăvoința cu care m-a ajutat să realizez lucrarea în forma finală îndrumându-mă permanent la originalitate și autodepășire. Utilizându-mă exemplul personal de abordare a unei teme de cercetare, stilul de muncă plin de tenacitate, perseverență și dăruire de care am reușit să ținem în condiții bune prezenta lucrare.

Cuprins

	Pag.
Introducere	1
1. Stadiul actual al cercetării și fabricației benzilor din oțel silicioasă cu grăunți orientați pentru transformatori electrici.	5
1.1 Principiile metalurgice de fabricație a benzilor din oțel silicioasă cu grăunți orientați.	10
1.2 Parametrii tehnologici folosiți la fabricarea benzilor din oțel silicioasă cu grăunți orientați	17
1.3 Bazele teoretice ale formării texturii cristalografice la recristalizarea oțelului cu 3 % Si	35
2. Materiale și metodologia de corectare	52
2.1 Metodologia generală de corectare	52
2.2 Simularea în laborator a regimurilor termice de recristalizare primară și secundară	
2.3 Metodologia de determinare a texturii cristalografice prin difracție de raze X și din curba momentului magnetic .	59
2.4 Metodologia de analiză cu microscopul electronic a densității și repartiției precipitatelor inhibitoare de MnS.	64
2.5 Metodologia de analiză a procesului de recristalinare primară prin microscopie electronică de transmisie pe folii subțiri.	70
3. Rezultatele obținute	
3.1 Studiul caracteristicilor structurale și cristalografice ale benzii laminată la cald din oțel 3 % Si.	77
3.2 Studiul caracteristicilor structurale și cristalografice ale benzii după laminare la rece.	82
3.2.1 Determinarea texturii cristalografice.	82
3.2.2 Distribuția și densitatea precipitatelor inhibitoare de MnS.	85
3.2.3 Determinarea densității de dislocație și orientarea fragmentelor de grăunți prin microscopie electronică de transmisie.	88

3.3	Studiul prin microscopie electronică de transmisie a modificărilor substructurii în etadiile recristalizării primare.	94
3.3.1	Formarea calculilor de dislocații	94
3.3.2	Poligonizarea, formarea gemenilor de noi cristale, orientarea subgrăunților.	95
3.3.3	Croșterea subgrăunților, terminarea recristalizării primare.	104
3.4	Analiza prin microscopie optică a recristalizării secundare, corolat cu analiza inhibitorului în fiecare etapă.	119
3.5	Determinarea modificărilor de textură în fazele recristalizării secundare.	125
3.6	Corolarul caracteristicilor structurale și cristalografice ale benzii cu proprietățile magnetice finale și încadrarea pe clase de calitate a fabricației industriale.	128
4.	Concluzii	137
5.	Bibliografie	144

INTRODUCERE

Activitatea de cercetare și proiectare tehnologică sub îndrumarea tovarășei academiciene dr.ing. Elena Șoșogean, ilustră un deosebit interes științific, științific, ca politic, prin vicepreședintele al Comitetului de Ministri, președintele Comitetului Național pentru Știință și Tehnologie, a cunoscut o creștere constantă privind modul de abordare și nivelul de rezolvare a problemelor legate de dezvoltarea întregii economii naționale inclusiv a ramurii metalurgice.

Astăzi, după câțiva ani de activitate încercată, metalurgia noastră continuă să fie frământată cu probleme deosebit de serioase pentru menținerea în producție a principalelor agregate și fluxuri tehnologice în condițiile în care "piața oțelului" cunoaște încă anumite restricții și limitări. Prognosticele pentru anul 1989 și în continuare departe de a fi optimiste sînt cel mult "rezolvate" și tocmai de aceea, cercetarea și proiectarea tehnologică din metalurgie este esențială - așa cum sublinia tovarășul Nicolae Șoșogean, secretarul general al Partidului la Plenara Comitetului Suprem al Dezvoltării Economice din decembrie 1983 - mai mult de oricînd să găsim și să stabilim soluții, în primul rând pentru valorificarea cea mai bună a bazei proprii de materii prime, creșterea productivității, creșterea calității și diversificarea gamei produselor pe care producătorul de oțel le asigură consumatorilor și obținerea pe aceste căi a competitivității în desfășurare și stabilirea unor contracte de lungă durată.

Situația de concurență a metalurgiei mondiale, a bazei sale energetice și de materii prime evidențiază că s-a făcut dințită și de metalurgia noastră, dar amare a răsunetelor luate de conducerea partidului și statului nostru, industria metalurgică a cunoscut o constantă dezvoltare, iar prin programul de investiții în care de configurare alturi de creșterea unor noi obiective, accentuăm la modernizarea importantă a unor fluxuri existente. În acest context de căutare și preocupări, cercetarea, proiectarea tehnologică și învățămîntul superior metalurgic a fost antrenat și integrat în măsură și mai mare, cu atât mai mult cu cît complexitatea și diversitatea problemelor care ne cer să fi soluționate a crescut foarte mult.

Intre problemele prioritare ce se impun a fi rezolvate de industria metalurgică e ponderea mare ocupă tabla aliajică necesară industriei electrotehnice, ramuri cu tradiție și în plin avânt în țara noastră. Producerea de table aliajice cu proprietăți competitive pe plan mondial semnificativ astfel obținere de valori ale inducției magnetice de ordinul 1,9 - 2,1 T și de pierderi magnetice de $0,4 \text{ W/kg}$. Obținerea unor asemenea valori pentru proprietățile fizice menționate este posibilă numai prin cunoașterea profundă a transformărilor structurale ce se produc pe parcursul procesului tehnologic de fabricație a tablei aliajice.

Rezultatele cercetărilor efectuate în acest domeniu au arătat că materialul considerat capătă proprietăți tehnice utile numai în urma unui ansamblu de operații de formare plastică - tratament termic în decursul cărora se inițiază și se dezvoltă procese structurale ce implică mișcări ale atomilor și defectelor cristaline constituirii și dizolvării unor compuși, transformări la nivelul rețelei cristaline etc. Multitudinea de date experimentale acumulate în acest domeniu, conducând la formarea unei imagini satisfăcătoare a mecanismului microscopice ce conduce la proprietăți așteptate, lasă nerezolvate o mare varietate de probleme ce privesc atât evoluția proceselor structurale comparate, cât și corelarea lor cu proprietățile finale, magnetice ale materialului.

Unirilor ob-și aduc contribuția la efortul științific și tehnic de perfecționare a procesului tehnologic de elaborare a benzii aliajice, la lucrarea de față au abordat trei dintre problemele încă neelucidate și care privesc procesele structurale în aliajale Fe-Si : 1) evoluția structurii și texturii materialului pe fluxul de fabricație ; 2) evoluția structurii materialului în procesul de recristalizare primară ; 3) influența particulelor inhibitorie în inițierea și dezvoltarea texturii (110) [001] .

În toate problemele abordate procesele menționate sînt determinate de mecanismul ce are loc la nivelul rețelei cristaline ; acest aspect a impus utilizarea unei metodologii de lucru bazate pe o operațiune de înalt nivel tehnic.

Prin acest capitol al lucrării cuprindem un studiu documentar privind stadiul actual al cercetărilor și fabricației benzilor din oțel aliajic cu graupă orientată pentru transformatori electrici, ce prezintă evoluția evoluției aliajice pe piața mondială și diferitele variante de fabricație.

Ținând cont de posibilitățile și dotarea industrială la noi în țară s-a trecut la fabricarea oțelului silicioasă cu grăunți orientați în varianta sulfidică. Pe baza datelor din literatură și a rezultatelor obținute pînă în prezent se prezintă principiile metalurgice de fabricație și influența diferiților parametri tehnologici ce concurează la realizarea unui nivel de calitate.

Se prezintă de asemenea pe larg bazele teoretice ale formării texturii cristalografice la recristalizarea oțelului silicioasă, proces ce constă din ce sînt obiectivul principal lucrării.

În capitolul 2 sînt expuse metodele și tehnicile de lucru. Avînd în vedere faptul că această lucrare sînt propuse investigații unui proces ce are loc la scară microscopică, a fost necesară utilizarea unor metode de analiză avansate, o tehnică de lucru și o operațiune modernă.

Astfel, pe lângă analiza metalografică clasică și determinarea caracteristicilor magnetice pe instrumente obișnuite, s-a utilizat metoda determinării texturii prin difracție de raze X și măsurarea zigurilor de poli; structura metalului a fost analizată prin microscopie electronică pe folii subțiri, utilizarea pentru prima dată în cercetarea metalurgică a analizării unui proces variabil cu o viteză directă a evoluției transformărilor la scară microscopică.

De asemenea, se vorbeste utilizarea unor metode de analiză statistică la prelucrarea și interpretarea rezultatelor. Pentru obținerea unor date complete și pentru verificarea veridicității valorilor obținute s-a recurs de multe ori la studii comparative prin mai multe metode de investigație și analiză.

În capitolul 3 sînt prezentate experimentările efectuate, analiza și interpretarea rezultatelor obținute. S-au efectuat analize pe probe prelucrate din diferite etape ale procesului de fabricație și pe probe prelucrate în laborator. Astfel, s-au făcut studii de textură pe condiții laminată la cald, normalizată, laminată la rece și în stare finală. S-au tratat probe în laborator și s-au efectuat studii de microscopie electronică privind evoluția structurii și orientării grăunților în procesele de recristalizare primară și secundară, încercări cuclarea datelor obținute pe aceste probe cu cele industriale. Experimentările au fost continue astfel încît rezultatele obținute sînt complete și chiar cu corectese valorile anumitor parametri tehnologici ce intervin pe timpul industrial de fabricație. Astfel, s-au putut trage concluzii asupra gradului de deformare, temperaturii de recristalizare primară și

...sunt, asupra importanței existenței fazei inhibitoare în structură și rolul ei în obținerea texturii cristalografice.

În finalul lucrării se prezintă corelația caracteristicilor structurale și cristalografice ale benzii cu proprietățile magnetice finale, evidențindu-se importanța realizării unor benzi de calitate.

Sunt evaluate comparativ benzi din două clase de calitate, evidențindu-se concurența de metal și energie electrică ce rezultă în urma procesării unei benzi de calitate superioară, obiectiv ce constituie în final țelul prezentei lucrări.

Scopul Studiul actual al cercetării și fabricației
benzilor din oțel aliat cu graunți orientați
pentru transformatori electrici.

Introducere

Fabricația benzilor electrotehnice din oțel aliat cu Si a început în Germania în anul 1903, livrarea făcându-se în stare laminată la cald. În anul 1934, N.P.Goss patentează procedeul de fabricație a benzilor electrotehnice cu textură cristalografică (110) < 100 >. Procedeul care-și poartă numele folosește două laminări la rece, cu inhibitor de recristalizare secundară și recoacere finală la 1100°C. Producția industrială a benzilor electrotehnice după acest proces a început la ARMOG STEEL CORPORATION în SUA și s-a extins prin cumpărare de licență la majoritatea țărilor industrializate, fiind procedeul folosit și în prezent pentru producerea celei mai mari părți (80 %) a benzilor electrotehnice cu graunți orientați.

Producția mondială de benzi electrotehnice a crescut proporțional cu producția de energie electrică, înregistrând creșteri spectaculoase în ultimele decenii, în special în Japonia (fig.1,2).

Calitatea benzilor electrotehnice s-a îmbunătățit ca de obicei datorită progreselor generale făcute în metalurgie și prin folosirea de utilaje tot mai perfecționate, fără să se aducă modificări esențiale procesului brevetat de Goss, denumit și procesul convențional.

Un progres remarcabil la fabricația benzilor electrotehnice cu graunți orientați a fost obținut în anul 1968 de firma Japanese Nippon Steel Corporation, prin realizarea benzilor cu graunți orientați având permeabilitatea magnetică $\mu_n = 1,90 \text{ Mb/m}^2$ la 100A/m, cunoscute sub numele de benzi HIB.

Principial, fabricarea benzilor cu graunți orientați tip HIB se bazează pe folosirea unui inhibitor mai eficient de recristalizare (Al N - față de Mn) din procedeul convențional, creșterea gradului de reducere la ultima laminare la rece (80-90%) și acoperirea benzii cu un lac tensionat.

Utilizarea benzilor HIB la fabricația transformatorilor de putere

a doua la creșterea performanțelor acestor produse ca urmare a calității superioare a conșii (fig.3).

În tabelul 1 se arată schematic fluxurile tehnologice folosite pentru fabricația bobinelor electrotehnice prin procedul HIB, și procedoul convențional OC&C.

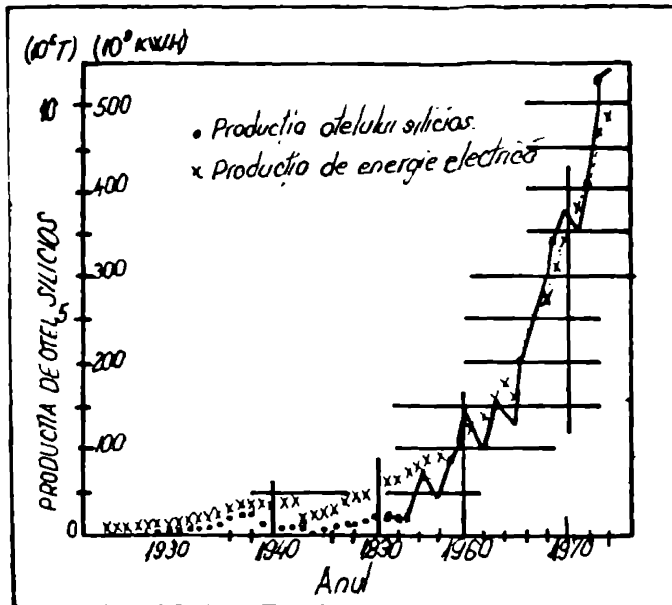


Fig.1 Producția oțelului silicios și de energie electrică în Japonia. / 1 /

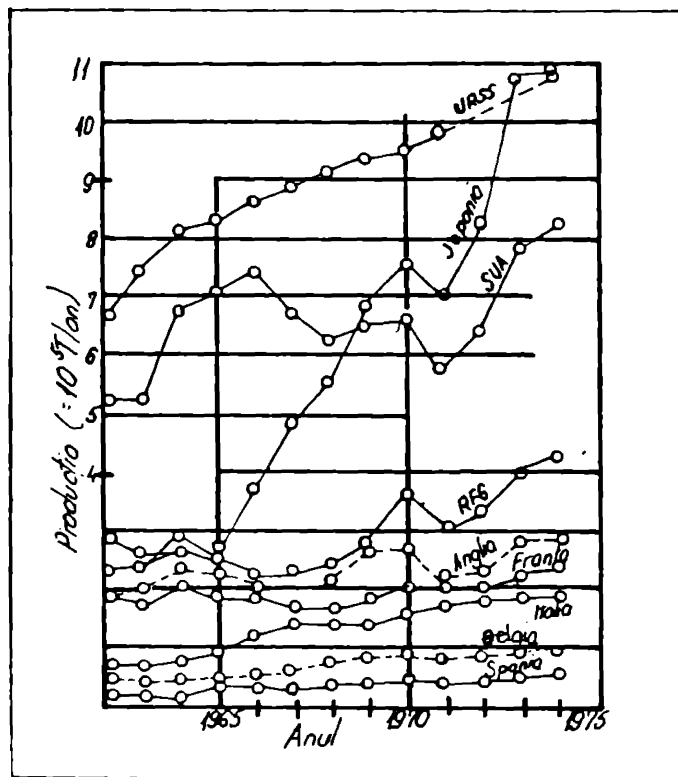
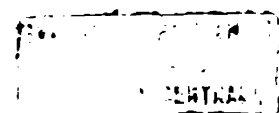


Fig.2 Producția oțelului silicios în diferite țări industrializate. / 1 /



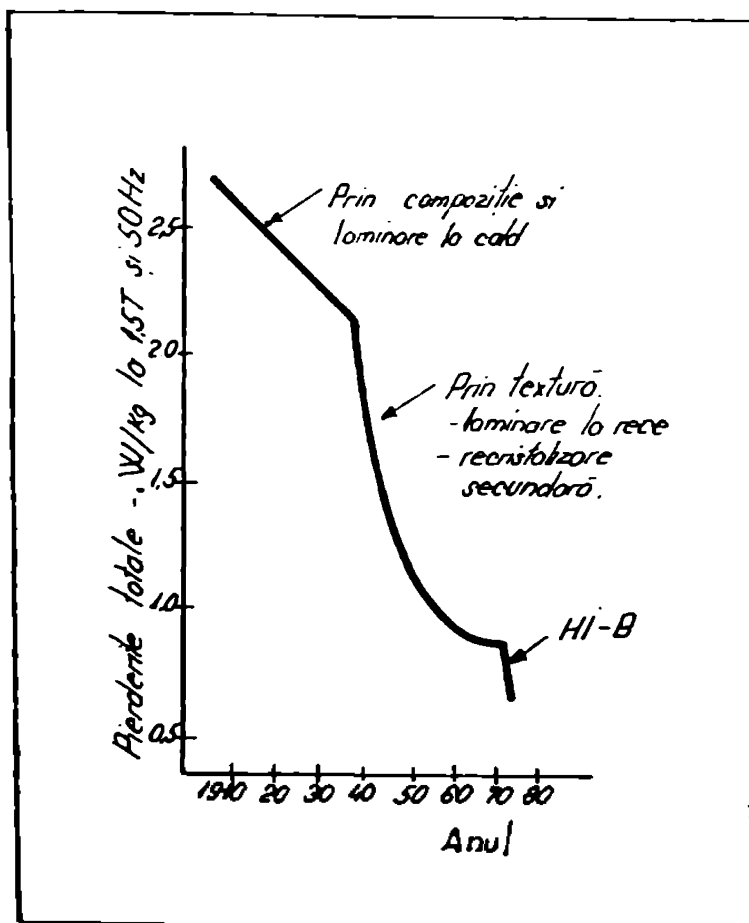


Fig.3 Cile de reducere a pierderilor magnetice pe benzile electrotehnice / 1 /

Tabelul 1

Fabricarea benzilor electrotehnice și pierderile maxime garantate

H I B
Convențional

NIPPON, ALLEGHENY, TERNI
KAWASAKI

Procedeu de fabricație	Elaborare oțel(AIN, B)	Elaborare oțel(Sb, Se)	Elaborare oțel(Mn, S)
Laminare la cald	Laminare la cald	Laminare la cald	Laminare la cald
Călire de punere în soluție	Normalizare	Normalizare	Normalizare
Laminare la rece (85-90%)	Laminare la rece Recoacere	Laminare la rece Recoacere	Laminare la rece Recoacere
Decarburare	Laminare la rece (65%) Decarburare	Laminare la rece (60%) Decarburare	Laminare la rece (60%) Decarburare
Recoacere înaltă	Recoacere înaltă	Recoacere în 2 stadii	Recoacere înaltă
Pierderi maxime garantate	Marca	Marca	Marca
(W/kg la 1,7T și 50 Hz)	M4H	M6	M6
	M3H	M5	M5
	M2H	M4	M4
	M1H	1,16	1,26
	M0H	1,05	1,05
		0,35 mm.	0,35 mm.
		1,37	1,58
		1,28	1,44
		1,22	1,26

1.1. Principiile metalurgice de fabricație a benzilor din oțel silicioasă cu grăunți orientați

Benziile electrotehnice din oțel silicioasă cu grăunți orientați sînt benzi din oțel cu 3% Si care au 85-90% din grăunți orientați în direcția magnetizării ușoare și anume, cu textura (110) <ool> avînd o dispersie mare față de orientarea ideală de 100° .

Proprietățile magnetice corespunzătoare unei calități superioare de bandă electrotehnică (14) sînt următoarele :

- inducția magnetică măsurată la 500 A/m (2G) este de cca 1,83
- inducția de saturație magnetică este de 2,00 T;
- pierderile magnetice la 1,7T sînt de 1,36 W/kg;

Pentru a ușura înțelegerea principiilor metalurgice de fabricație a benzilor electrotehnice, se va face o trecere în revistă a principalelor factori care influențează proprietățile magnetice .

1.1.1. Rezistența electrică

Creșterea rezistivității electrice duce la scăderea pierderilor magnetice prin curenți Eddy. Creșterea rezistivității se obține prin alierea oțelului cu Si pînă la limite tehnologice de fabricație. Alierea cu Si nu poate depăși 4% din cauze fragilizării nocive a oțelului și datorită faptului că, pe măsură alierii fierului cu Si, rețeaua cristalină se tensionează și inducția magnetică începe să scadă. În fig.4 se prezintă variația pierderilor magnetice în funcție de conținutul de Si .

1.1.2. Grosimea benzii

Reducerea grosimii benzii are ca efect reducerea pierderilor prin curenți Eddy și deci a pierderilor totale prin întreruperea circuitului curenților turbionari, dar scade productivitatea la fabricația benzilor electrotehnice și a transformatorilor electricei .

În SUA și Europa se fabrică benzi electrotehnice cu grosimi de 0,27 mm față de 0,30 mm în Japonia, pentru a compensa calitatea metalurgică superioară a produselor japoneze, fig.5 prezintă influența grosimii benzii asupra pierderilor magnetice ale unor benzi cu grăunți orientați.

1.1.3. Mărimea granulăției

Mărimea granulăției condiționează mărimea domeniilor magnetice (cu cât granulăția este mai mare, energia necesară orientării domeniilor magnetice este mai mare și pierderile magnetice prin histeresă vor fi mai mari). Inducția magnetică este în general influențată favorabil de mărimea granulăției, în primul rând datorită creșterii orientării cu creșterea granulăției.

(Cea mai bună orientare a oțelului cu grăunți orientate ideal este realizarea unui oțel cu permeabilitate ridicată și granulăție mai fină.

În fig. 6 și 7 se prezintă influența lungimii grăunților (măsurată în direcția de laminare) asupra pierderilor și a inducției magnetice.

1.1.4. Gradul de orientare al grăunților

Benziile cu grăunți orientați de tip GOSB au o dispersie medie față de orientarea ideală (110) $\langle 001 \rangle$ de aproximativ 7° (14) . Gradul de orientare al grăunților este foarte bine reprezentat de densitatea fluxului magnetic (inducția) la 600 A/m (28) care este cu atât mai mare, cu cât orientarea cristalografică este mai avansată. Graficul din Fig. 8 indică scăderea pierderilor magnetice cu creșterea gradului de orientare măsurat prin valoarea inducției B_2 .

1.1.5. Textura cristalografică (110) $\langle 001 \rangle$

În cazul benzilor electrotehnice pentru transformatori textura cristalografică ostinde anisotropia magnetică a monocristalului de Fe-Si la volumul întregii benzi, îmbunătățind proprietățile magnetice ale benzi în direcția de laminare.

Contra rașunii c.v.t. a fluxului direcția de magnetizare cea mai ușoară este după direcția muchiei cubului elementar $[100]$, iar direcția de magnetizare cea mai grea este după diagonala cubului $[111]$.

Permeabilitatea magnetică maximă teoretică a oțelului este 4000 Oe . Practic, cel mai pur oțel tot are impurități care scad permeabilitatea; practic, permeabilitatea maximă este de 1900 Oe . Aceste performanțe cer un oțel care să aibă o orientare apropiată de a monocristalului cu direcțiile de magnetizare ușoară paralele cu direcția de laminare. În prezent se obțin benzi din oțel cu 5% cu textura $(110) \langle 001 \rangle$.

Accoantă textură are grăunții cu planul diagonal (110) paralel cu suprafața benzi și direcția muchiei cubului $\langle 001 \rangle$ paralelă cu direcția de laminare și se numește "textura GOSB" sau "cab pe muchie".

Fiecare grăunțe din oțel silicios este împărțit (conform te-

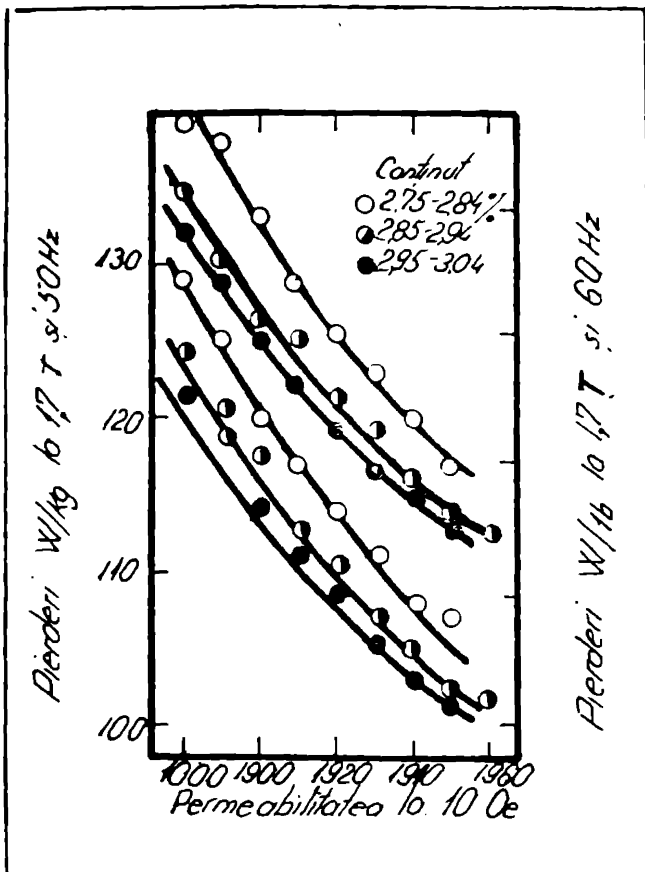


Fig.4 Influența conținutului de Si asupra pierderilor magnetice totale, / 2 /

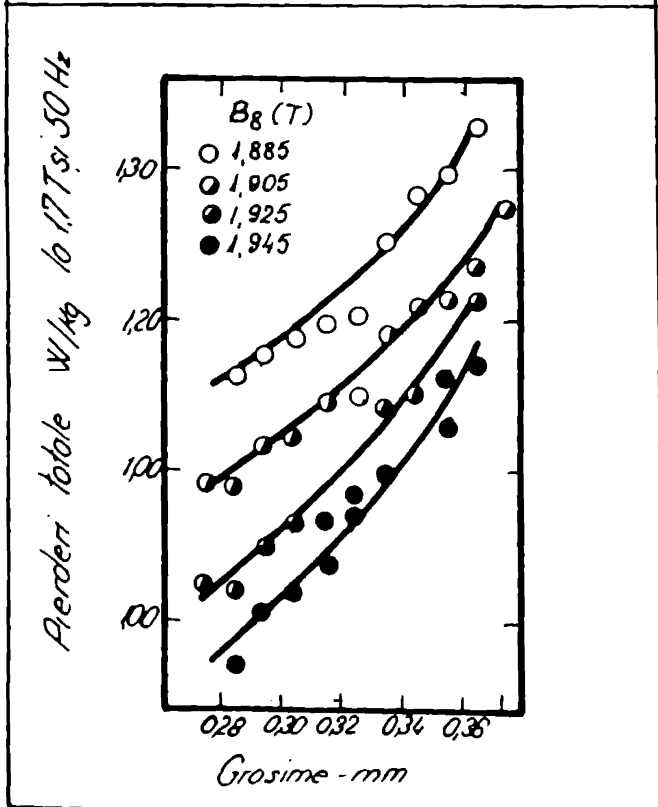


Fig.5 Influența grosimii benzii asupra pierderilor totale, / 1 /

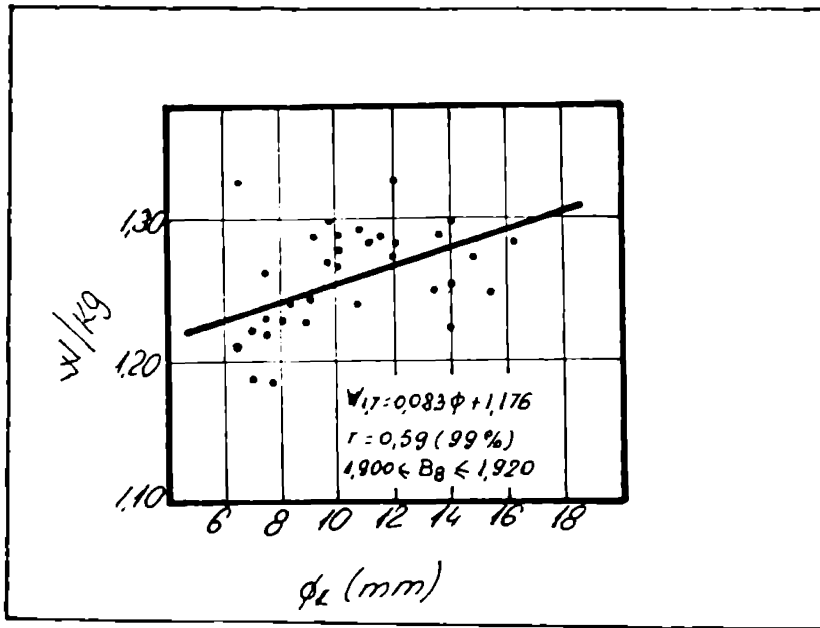


Fig.6 Influența mărimii grăunților asupra pierderilor magnetice totale

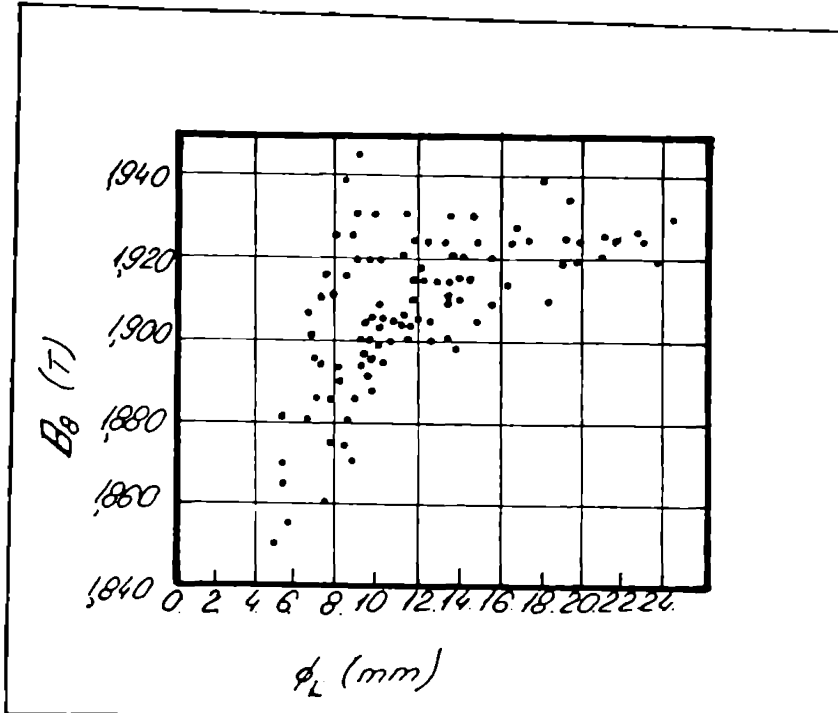


Fig.7 Influența mărimii grăunților asupra inducției magnetice

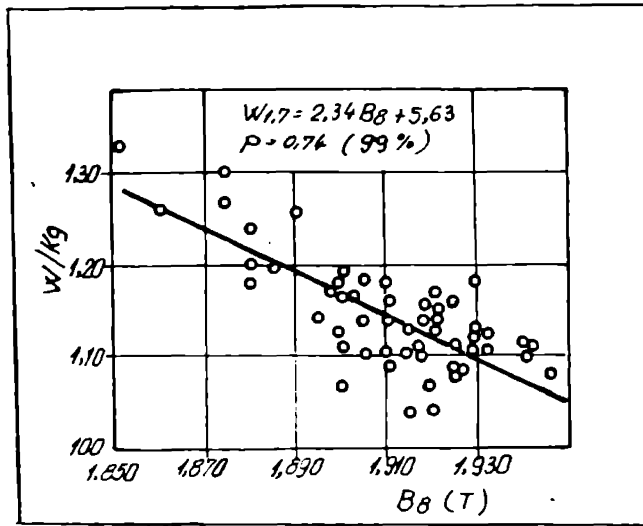


Fig.8 Influența gradului de orientare (11c) [cc] măsurat prin inducția B_8 asupra pierderilor magnetice

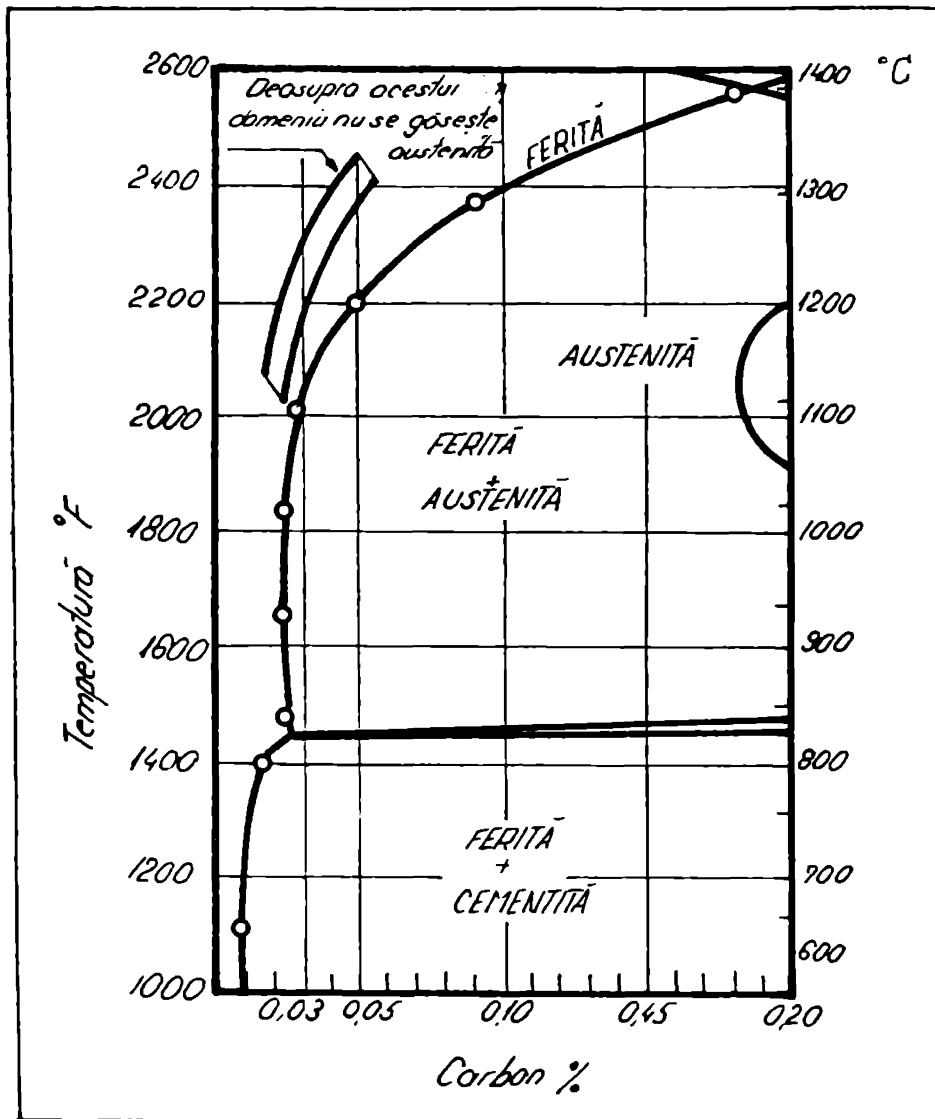


Fig.9 Diagram de echilibru Fe-C pentru un oțel cu 0,5% C

orici domeniilor magnetice a lui Weiss) într-un mare număr de domenii magnetice, mici blocuri de rețea complet magnetizate. Singurul mod în care un domeniu poate fi demagnetizat este încălzirea sa deasupra temperaturii Curie.

La grăunții de oțel silicioși vectorul de magnetizare se este direcționat de-a lungul direcției de magnetizare ușoară $\langle 100 \rangle$. Întrucât în rețeaua C.V.C. există șase direcții $\langle 100 \rangle$ pentru alinierea tuturor domeniilor cu vectorul se orientat la fol, trebuie aplicat un câmp magnetic exterior care acționează cu egală măsură, cu cât textura este mai perfectă.

În calculele teoretice și cercetările experimentale rezultă că o astfel de textură se formează în mod obișnuit în buștile laminare la rece și recristalizate din metale cu structură C.V.C., ponderea texturii depinzând de energia înmagazinată la laminare în sistemul cristalografic respectiv și condițiile de eliberare a acestuia, factori care la rândul lor depind de gradul de reducere în timpul laminării și temperatura de recristalizare. La acest nivel al cunoștințelor teoretice, practica tehnologică încearcă să obțină buștile pentru electrotehnica cu textură "sub pe muchie" favorabilă proprietăților magnetice, prin alegerea corectă a gradului de reducere și condițiilor de recristalizare.

Textura cristalografică $(110) \langle 001 \rangle$ se obține în timpul recristalizării finale la temperatură ridicată prin recristalizarea secundară preferențială a grăunților orientați $(110) \langle 001 \rangle$ fenomenul constă în creșterea preferențială a grăunților $(110) \langle 001 \rangle$ prin consumarea grăunților vecini și este controlat de următoarea ecuație

$$E/V = K \left(\frac{GM}{DM} - \frac{GG}{DG} \right) - I \quad (1) [3]$$

unde :

- E/V = energia de recristalizare secundară pe unitatea de volum V ;
- K = constantă;
- GM = energia limitelor de grăunți ai masei de bază a oțelului înainte de recristalizarea secundară ;
- DM = diametrul mediu al grăunților masei de bază a oțelului înainte de recristalizarea secundară;
- GG = energia limitelor între grăunții cu orientare $(110) \langle 001 \rangle$ și grăunții masei de bază înainte de recristalizarea secundară;
- DG = diametrul mediu al grăunților cu orientare $(110) \langle 001 \rangle$ existenți în matrice înainte de recristalizarea secundară ;
- I = forța de inhibare a mișcării limitelor de grăunți de către precipitații de inhibitor.

Recristalizarea secundară a grăunților (llo) < col > este cu atât mai puternică cu cât forța de inhibare a precipitațiilor I este mai mare, cu cât energia grăunților (llo) < col >, DG este mai mare, și cu cât diametrul grăunților (llo) < col >, DG este mai mare decât diametrul mediu al grăunților masei de oasă, DM , înaintea începerii recristalizării secundare .

Procedeele de fabricație a oaselor electrotehnice folosesc pentru creșterea forței de inhibare a migrației limitelor de grăunți, unii sau mai mulți inhibitori, ca de exemplu : MnS (Goss - SUA, AHN (Nippon Steel - Japonia), Ni (Allegheny Ludlum - SUA), AlN + MnS (Terni - Italia), Se + Sb (Kawanishi Steel - Japonia) .

1.2.6. Condiții impuse fazii nemetalice (inhibitorului)

Stimularea procesului de formare a texturii, în care măsură este determinată de gradul de dispersie a incluziunilor.

La punct de vedere termodinamic, frinarea creșterii grăunților cu incluziuni nemetalice se datorează faptului că occluzia de către limită a particulei străine duce la creșterea întinderii suprafeței într-o fază grăunț-incluziuni și ca urmare la creșterea energiei superficiale a grăunțului în creștere . Forța F care frânează migrația limitelor în prezența celei de-a doua faze , este egală cu

$$F = \frac{3 \sigma \sqrt{q}}{d} \quad (2) \quad [5]$$

unde :

- q = ponderea volumetrică a incluziunilor ;
- d = dimensiunea medie a incluziunilor ;
- σ = energia superficială la limita incluziunii - matrice .

Dimensiunea maximă a grăunților D , după care migrația limitelor de întrecere, este egală cu :

$$D = \frac{d}{2} \quad (3) \quad [8]$$

Ca urmare, siguranța stabilizării matricei crește odată cu creșterea gradului de dispersie a incluziunilor la un volum total constant al acestora și respectiv cu creșterea gradului de neconvexitate a rețelei matricei și incluziunilor.

Pentru a-și îndeplini rolul de inhibitor, particulele de fază nemetalică trebuie să îndeplinească următoarele condiții :

- să rămână stabile, adică practic să nu se disolve în fază și să

nu se dezvoltă pînă la temperatura de început și de recristalizare secundară;

- să se dizolve la temperatura de recristalizare secundară pentru a permite creșterea grăunților;

- cantitatea de inhibitori trebuie să fie optimă. La o cantitate insuficientă de inclușiuni nu se respectă condiția stabilizării matricei. La excelență de inclușiuni, forța lor de frînare poate să atingă de mare, însoțit chiar și la temperaturi care depășesc temperatura de început de recristalizare secundară, migrarea limitelor grăunților se va produce lent și centre potențiale de creștere (grăunți cu orientare preferențială) nu vor fi avantajate prea mult dimensional față de ceilalți grăunți mari, și procesul de formare a texturii nu se va dezvolta.

- să fie uniform distribuite în matrice și să aibă o compoziție omogenă. Cinetica creșterii grăunților secundari depinde de uniformitatea desfășurării acestui proces în volumul metalului. Dacă diferiți grăunți sau porțiuni din limitele lor sînt blocați cu inclușiuni de compoziție diferită sau în cantitate diferită, atunci vor fi favorizați la creștere acei grăunți care vor avea în limitele lor concentrate inclușiuni mai puține și mai puțin stabile, sau inclușiuni care posedă o viteză de coagulare mai mare. Ca rezultat, unii grăunți cu orientare arbitrară pot crește pînă la dimensiuni mari, în timp ce alții pot rămîna relativ mici.

1.2. Parametrii tehnologiei folosiți la fabricarea benzilor din oțel silicios cu grăunți orientați .

În tehnologia industrială de obținere a benzilor cu textură cristalografică orientată dirijată, intervine un număr foarte mare de parametri tehnologici care concurează la desfășurarea corectă a fenomenelor de texturare prezentate în paragraful precedent. Realizarea acestor parametri constituie, în general, subiectul unei serii de brevete realizate prin îndelungate experimentări. Principial, tehnologia de realizare a benzilor pentru electrotehnice cu textură orientată dirijată, trebuie să respecte următorii parametri:

- Alegerea în compoziția oțelului a elementelor care formează fază secundară în cantitate optimă pentru a putea juca rolul de inhibitor. Astfel, pentru formarea unei cantități suficiente de MnS în benzile electrotehnice, oțelul trebuie să conțină $S \approx 0,02\%$ și raportul $Mn/S = 1,72$;

- Încălzirea pentru laminarea la cald trebuie făcută la temperaturi la care fază secundară este complet dizolvată în masa de bază a oțelului, atomii elementelor constituenți fiind uniform repartizați în

material. Benzile electrotehnice trebuie încălzite pentru completa dizolvare a MnS și uniformizarea repartiției atomilor de Mn și S la circa 1400°C;

- În timpul și după laminare, benzile trebuie răcite rapid în intervalul de temperaturi în care faza secundară precipită. Pentru benzile electrotehnice intervalul acesta este 1200-900°C. În urma răcirii rapide, faza secundară de dimensiuni submicroscopice se obține în dispersie în toată masa, putând juca un rol activ de inhibitor la recristalizare;

→ Gradul de reducere la laminare la rece se alege astfel ca planale și direcțiile cristalografice care urmează să formeze textura, să aibă maximum de energie înmagazinată la deformare. S-a determinat experimental că gradul de deformare optim pentru benzii electrotehnice cu texturi "oub pe nucleie" este 50-60.;

- Încălzirea la recristalizarea secundară se face la temperaturi care să permită dizolvarea MnS și creșterea putericii a grăunților orientați. Practic, încălzirea pentru recristalizarea secundară se face la 1100-1200°C. Acești parametri acționează în diverse etape ale procesului de fabricație a benzilor electrotehnice din oțel silicioasă cu grăunți orientați, proces ce este prezentat schematic în continuare.

1.2.1. Elaborarea oțelului

Procedul cel mai răspândit este procedul de elaborare în convertor cu oxigen (Japonia, SUA), urmat de procedul de elaborare în cuptorul electric (Italia, Araco-SUA). Deși metoda de elaborare nu influențează major proprietățile finale ale produsului, esențială fiind realizarea compoziției chimice, totuși elaborarea oțelului trebuie astfel condusă încât să ducă la un oțel cât mai curat.

Incluziunile de MnS și AlN, care sînt folosite ca inhibitori de recristalizare, sînt înlăturate din oțel în timpul tratamentului de recoccare la temperaturi ridicate. Celelalte incluziuni ca de ex. SiO₂ și Al₂O₃ nu mai pot fi înlăturate și rămîn în produsul final în mîcare în care creau în lingou. Cantitatea de incluziuni, și mai ales distribuția lor influențează în mod negativ pierderile magnetice totale datorită creșterii pierderilor prin hysteresis.

Intrucît realizarea compoziției este considerată principalul al elaborării oțelului silicioasă pentru benzii electrotehnice, în continuare se vor prezenta limitele de variație și influența elementelor de aliere asupra proprietăților finale ale benzilor.

Siliciu este principalul element de aliere din compoziția oțelului silicioasă și are două principale efecte pozitive :

1- reduce pierderile magnetice prin curenți Eddy ca urmare a creșterii rezistivității oțelului;

2- mărește domeniul α al oțelului astfel că la valori mai mari de 2,9% Si, oțelul este monofazic feritic (fig.9). Efectele pozitive ale siliciului nu pot fi exploatate în întregime, deoarece la creșterea peste 4% a procentului de Si, oțelul devine complet fragil la deformarea la rece. De asemenea, inducția de naturăție scade cu creșterea conținutului de Si al oțelului.

Pe baza datelor experimentale obținute după ani de cercetare, literatura de specialitate prezintă diagrama cu cea din fig.10 din care se poate observa variația pierderilor magnetice cu conținutul de Si și cu temperatura după ultima cafe degrosiere (14). Practic la temperatura D4 este 1240-1270°C rezultă un conținut optim de Si de 3-3,2%.

Manganul Diagrama din figura 11 prezintă variația pierderilor magnetice funcție de conținutul de Mn și temperatura la D4. Se observă că procentul optim de Mn este 0,570-0,625%.

Sulfur Pe aceeași considerente, conținutul optim de S este stabilit la valoarea 0,024-0,028%, în conformitate cu datele prezentate în fig.12.

Produsul MnS

Sulfura de mangan, pentru a avea o eficiență maximă asupra formării texturii cristalografice trebuie să fie sub formă de particule fine (100-500Å) uniform distribuite în masa de bază. Astfel de particule se obțin prin dizolvarea completă a MnS la încălzirea albului și răciră rapidă în regiunile de temperaturi la care MnS precipită.

Prin experimentări cu microscopul electronic s-a determinat curba de solubilitate a MnS în ferita cu 3% Si (fig.13). Ecuația curbei este :

$$\log_{10}(C_{Mn}) (23) = \frac{10500}{T} + 4,0792 \quad (4)$$

Din ecuație și din reprezentarea grafică, rezultă că temperatura de dizolvare a MnS și deci temperatura de încălzire a albului depinde de produsul concentrațiilor (Mn) x (S), fiind cuprinsă între 1340-1390°C, după concentrațiile sunt la limita inferioară sau superioară a intervalului prescris.

Tabelul 2

Mn	S	ANALIZĂ	Temperatură, °C
0,070	0,024	0,0017	1340°C
0,085	0,028	0,0024	1390°C

Aceste temperaturi corespund de ridicate necesare la încălzirea aliajilor fiind aproape de curba solidus, duc la topirea suprafeței aliajului și distrugerea vetrei cupterului. Din acest motiv s-au făcut experimentări pentru stabilirea unei tehnologii care să permită încălzirea aliajilor pentru laminare la temperaturi mai scăzute. Principal, cercetările au pornit de la reducerea produsului (AM) I (3) prin reducerea conținutului de Mn și adăugarea unei cantități suplimentare de Al care să crească un nou inhibitor (AlM) pentru recristalizare. Un astfel de oțel are compoziția prezentată mai jos :

Tabelul 3

C	Mn	P	S	Si	Al	N
0,031	0,075	0,006	0,020	2,97	0,002 (solubil)	0,005

Produsul AM I : a fiind 0,011, temperaturile de dizolvare a Mn și deci de încălzire a aliajilor, calculate și experimentate au fost de 1260-1280°C, cu mult mai scăzute decât cele prezentate anterior.

Carbonul în produsul final are influență negativă asupra proprietăților magnetice ale oțelului. Ca urmare a tratamentului de decarburare al oțelului luciat la rece, carbonul în oțel la elaborare nu mai are o influență directă negativă asupra proprietăților magnetice.

Analiza statistică a datelor din producția industrială prezentată în diagrama din fig.14 indică nivelul optim al conținutului de carbon la oțel ca 0,024 - 0,028.

1.2.2. Încălzirea benzilor la cald

Sulfura de magnez activată eficient ca inhibitor de dirijare a texturii la recristalizare fiind are dimensiunile de 100 - 5000 Å și este uniform dispersată în matricea feritică. Pentru controlul pre-

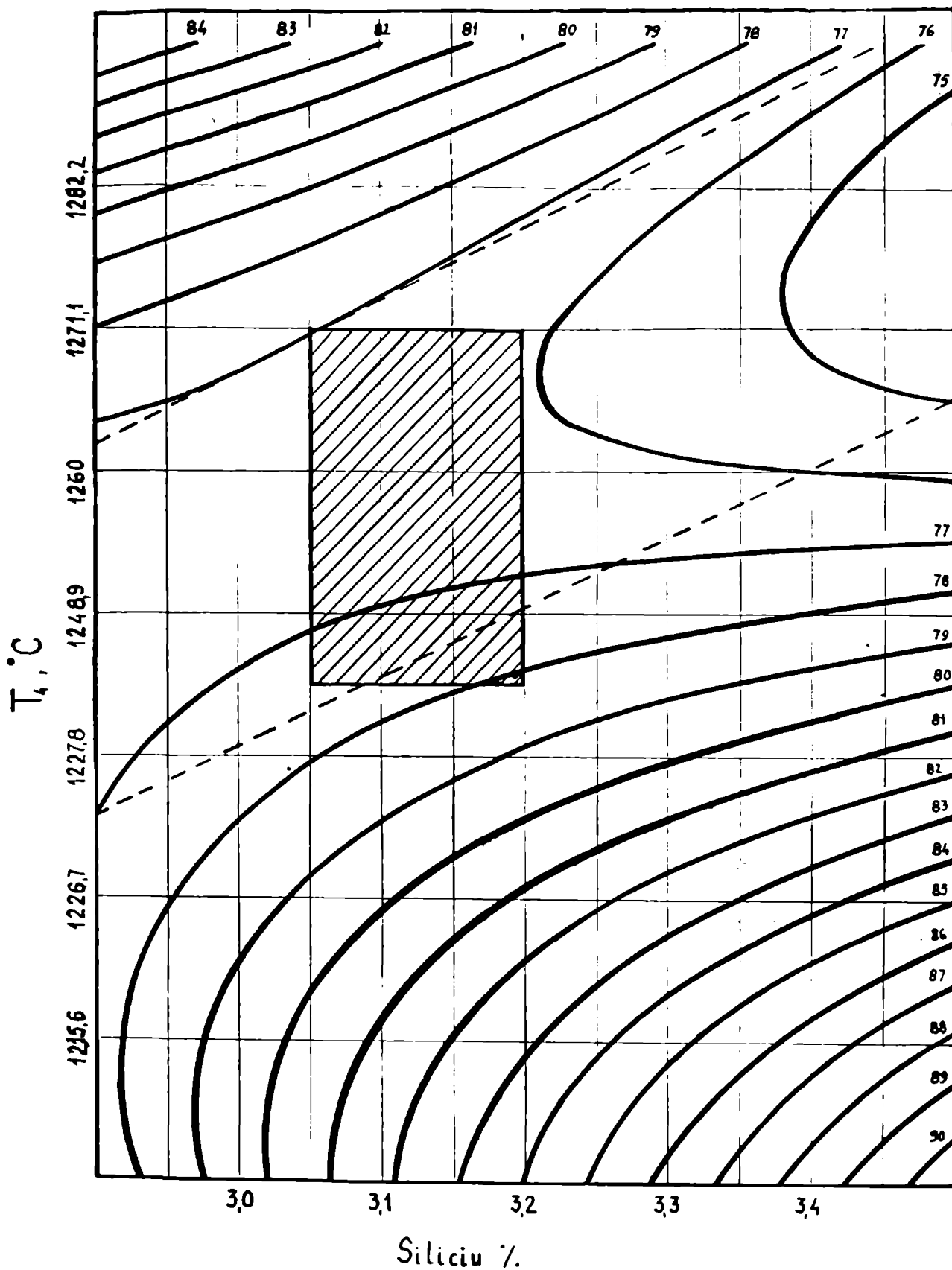


Fig.10 Diagrama reprezentind domeniul optim al conținutului de Si și temperaturii după cașa 10

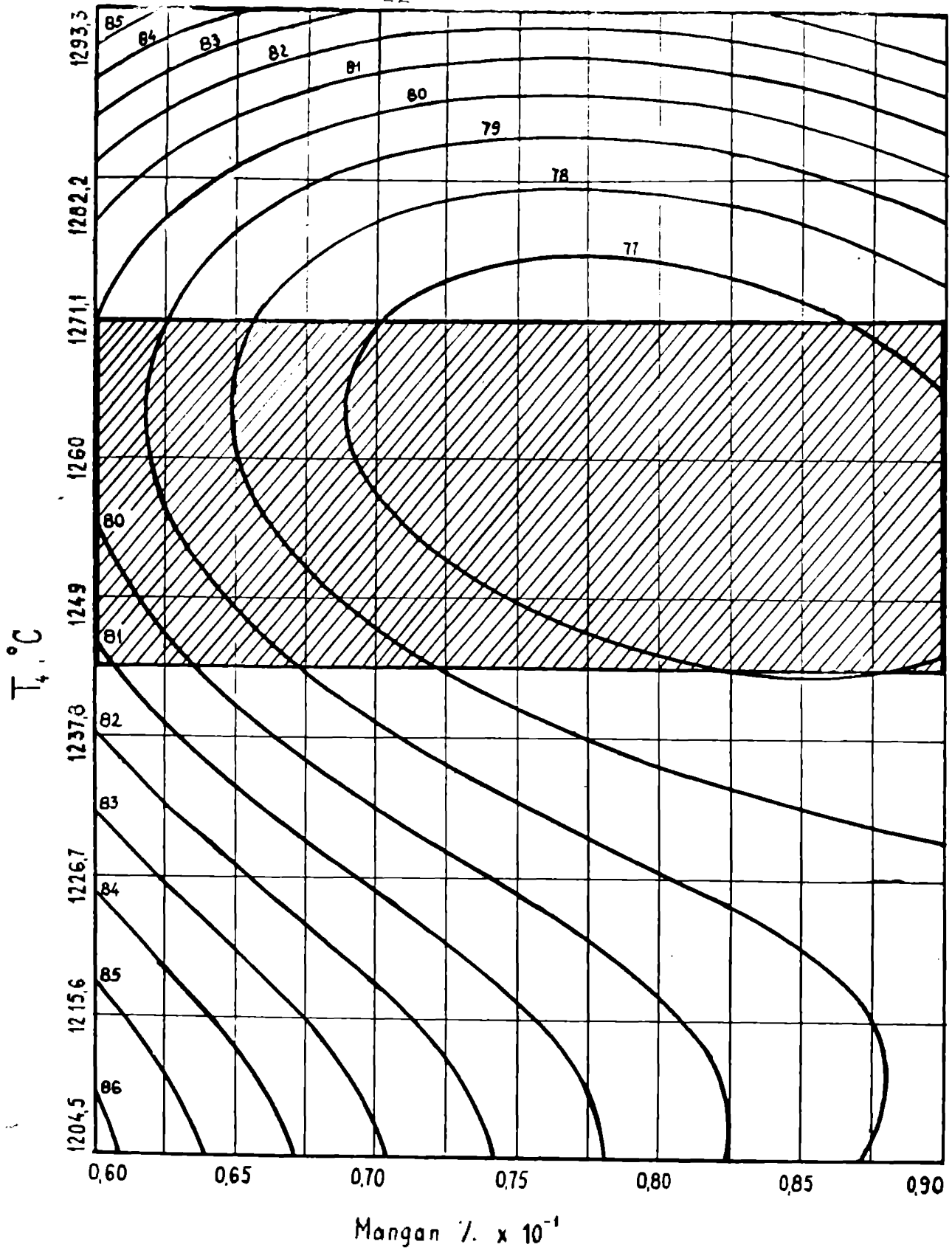


Fig.11 Diagrama reprezentând domeniul optim al conținutului de Mn și temperaturii după caje B₁

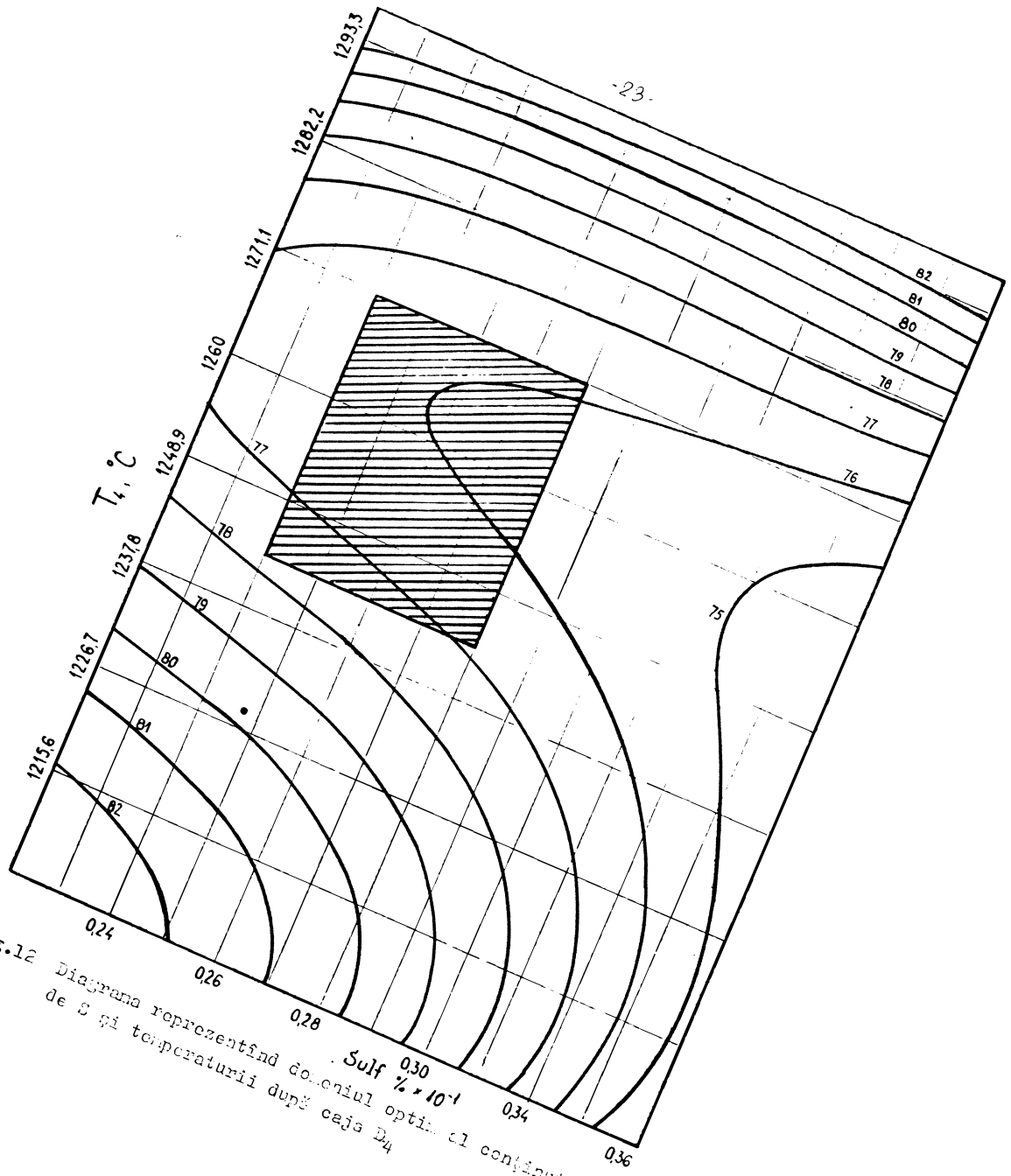


Fig.12 Diagrama reprezentind domeniul optim al conținutului de S și temperaturii după ceașca D₄

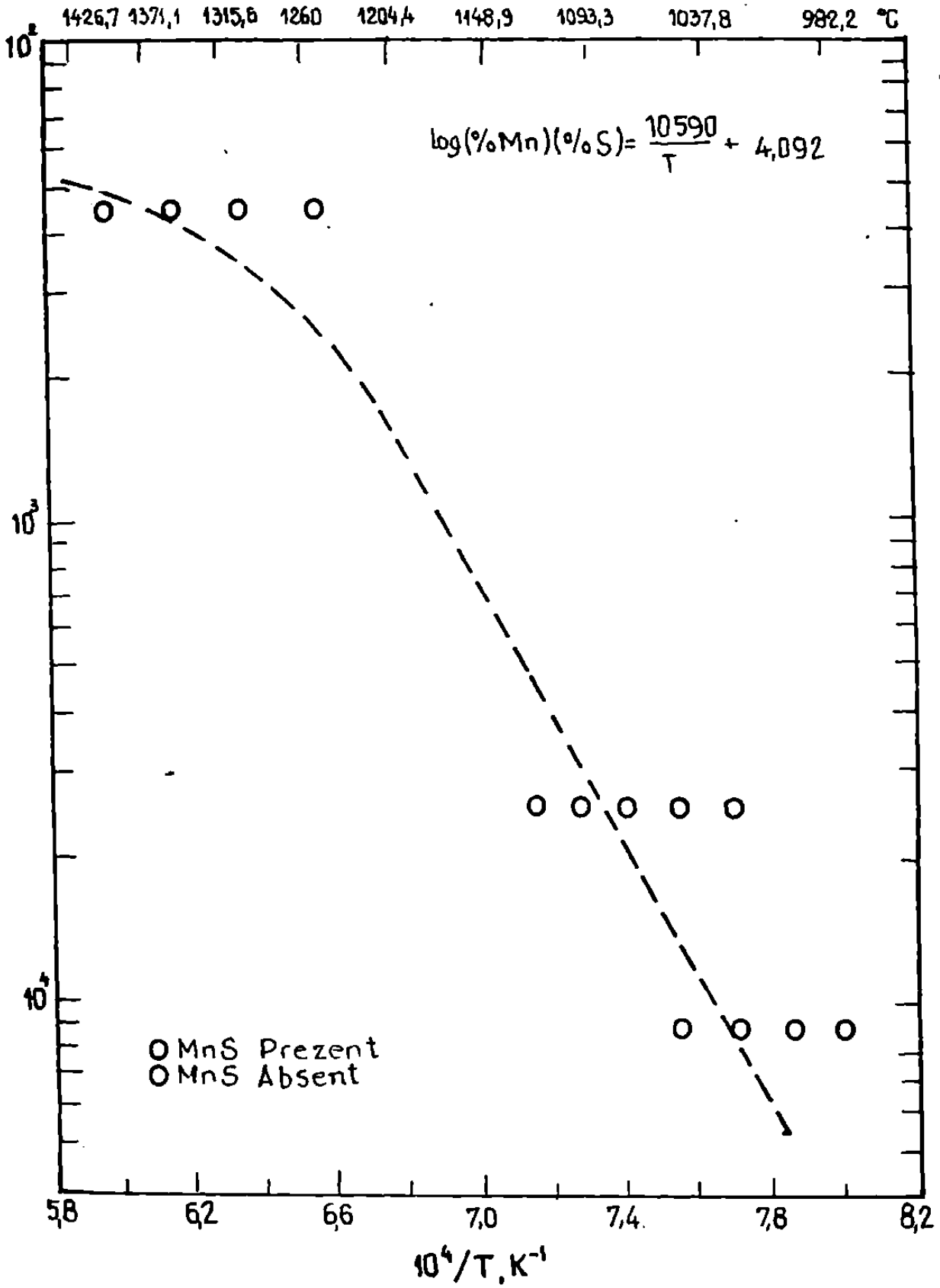


Fig.13 Curba de solubilitate a MnS în ferita cu 5% Si /4/

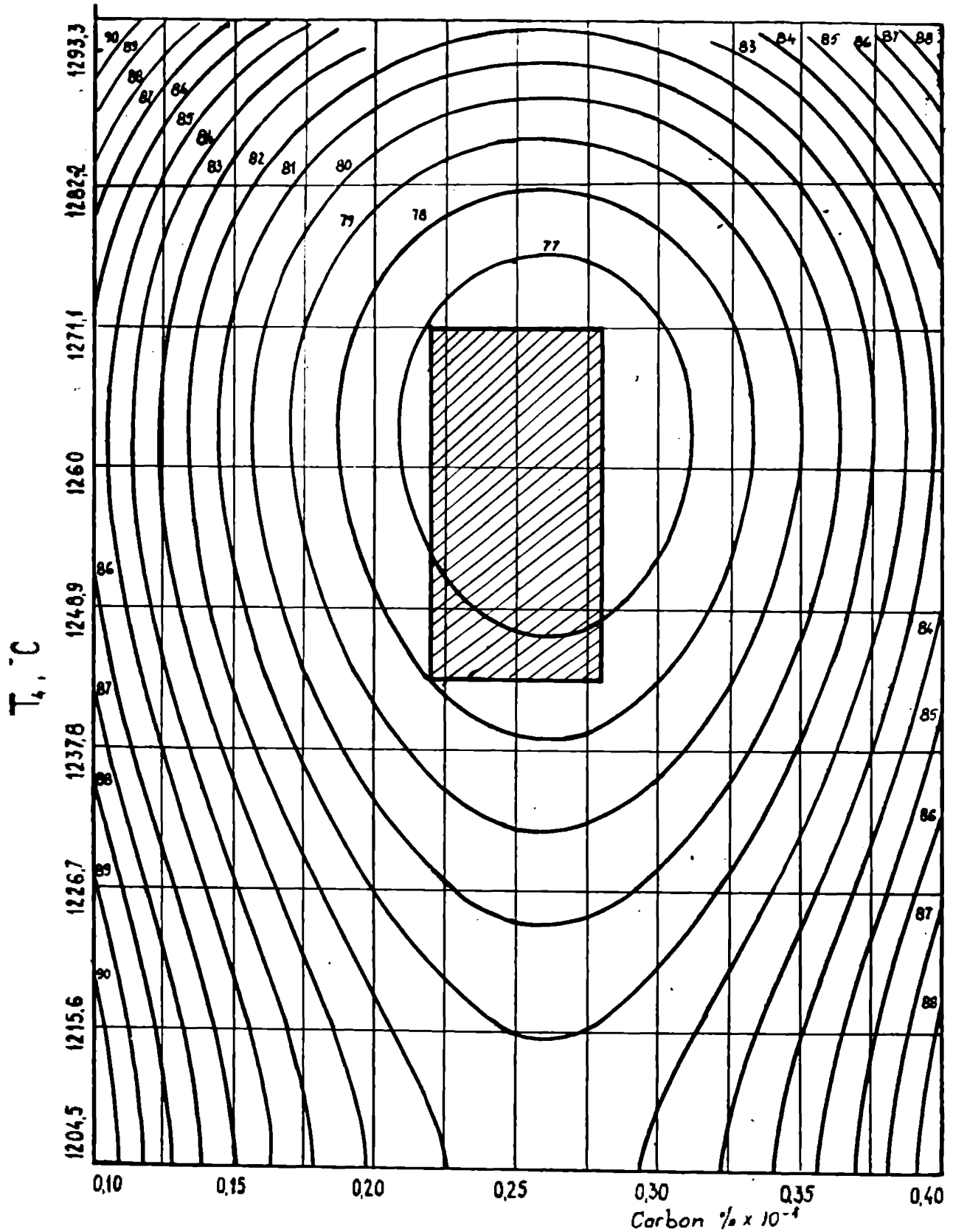


Fig.14 Diagrama reprezentînd domeniul optim al conținutului de C și temperaturii după caja D4

precipitării MnS, banda laminată la cald trebuie răcită rapid în intervalul de temperaturi 1250-900°C interval în care are loc precipitarea. MnS se obține în dispersiune când precipitarea are loc în timpul deformării plastice de laminare (tratament termomecanic).

În condițiile industriale de laminare a benzilor la cald, stabilirea parametrilor optimi de lucru a punctelor de control și valorii temperaturilor cu care se controlează procesul, se face prin analiza statistică a datelor de producție. Datele obținute nu pot fi aplicate decât pe laminorul pe care a fost efectuată analiza statistică și ele nu pot servi decât ca valori orientative. Astfel, în graficul din fig. 15 a,b se prezintă valorile pierderilor magnetice în funcție de temperatura de afirșit de laminare care este folosită ca parametru de control al precipitării MnS. Din acest grafic rezultă că intervalul optim pentru temperatura de afirșit de laminare în condițiile de la U.S. Steel este 900-938°C. Pierderile magnetice la benzile electrotehnice sînt sensibil influențate și de mărimea și distribuția Fe_3C în produsul finit. O cantitate redusă de carburi și cu o distribuție uniformă în masa de bază duc la valori mai scăzute ale câmpului coercitiv și în final ale pierderilor magnetice. Din fig.16 rezultă că pentru o precipitare fină și uniformă a carburilor în benzile laminate la cald, viteza de răcire trebuie să fie mare în intervalul de temperaturi 800-500°C, prin urmare rularea benzilor după laminarea la cald ar trebui efectuată la aproximativ 500°C. Întrucît după laminarea la cald se aplică tratamentul de normalizare în timpul căruia Fe_3C este redifuzat și reprecipitat, practic temperatura de rulare nu mai este critică, rularea putîndu-se efectua în condițiile de productivitate maximă a laminorului. Diagrama din fig.15c arată că din analiza statistică nu rezultă o influență a temperaturii de rulare asupra proprietăților magnetice finale ale benzii.

1.2.3. Normalizarea

Tratamentul termic de normalizare are ca efect îmbunătățirea proprietăților magnetice în banda finală pe de o parte datorită procesului de uniformizare a structurii pe lungimea benzii care a fost laminată la temperaturi diferite, și pe de altă parte, datorită faptului că la temperaturi înalte (980°C) are loc desăvîrșirea precipitării MnS care a rămas neprecipitată de la laminarea la cald și punerea în soluție + precipitarea fină a carburilor la răcire.

1.2.4. Laminarea la rece și recoacerea în cuptor continuu

După normalizare și decapare benzile laminate la cald sînt supuse următoarelor operații tehnologice :

A. Laminarea la rece numărul 1, cu grad de reducere secri-tie. Alegerea gradului de reducere depinde numai de grosimea fine-lă de realizat, fiind usual de 70-75%. Temperatura de laminare este superioară temperaturii de tranziție ductil-fragil (100-150°C) pentru a reduce pierderile de metal prin suprafețe la laminare .

B. Recoacerea de recristalizare are ca scop recristalizarea structurii în vederea celei de a doua laminări la rece fără o creș-tere a grăunților mai mare de punctajul 7-8, care ar fi dăunătoare tarturii finale. Deosebit de important în această etapă este evita-rea oxidării suprafeței benzii, care trebuie să rămînă la luciu me-talic. Formarea unui strat de oxid creează serioase probleme la a doua laminare la rece. Pentru evitarea acestui fenomen, atmosfera cuptorului trebuie să fie uscată cu punct de rouă -4°C . Condițiile complete de tratament sînt prezentate în diagrama din fig.17.

C. Laminarea la rece numărul 2

Gradul de deformare la a doua laminare la rece este deosebit de important pentru obținerea texturii finale a benzilor. Energia de deformare immagazinată în diferite sisteme cristalografice depinde de valoarea gradului de deformare la rece. După recoacerea finală la temperatură înaltă, textura predominantă va fi reprezentată de pla-nele cristalografice care au avut cea mai mare cantitate de energie de deformare immagazinată, pe baza cărora au recristalizat preferen-țial. Pentru obținerea texturii G035 (110) < 100 >, gradul optim de de-formare la rece este 50-60%.

D. Recoacerea de decarburare

Se aplică după a doua laminare la rece și are ca principal scop reducerea conținutului de carbon la aprox. 0,003%. Diagrama de tratament este prezentată în fig.18.

E. Acoperirea cu MgO

Înainte operației de recoacere finală, benzile se acoperă cu un strat protector de MgO pentru a evita lipirea spiroilor în tim-pul recoacerii la 1200°C. La temperatura de recoacere MgO reacționează cu oxidul de fier pe suprafața benzii și formează un strat sticluc de silicat de magneziu și fier (MgO-FeO-SiO₂) cu proprietăți izolatoare foarte bune.

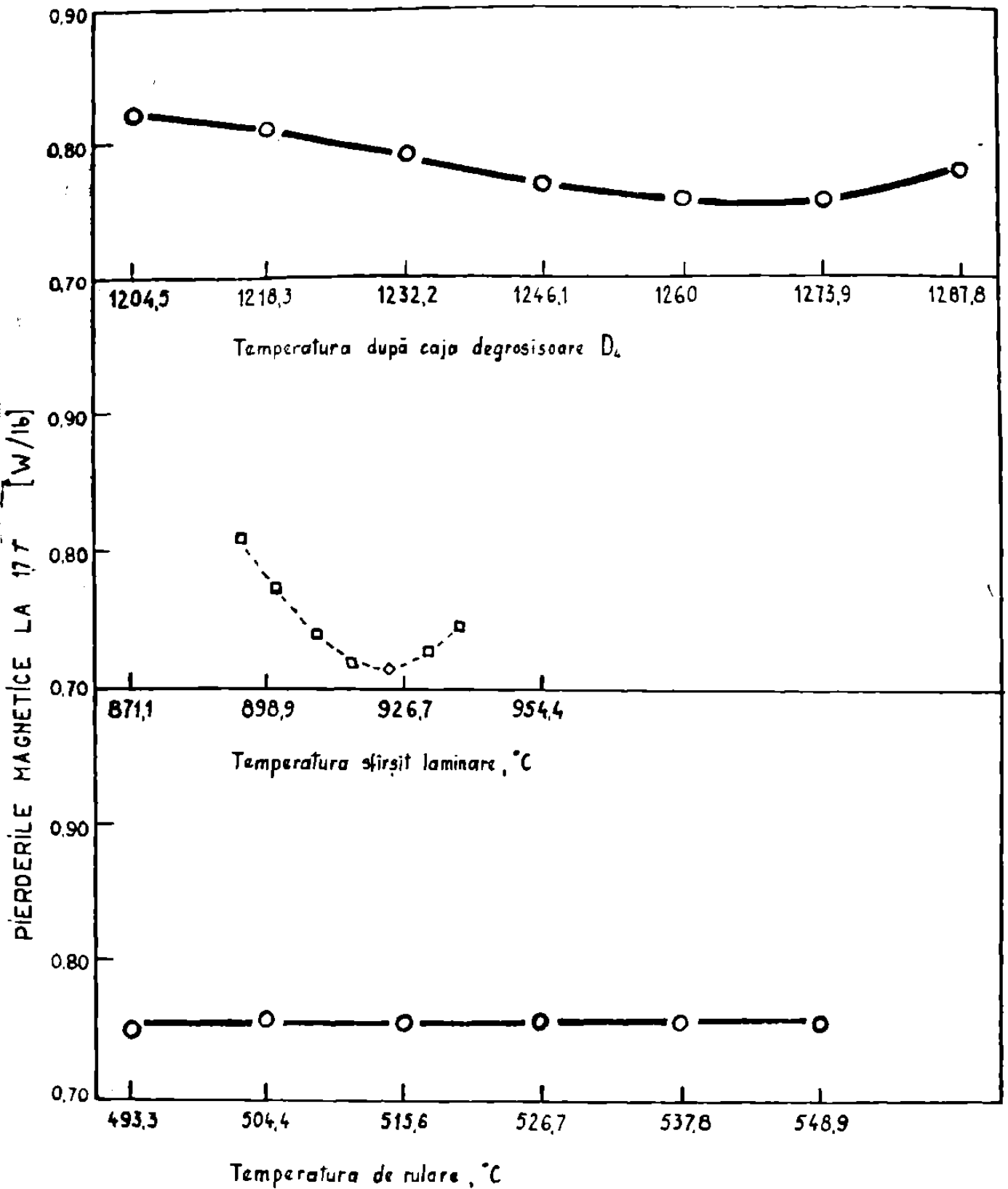


Fig.15 Influența temperaturilor benzii la laminarea la cald asupra pierderilor magnetice

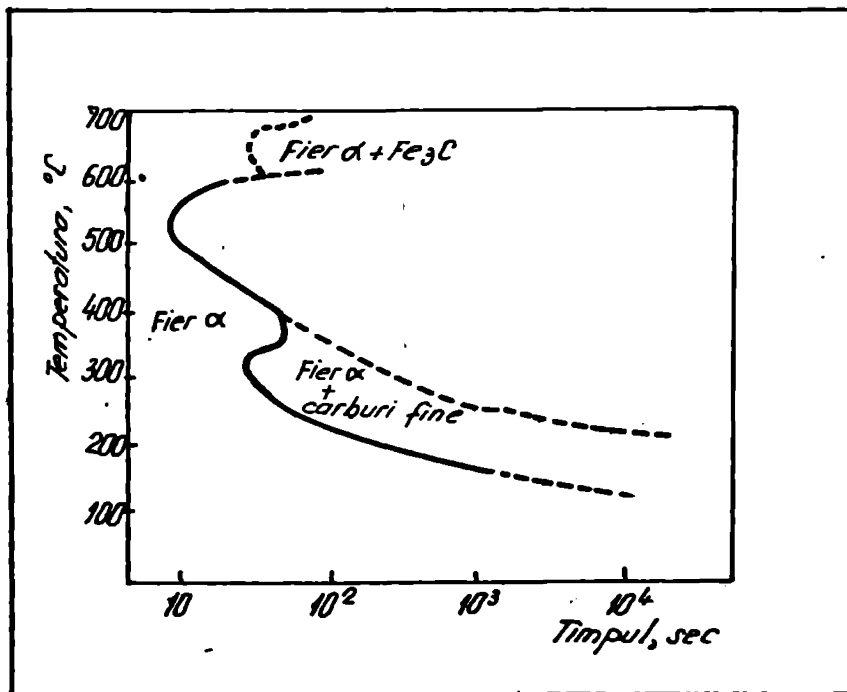


Fig.16 Precipitarea carburilor dintr-o soluție solidă suprasaturată de Fe-3% Si prin răcire rapidă de la 775°C la diferite temperaturi

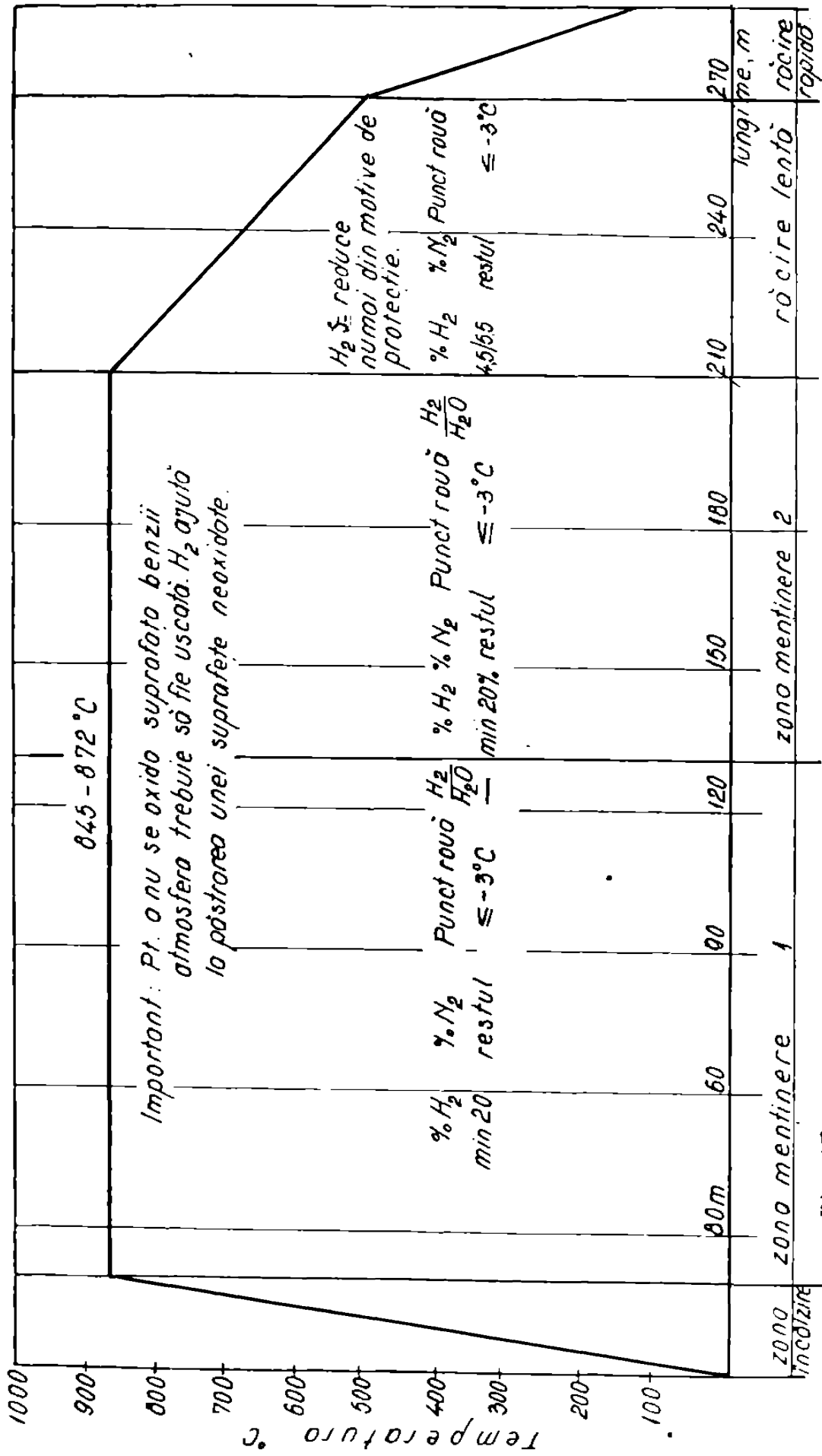


Fig.17 - Diagrama tratamentului termic de recoacere continuă de recrystalizare

viteza - 0,55 mm - 46 m/minut
 0,80 mm -> 64 m/min

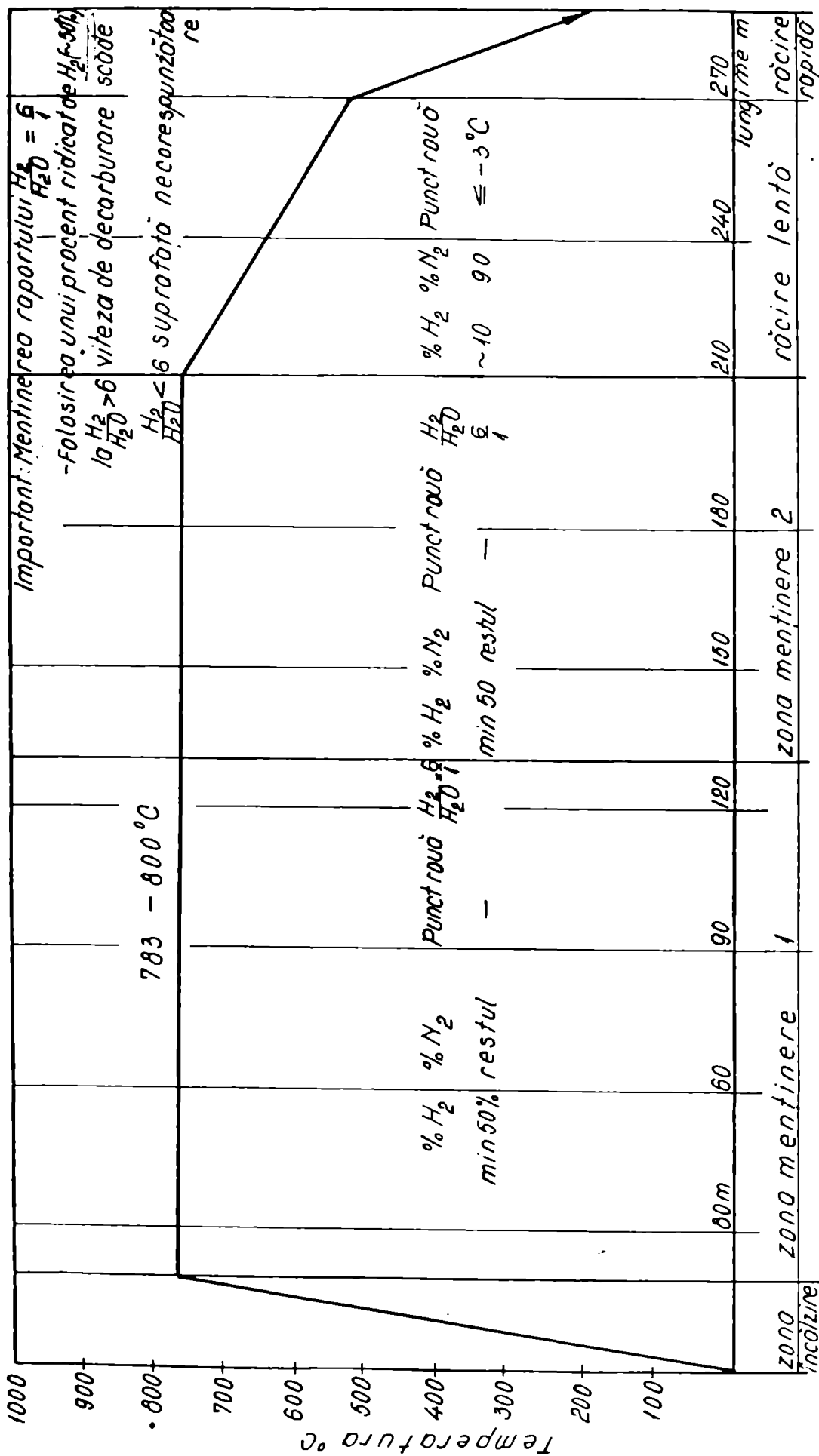
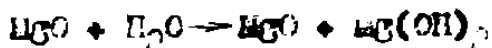


Fig 18. Diagrama tratamentului termic de recoacere continuă de decarburare

temperatura de acoperire este următoarea :

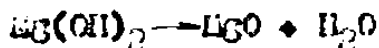
- se amestecă MgO cu apă pulverizată la temperatura de aprox. $10^{\circ}C$, fiind are loc reacția :



Procentul de $Mg(OH)_2$ nu trebuie să depășească 10% și pentru această temperatură de amestecare se menține cu strictețe la $10^{\circ}C$.

- se acoperă banda prin imersiune cu amestecul format și se rulsează cât se poate de strâns (atât cât se nu cade stratul de $MgO + Mg(OH)_2$)

- se controlează umiditatea sticlei formate, care nu trebuie să depășească 9% H_2O . La timpul recocerii o parte din apă se îndăptărează prin reacția :



Se recomandă să nu se lase rulourile mai mult de 24 de ore între acoperire și încălzirea pentru recocere, pentru a nu se contamineze cu umiditate din atmosferă.

1.2.4. Recocerea la temperaturi înalte pentru reorientarea granulelor

Acest tratament este cel mai important în producția bandelor electrolitice prin care se realizează o orientare "cub pe muchie" (110) <100> la aprox. 90° din grăunți.

În principiu, până la $900^{\circ}C$, creșterea grăunților este frântă de particulele de inhibitor (In) uniform repartizate în masa de masă. Energia necesară creșterii grăunților în această etapă este dată de relația :

$$P = \Delta E - \gamma \left(\frac{1}{r} + k_2 \frac{V}{r^2} \right) \quad (5)$$

unde :

ΔE = energia liberă immaginată la laminarea la rece a cu planul

γ = energia interfețelor ;

D = dimensiunea precipitatelor ;

r = raza grăunțului

V = volumul ;

k_1, k_2 = constante ;

Cu mai mare energie immaginată la laminarea la rece a cu planul (110). Cu un mare, vor putea trece barierele de energie impuse creșterii în primul rând grăunții cu orientarea (110) <100> rezultând o textură cu atât mai puternică, cu cât precipitatele de inhibitori au un rol mai activ în frinarea creșterii grăunților.

Deși, creșterea grăunților nu se va putea face la o dimensiune mai mare decât un diametru critic:

$$D_{cr} = 4 r / f \quad (6)$$

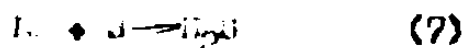
unde :

r = raza particulei inhibitoare (nan);

f = proporția de MnS în metal;

Pentru precipitate de MnS de 600 \AA și un procent de MnS de 0,11% , rezultă un diametru critic de $35 \mu\text{m}$, cu mult inferior corințelor pentru tabla electrolizată.

În creșterea temperaturii la 1100°C , MnS se dizolvă în fier și sulful este eliminat prin reacția cu hidrogenul din atmosfera cupelului după reacția :



În aceste condiții creșterea grăunților nu mai este frântă, și grăunții cu orientarea $(110) \langle 001 \rangle$ cresc rapid prin consumarea grăunților vecini care au o cantitate mai mică de energie liberă immagazinată la deformare. Se obțin grăunți cu un diametru de aprox. 5 μm , taxa $(110) \langle 001 \rangle$ fiind în proporție de 85 - 90%.

Diagrama de tratament este prezentată în fig.19.

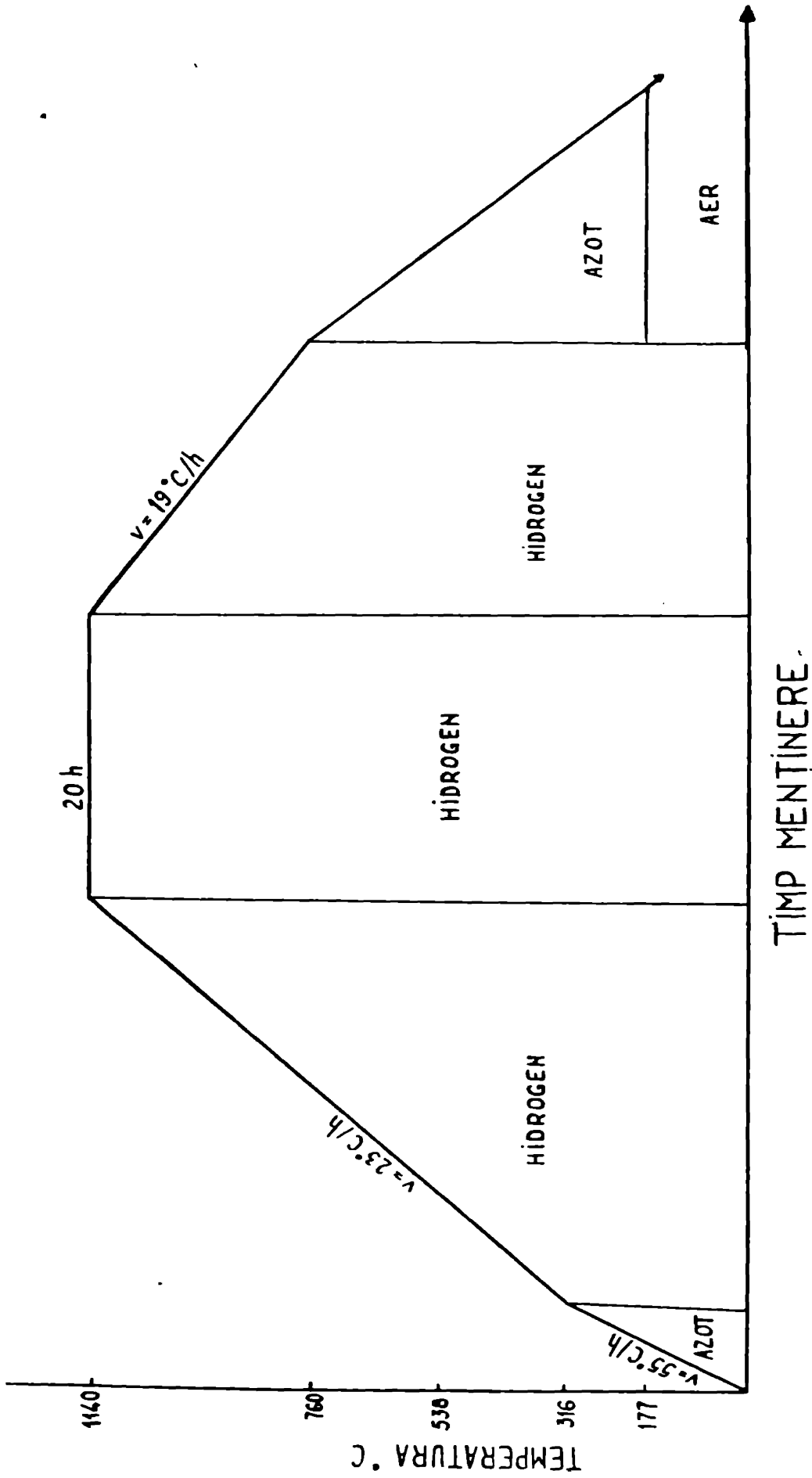


Fig.19 Diagrama tratamentului termic de recoacere de recristalizare secundară

1.3 Bazele teoretice ale formării texturii cristalografice la recristalizarea oțelului cu 3% Ni

1.3.1. Influența texturii cristalografice asupra proprietăților magnetice

Oțelurile electrotehnice cu 3% Ni sînt materiale magnetice moi, care trebuie să aibă un ciclu de histerese înțus, permeabilitate magnetică înaltă și pierderi micile magnetizare.

Mișcarea de spin și orbitală a electronilor magnetici interacționează cu structura cristalină prin intermediul funcțiilor de undă care interferează dînd rezultate diferite în funcție de direcția cristalină. În felul acesta orientarea vectorului de magnetizare în paralel cu câmpul exterior aplicat se produce mai greu sau mai ușor după diferite direcții cristalografice, magnetizarea prezentînd o anisotropie cristalină. Direcțiile cristalografice după care magnetizarea se produce mai ușor se numesc direcții de magnetizare ușoare, iar direcțiile după care magnetizarea se produce la intensități mai mari ale câmpului exterior, se numesc direcții de magnetizare grea.

Procesul de magnetizare a cristalelor materialelor feromagnetice necesită diferite concurenți de energie în funcție de orientarea cristalelor. Energia anisotropiei magnetice, care determină această diferență pentru cristalele cubice, se exprimă prin următoarea ecuație :

$$\overline{F}_K = k_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + k_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 \quad (8) [5]$$

unde :

k_1, k_2 = constantele anisotropiei;

α_i = cosinusurile direcției ale vectorului de magnetizare față de axele cubului ;

De aici rezultă că pentru oțelul silicioz (C.V.C.) direcția magnetizării ușoare reprezintă axa $\langle 100 \rangle$, iar direcția magnetizării celor mai dificile - axa $\langle 111 \rangle$. Axă $\langle 110 \rangle$ ocupă în acest caz o poziție intermediară (fig.20.).

Din această cauză, pentru obținerea unei permeabilități magnetice superioare, materialul trebuie să aibă o orientare a grăunților apropiată de a monocristalinului, cu direcțiile de magnetizare ușoare, paralele cu direcția de laminare (fig.21).

Această textură are grăunții cu planul diagonal (110) paralel cu suprafața benzii și direcția axei cubului $\langle 001 \rangle$ para-

leli ea direcția de laminare și poartă denumirea de textură GOSB sau "sub po murele".

Fiecare grăunto din domeniile de oțel siliciose este împins într-un număr mare de domenii magnetice, mici blocuri de rețea complet magnetizate, conform fig.22.

Pentru oțelurile silicioase dimensiunile domeniilor magnetice sînt de 10^{-3} cm.

Magnetizarea și remagnetizarea feromagnetilor cu constantă de anisotropie care difere de 0 în cimpuri slabe, se produce în urma deplasării limitelor domeniilor. Totodată, creșterea volumului domeniilor, cu vectorii de magnetizare (I_0) care au cel mai mic unghi față de cimpul magnetic exterior, este condiționată de domeniile magnetice care sînt orientate sub un unghi mai mare față de cimpul exterior. În cimpurile mai înalte, atunci cînd este încheiat procesul de deplasare (sau uneori concomitent cu el), are loc rotația vectorului de magnetizare I_0 , la care direcția se apropie de direcția cimpului exterior. Practic, în cimpurile magnetice tehnice importante în care se exploatează oțelurile electrotehnice, procesul de magnetizare și remagnetizare se realizează în principal prin deplasarea grunților domeniilor, mobilitatea cărora este determinată în primul rînd de perfecțiunea structurală a materialelor.

La magnetizarea și remagnetizarea tablei texturate în direcția laminării, se agravează este procesul de deplasare a limitelor domeniilor și procesul de rotație, deoarece la majoritatea grunților una din axele de magnetizare apare $\langle l_0 \rangle$ coincide aproximativ cu direcția laminării.

Datele prezentate în fig.23 și fig.24 arată importanța mare a obținerii texturii perfecte în oțelul pentru transformator laminat la rece. Micșorarea unghiului de dispersie a texturii sub o mîrime critică duce la faptul că domeniile devin "contigue" și cresc astăzi de mult. Conform datelor din literatura de specialitate, mîrma de pierdere totală se observă la desorientarea orientărilor de $3-4^\circ$ [5]

○ influență mare asupra mîrimii domeniilor magnetice o are mîrimea grunțului din material. Un material cu grunți mai mici are mai multe domenii pe unitatea de volum, deoarece limitele de grunți inhibă mobilitatea domeniilor magnetice. De aceea, în final trebuie să se obțină un material cu grunți mari.

În timp ce limitele domeniilor magnetice se mișcă la aplicarea unui cimp magnetic exterior limitele de grunți sînt imobile. Principalele obstacole la mișcarea limitelor de domenii magnetice

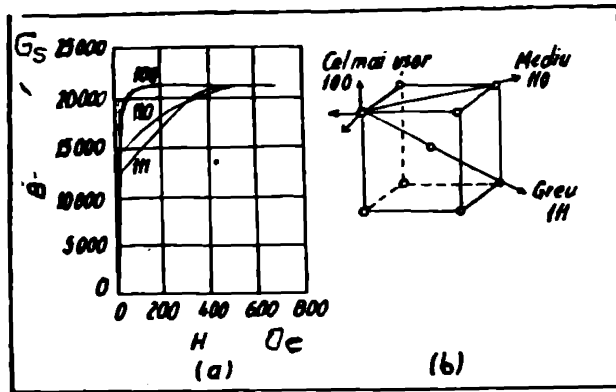


Fig.20 Dependența intensității de magnetizare a fierului cu direcțiile cristalografice

- b- rețeaua c.v.c. cu principalele direcții de magnetizare
- a- valorile intensității de magnetizare în funcție de direcția cristalografică

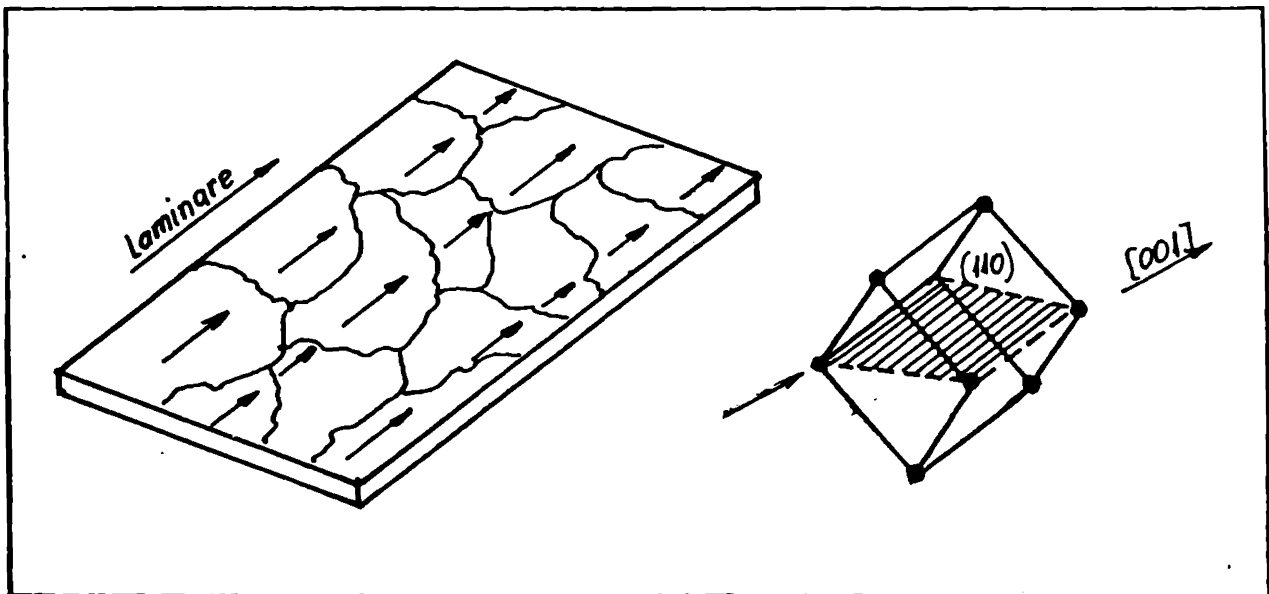


Fig.21 Orientarea cristalografică a grăunților în benzi din oțel cu 3% Si

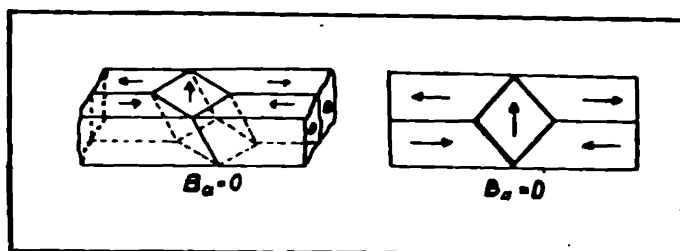


Fig.22 Domenii magnetice puse în evidență într-un monocristal de Fe-Si

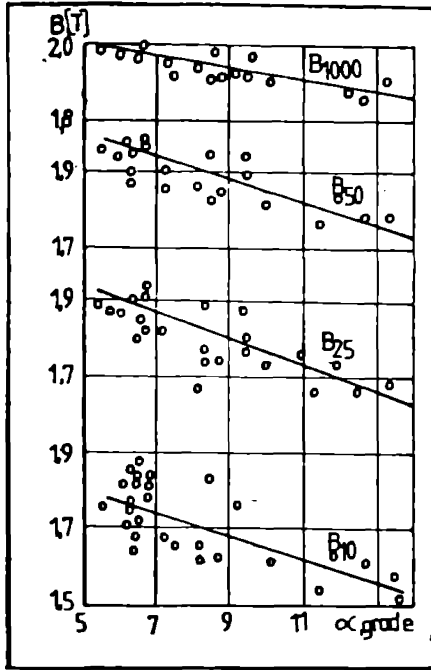


Fig.23 Influența gradului de perfecțiune a texturii asupra inducției magnetice în oțelul de transformator

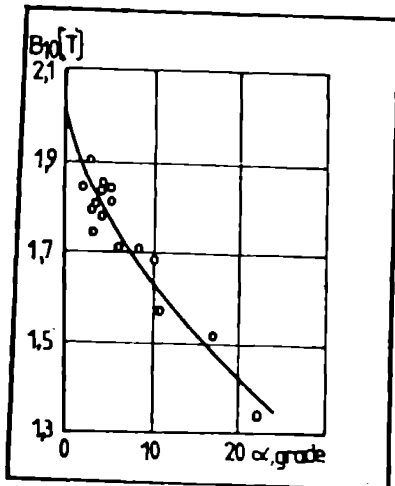


Fig.24 Influența unghiului de deviere de la orientarea ideală asupra inducției magnetice în oțelul de transformator.

sint, conform teoriei cimpului coeritiv, impuritățile și tendințele interne [5]

Cind acestea sint est mai scăzute posibil, magnetizarea este ușoară și aliajul Fe-Si devine saturat la un cimp exterior suficient de mic.

1.3.2. Teoria generală a reorientării structurale în stare deformată la fier

Fierul policristalin se deformează după mai multe plane și direcții de alunecare, dezvoltându-se dislocații care formează celule de deformare sau, cum se mai numesc "blocuri în mozaic". În timpul deformării (la grade mari) celulele se alungesc în direcția de laminare și pereții lor devin mai subțiri și mai difuzi. Dimensiunile celulelor scad cu creșterea deformării fiind de circa $3 \mu\text{m}$ după o deformare de 5% și de $1 \mu\text{m}$ după o deformare de 60-70% [6]

Cu est deformarea este mai severă, cu atât tendința de formare a celulelor structurale în interiorul grăunțelor este mai scăzută. Mecanismul de dislocații într-un metal deformat puternic la rece este de $10^{10} - 10^{12}$ dislocații pe cm^2 . Perfecționarea structurii celulare (în mozaic) depinde și de impuritățile conținute în material. În materialul impur pereții celulelor sa însule deformat. Desorientarea de-alungul pereților celulelor este mai mică de 4°, dar gradul total de desorientare în interiorul unui grăunț este în general mare (20°). După reorientare densitatea de dislocații scade puternic, ajungând la $10^7 - 10^8$ dislocații pe cm^2 .

Pe măsură ce are loc deformarea, începe să se dezvolte orientarea preferențială (textura) după mecanismul descris în paragraful precedent.

Energia încorporată și energia liberă a materialului în stare laminată la rece

Cea mai mare parte a energiei de deformare se transformă în căldură și numai o fracțiune mică de circa 10% se imaginează în rețea sub formă de defecte create în timpul deformării. Aceste defecte fiind dislocațiile și defectele punctiforme. Întrucât energia de deformare asociată unei vacanțe este mult mai mică decât cea asociată unui atom interstițial, se poate presupune că vacanțele se vor forma într-un număr mai mare decât atomi interstițiali.

Energia liberă a metalelor deformato este mai mare decât în stare receptă, fiind o creștere aproximativ egală cu energia de deformare imagineată. În timpul deformării plastice, creșterea entropiei este semnificativă față de creșterea energiei ei interne prin

Alungarea energiei immagazinate la deformare. Astfel, relația energiei libere

$$F = E - TS \text{ devine } F = E \quad (9)$$

unde :

- F = energia de deformare la rece ;
- E = energia internă (immagazinată);
- T = temperatura absolută ;
- S = entropia asociată deformării

Metalele nu trec spontan de la starea deformată, cu energie liberă mare, spre starea recristalizată cu energie liberă mică, din cauza complexității modificărilor rețelei cristaline. Relațiile care dau la refacearea rețelei cristaline rezultă de la legile mișcării atomilor și vacanțelor din rețea, putând fi activate termic.

Cele mai corecte informații despre natura reacțiilor care au loc când un metal deformat la rece revine la starea sa inițială, pot fi obținute cu studii asupra eliberării energiei immagazinate. Metoda constă în măsurarea diferenței dintre puterea necesară încălzirii la temperatura de recocerere a unui metal deformat anterior și a unui nedehformat. Faptul că metalul deformat se încălzește mai ușor indică prezența unei energii immagazinate care se eliberează în timpul reacțiilor de revenire la starea netensionată. În figura 25 se prezintă schematic diferențele dintre energia necesară încălzirii a două probe, una deformată la rece și alta nu. Această constatămă este confirmată cu studiul metalografic al probelor în diverse etape ale încălzirii, sau observat că maximum energiei eliberate de pe curba din fig. 25 corespunde formării de noi cristale în masa metalului deformat. Procesul poartă numele de recristalizare și se produce prin reanajarea atomilor în cristale noi cu scăderea energiei libere. Șocul curbei din fig. 25, energia începe să fie eliberată înainte de recristalizare. Porțiunea ciclului de încălzire dinaintea maximumului corespunde recristalizării, pe care se eliberează totuși energie peste deșeurile restaurare. Este un proces în care are loc revenirea la o stare detensionată fără să se producă cristale noi. Când procesele de restaurare și recristalizare sînt complete, la încălzirea în continuare a metalului se produce creșterea grăunților, proces ce nu mai este însoțit de eliberare de energie. Aceste trei studii ale procesului de recristalizare vor fi prezentate detaliat în continuare.

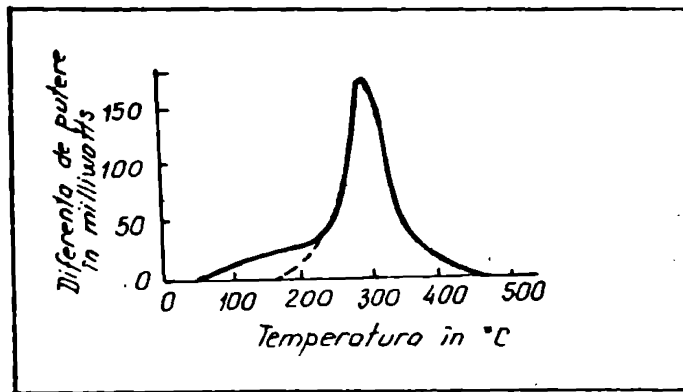


Fig.25 Curba de dilatare anizotermică pentru un material C.V.C.

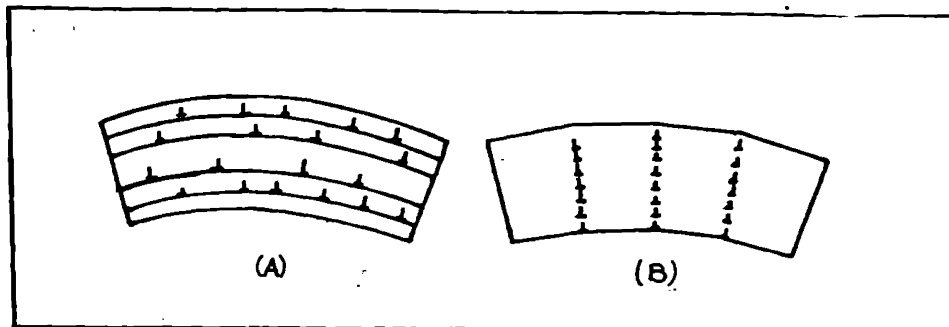


Fig.26 Rearanjarea dislocațiilor în timpul poligonizării

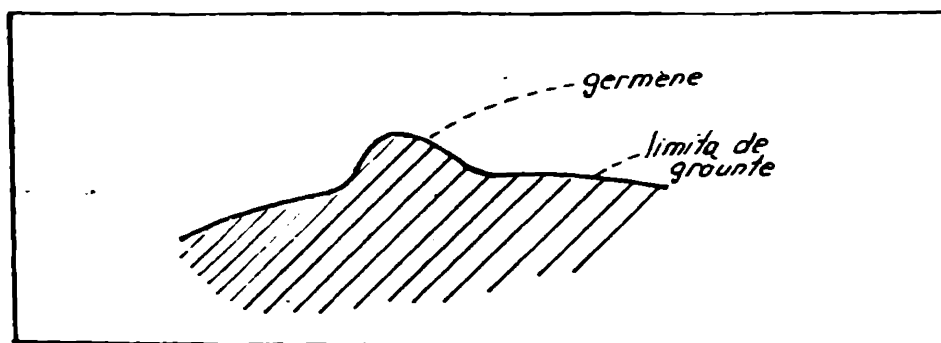


Fig. 27 Formarea germenului în mecanismul Peilley și Hirsch / 9

Restaurarea și poligonizarea

În stadiul de restaurare proprietățile mecanice ale metalului sufără schimbări, ca urmare a reacțiilor de trecere opre starea inițială. Astfel, odată valorile durității și rezistivității și cresc valorile ductibilității, fenomen care duce la dotarea rotului orizontal, fără a modifica esențial structura metricei.

Restaurarea este asociată cu o formă simplă de deformare plastică în care are loc un proces de anihilare a excesului de dislocații, prin migrația lor spre un aranjament cu energie liberă mai mică (fig. 36). Conform teoriei dislocațiilor sub acțiunea efectului termic, dislocațiile marginale aranjate întâmplător în materialul deformat, se deplasează pe planul de alunecare aliniându-se. În acest aranjament cristala este practic împărțită în subcristale separate prin limite la unghiuri mici care sînt formate din dislocații marginale asociate unele sub altele. Fenomenul poartă numele de poligonizare și a fost pus în evidență prin analiză cu raze X.

Poligonizarea este un proces complex care implică alunecarea și căștarea dislocațiilor, procese ce implică activarea termică. Deci, pentru o poligonizare rapidă sînt necesare temperaturi relativ ridicate. La temperaturi scăzute restaurarea se produce numai prin reducerea numărului de defecte punctiforme (în special vacanțe) spre valoarea de echilibru.

Recristalizarea

Procesul de recristalizare se produce pe porțiunea de masă a corpului de energie eliberată, conducînd materialul spre o stare de echilibru stabil (energie liberă mică).

Este un proces complex ce se caracterizează prin temperatura de recristalizare, viteza de germinare și viteza de creștere a grăunților.

Temperatura de temperatură de recristalizare reprezintă temperatura la care un anumit metal cu un anumit grad de deformare la rece va recristaliza complet întrecî perioada de timp, în general 1 h. Viteza de germinare G , este definită ca numărul de nucleii (germoni) care se formează în timp de o secundă într-un centimetru cub de materie necristalizată.

Viteza liniară de creștere, G , este viteza cu care apar schimbări în mărimea diametrului grăunților recristalizați.

Nuclii cristalini germinază în punctele de mare energie de deformare ale rotului, ca intersecția planurilor și direcțiilor de alunecare, regiunile de la intersecția grăunților.

În orice caz, se pare că germenii are loc la punctele de curbură puternică a rețelei. Deoarece nucleii se formează în locuri cu diferențe mari cressă a rețelei bine localizate, locurile unde vor germina sînt predefinite. Germeții de acest tip sînt germeni preformați [7].

Au fost elaborate numeroase modele care să explice cum este posibil să se formeze voluți de rețea perfectă, lipsite de tensiuni, care cresc și conștină matricea deformată din jur. Este aceste modele respectă în general următoarele două restricții :

- O regiune de cristal poate deveni germe și poate crește numai dacă mărimea ei depășește o valoare minimă. De exemplu, Detert și Zeib [8] au calculat că la un metal deformat cu o densitate de dislocație de 10^4 cm^{-2} , un germene trebuie să aibă un diametru mai mare de 150 \AA pentru a fi capabil să crească.

- Un germene trebuie să fie înconjurat cel puțin în parte de limite la unghiuri mari sau echivalente ale acestora. Această condiție se cere deoarece mobilitatea limitelor la unghiuri mici este foarte scăzută.

Limitele de grăunți și interocajile triple de grăunți sînt regiuni unde există deja limite la unghiuri mari, o condiție fiind deci satis- făcută. Un mecanism tipic aplicabil la policristale este cel imaginat de Bailey și Hirsch [9] care consideră că dacă există o diferență în densitatea de dislocații de-a ambele părți ale limitei în metalul deformat la rece, la recălzire o porțiune din grăunțele cu rețea mai perfectă poate migra în grăunțele mai puțin perfect sub acțiunea forței deter- minată de diferența de energie de-a ambele părți ale limitei. Se va forma astfel o buclă cu rețea aproape lipsită de tensiuni (fig. 27). Dacă această buclă depășește mărimea critică pentru un germene, condi- ții necesare recristalizării vor fi satisfăcute.

Între numeroasele teorii și ipoteze, privind germinarea și creșterea cristalinelor, au rămas atenția două mecanisme de germinare cu probabilitate mai mare de aplicare :

- Modelul lui Laha [10] presupune că în urma poligonizării este posibil să se obțină grăunți capabili să crească în matricea încon- jurătoare poligonizată.

- Modelul coalescenței subgrăunților presupune că subgrăunții se combină pentru a forma o regiune de rețea lipsită de deformări su- ficient de mare pentru a crește. Măsurarea sublimitelor în această teorie poate rezulta prin rotirea subgrăunților în cauză (fig. 28). În partea A a fig. 28 sînt arătați doi subgrăunți înaintea de coalescență, rețea la sînd orientări diferite. Prin rotirea unuia din grăunți (fig. 29) rețelile capătă aceeași orientare (fig. 28C) și în final rețea

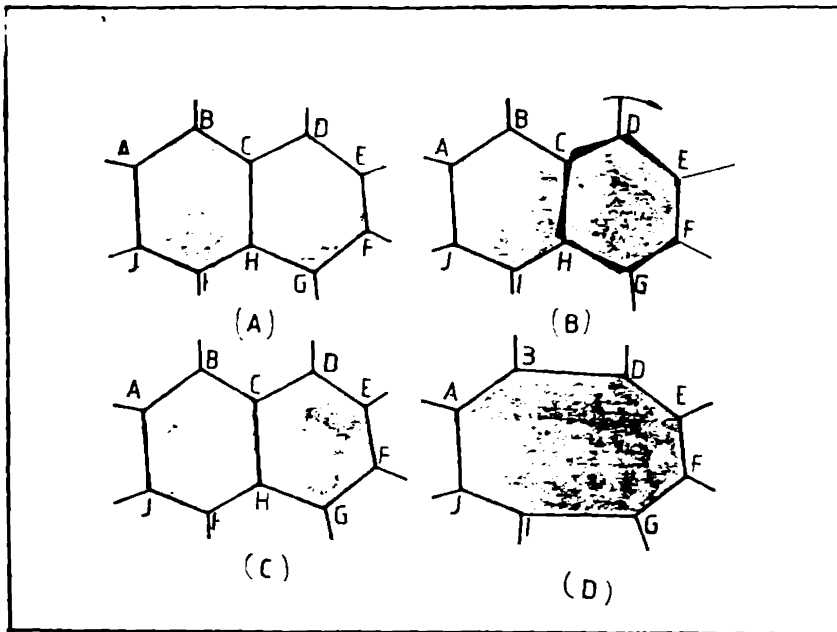


Fig.28 Coalescența grăunților prin rotația unuia din grăunți /10/

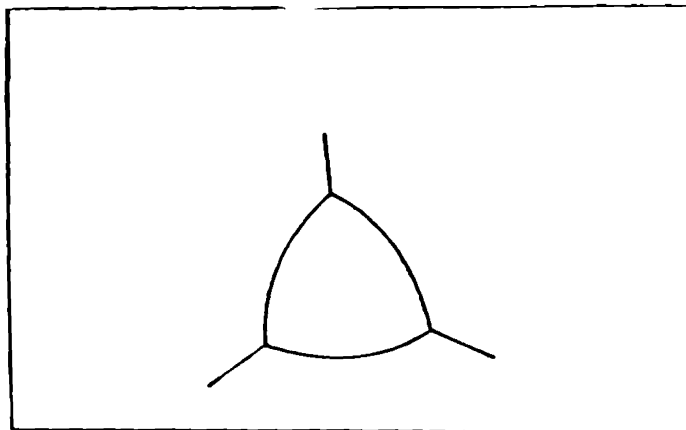


Fig.29 Forma de echilibru a unei celule cu trei laturi

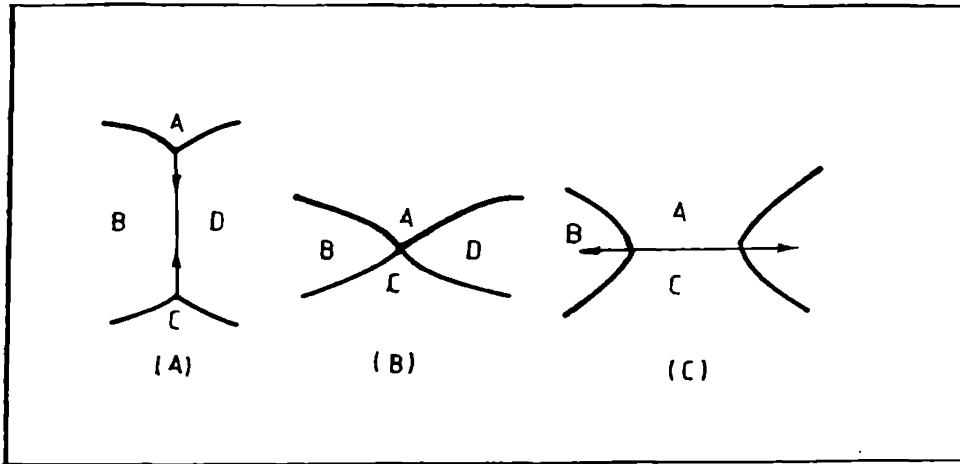


Fig.30 Mecanismul schimbării numărului de laturi ale grăun-
ților în procesul de creștere a grăunților / 11/

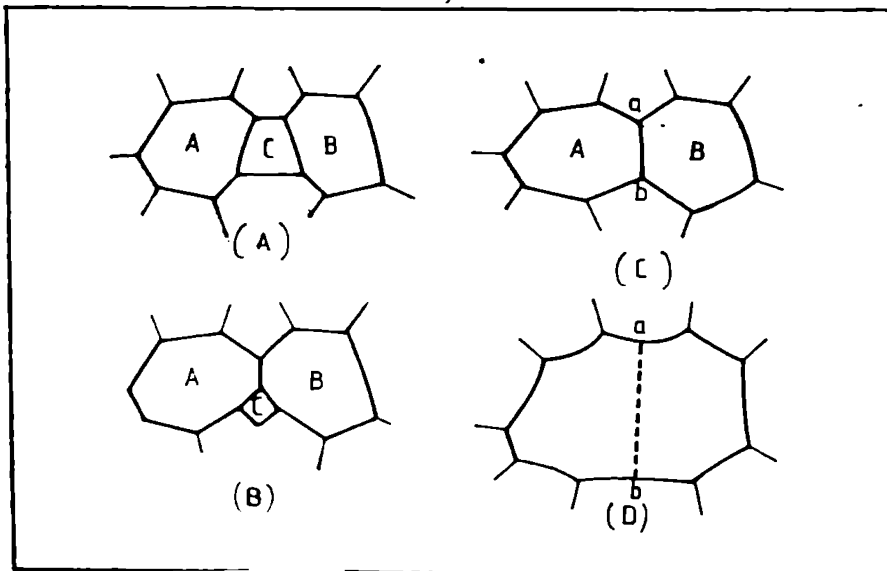


Fig.31 Coalescența geometrică a grăunților /13/

an singur subgrăunț (fig. 28 1). Coalescența subgrăunților poate fi privită ca un rezultat al mișcării dislocațiilor de-a lungul sublinitei celui care ocupă cel doi subgrăunți. În general se presupune că, în acest proces se produce mișcarea dislocațiilor atât prin alunecare cât și prin cățărare (climb).

Mișcarea de "climb" presupune deplasarea vacanțelor din rețea, proces activat termic, ca urmare și coalescența va fi un proces activat termic. Mișcarea grăunților recrystalizați depinde de gradul de deformare la rece, de raportul $1/\sigma$, de paritatea și compoziția chimică a metalului.

Creșterea grăunților

În prezent este general recunoscut că în metalul complet recrystalizat forțe motrice pentru creșterea grăunților este legată de energia superficială a limitelor. Cu cât crește mărimea de deformație, mărimea lor scade, scade suprafața totală.

Seamă propus mai multe metode pentru explicarea mecanismului de creștere a grăunților.

Una din ele se bazează pe faptul că există o similitudine între creșterea sau grăunților și creșterea bulilor de apă, acestea fiind guvernate de energia superficială. Creșterea bulilor de apă poate fi luată ca un model a creșterii celulare.

Se consideră o bulă sferică de apă. Cazul sferic în filmul de apă are totdeauna o presiune mai mare decât cel din afară, din cauza tensiunii superficiale a filmului de apă. Din cauza deformării de presiune care există transversal pe filmul curbat de apă, are loc difuzia gazului, curentul de gaze traversează filmul din partea cu presiune înaltă în partea cu presiune joasă, rezultând în final o umplere a interiorului bulii.

Căzul a celulei are trei laturi, condiția de echilibru a trei suprafețe în contact care au aceeași tensiune superficială este ca unghiul de intersecție să fie de 120° (fig. 29).

În general, celulele cu mai multe laturi ca urmare celulei cu forme de echilibru va fi hexagonală cu unghiul între laturi de 120° . Celulele cu un număr mai mic de laturi au concavitatea spre interiorul celulei, deci presiunea va fi mai mare în interior și ca urmare va avea loc difuzia din interior spre exterior ducând la micșorarea volumului în timp până la dispariție. Celulele cu mai mult de șase laturi au concavitatea în afară, presiunea mai mare în exterior, difuzia spre interior și vor or să fie în volan pe o parte din cele mai puțin de șase laturi.

Un alt mecanism propus pentru creșterea grăunților este

Alinares surrului de laturi ale grăunților [13] (Fig. 29).

Datorită curburii laturilor care separă celulele B și D de la punctul A la C, limitele migrează eliminând laturile AC și creând o nouă latură între grăunții A și C. Astfel, unii grăunți pierd din laturi pe măsură ce își câștigă laturi.

Modelul [13] e propus un model simplificat, de coalescență a grăunților, posibil de la considerarea geometrică.

Conform Fig. 29, modelul de succes pe probabilitatea existenței unor grupuri de celule cu grăunți A și B cu orientare puțin diferită, apropiată între ei printr-un alt grăunț C cu stabilitate mică (măsură de laturi). În urma concurenței grăunțului C (energie superficială a limitelor este mai mică), grăunții A și B vin în contact printr-o limită la unghi mic datorită orientării lor apropiate. În această situație, grăunții A și B devin de fapt subgrăunți într-un grăunț comun (D).

Coalescența geometrică se poate realiza poate avea o importanță deosebită în cazul materialurilor puternic texturate, unde posibilitatea ca doi grăunți cu orientare aproape identică să se găsească în apropiere e mai mare.

Deoarece nu se cunoaște încă detaliat structura limitelor de grăunți, este greu de precizat mecanismul de creștere a grăunților. Pe baza observațiilor și cercetărilor întreprinse până în prezent, se poate afirma aproape cu certitudine, că în procesul de creștere, atomii din metal difuzează din partea concavă spre partea convexă a limitelor de grăunțe. Cu cât este mai mare curbură, cu atât mai pronunțat va fi procesul. Cu timpul are loc o migrație a limitelor în direcția opusă centrului de curbură.

Creșterea grăunților este influențată de mulți factori, între care un rol important au particulele de fază secundară care practic inhibă procesul de creștere, de unde și denumirea de "inhibitori". Rolul acestora este cu atât mai puternic cu cât sînt mai fini dispersate și în cantitate mai mare. Este cazul benzilor electrostatice din oțel aliat cu inhibitori de Zn.

Într-o anumită etapă a procesului de fabricație aceste inhibitori sînt deschiși deoarece prin acțiunea lor se realizează a creșterea grăunților, se obțin grăunți mici care sînt mai ușor de orientați la laminarea la rece decât grăunții mari. Efectul acestor inhibitori este înăbușat printr-o recobocire la temperatură înaltă, timp ce revine la oare particulele de fază secundară se dizolvă în matrice, și în lipsa acestora are loc creșterea grăunților, făcându-se curvenții sub formă de microstabilitate.

Recristalizarea secundară este fenomenul de creștere intensă a grăunților, care are loc ca rezultat al acțiunii energiei superficiale, spre deosebire de recristalizarea primară care se datorează în principal energiei de deformare immagazinată în timpul deformării la rece. Recristalizarea secundară are loc la temperaturi de obicei superioare (1000-1100°C) și se desfășoară numai pe scara scăderii energiei superficiale a limitelor, grăunții crescând în direcția concavității limitelor.

Recristalizarea secundară are o mare importanță în procesul de obținere a unor grăunți mari, orientați cristalografic (110) < 100 > din benzile electrotehnice fabricate din oțel cu 3% Si.

1.3.3. Obținerea texturii cristalografice la recristalizarea oțelului cu 3% Si

Numerose lucrări sînt destinate problemelor privind mecanismul de formare a texturii și determinarea influenței diferiților parametri tehnologici de fabricație asupra perfecțiunii texturii. În decursul deceniilor ce au trecut de la începutul elaborării oțelului cu textură "sub pe machie", s-a acumulat un bogat material experimental care permite să se formuleze destul de corect condițiile de obținere a texturii perfecționată a oțelului pentru transformatori.

Cauzele creșterii selective a grăunților, cu "sub pe machie" la recristalizarea secundară, cu toate că s-au făcut multe presupuneri, rămîn pînă în prezent neclare.

În continuare se prezintă succint o analiză a principalelor lucrări care au încercat să elucidese mecanismul obținerii texturii la recristalizare (110) < 001 > [5].

Conform noii din primele ipoteze, forța motrice a creșterii anormale a grăunților cu "sub pe machie" este condiționată de energia lor volumetrică mai mică (densitatea dislocațiilor mai mică) față de energia volumetrică a grăunților cu alte orientări a matricei de recristalizare primară. [12]. Nu s-au obținut încă date concludente în aprindul acestei teorii.

Este apoi teoria lui HILLMAN conform căreia creșterea grăunților se produce ca rezultat al coalescenței grăunților mici, cu orientare apropiată [13]. În conformitate cu această teorie, ar trebui să crească și grăunții (111) < 112 > care au orientare apropiată în urma laminării la rece de ispirină materialului acestei texturii.

Alți autori consideră ca forță motrice a creșterii predominante a grăunților cu "sub pe machie" la recristalizarea secundară,

sensibilitate sistemului opo minima de energie la limita grăunților [14,15]. Aceasta este justificată termodinamic în cazul în care la începutul recristalizării secundare grăunții cu "cub pe cubic" au un avantaj dimensional (de exemplu, ca rezultat al germinării mai timpurii). Înălț, lucrările ulterioare au dovedit nejustițea acestui punct de vedere. S-a constatat că grăunții (110) < 100 > nu apar înaintea altor grăunți și nu predomină în stadiul precedent recristalizării secundare.

Putem fi considerați mai mult sau mai puțin justificat punctul de vedere conform căruia energia la limita grăunților aduce un aport important la forța motoare a recristalizării secundare, dar nu determină orientarea grăunților în creștere.

Mai răspândite sînt ipotezele care leagă formarea texturii de mobilitatea mărită a limitelor grăunților (110) < 001 > [16]. Acest fapt se poate explica prin caracterul deosebit al structurii limitelor între grăunți (110) < 100 > și grăunții (111) < 112 > care predomină în textura după recristalizarea primară. Aceste două orientări în rețeaua cubică cu volum centrat sînt legate printr-o rotație reciprocă cu un unghi de 35° în jurul unei axe < 110 >, care se află în planul tablei perpendicular pe direcția de laminare, totodată, o parte din nodurile ambelor rețele coincid [17]. Astfel de limite între grăunți cu rețele parțial "conjugate", sau "speciale" au o energie redusă [18] și în unele condiții o mobilitate mărită față de limitele obișnuite [19,20].

Un argument indirect în favoarea extinderii ipotezei limitelor "conjugate" este faptul că pentru dezvoltarea texturii (110) < 001 > la recristalizarea secundară, este nevoie de o componentă mai mult sau mai puțin pronunțată (111) < 112 > în textura de deformare și recristalizare primară [21]. În același timp, după părerea autorilor, există destule motive care pun la îndoială rolul limitelor conjugate în formarea componentelor de recristalizare secundară. În principal, acestea sînt:

a - dacă o pereche de grăunți alăturați cu orientare (110) < 100 > și (111) < 112 > se răscruce concomitent cu 90° în jurul unei axe < 110 > atunci orientarea lor devine (110) < 001 > și (112) < 111 >. Caracterul limitei dintre grăunți evident nu se modifică. Este deci de așteptat ca în textura recristalizării secundare, să apară componente cu orientarea (112) < 111 >, ceea ce nu s-a putut evidenția.

Amplas și Hunter [16,18] au stabilit că limitele conjugate capătă preponderanță în vitose de migrație în prezența unei axițe

cantități de staniu. Cercetările au fost făcute pe plumb.

În oțelul pentru transformator, elaborat în condiții industriale sînt prezente o serie de impurități, în cantități diferite, printre care și staniu. De aceea, este posibil să așteptăm teorie și să găsim noi argumente pro.

Socolov cu colaboratorii [22], apreciind probabilitatea vecinătății grăunților (110) < 100 > cu alți grăunți cu care ei pot să formeze limite parțial conjugate au ajuns la concluzia că numărul limitelor "speciale" în textura recristalizării primare este foarte scăzut. Astfel, teoria limitelor parțial conjugate nu dă o explicație satisfăcătoare a procesului de formare a texturii în oțelul electrotehnic.

Așă autori [23, 24] consideră că creșterea selectivă a grăunților (110) < 001 > este legată de tendința sistemului spre minimum de energie liberă a suprafeței de separație metal-atmosferă. În anumite condiții, recristalizarea secundară, este stimulată de o energie superficială redusă a grăunților (110) < 001 >. Analiza datelor publicate arată că există două variante de obținere a texturii "cub pe nașie", diferite ca mecanism, ale căror particularități principale sînt următoarele :

- Primul din aceste procese se realizează în condițiile atmosferei de recăzere strict controlată (cel mai frecvent vid avansat), a unui conținut mic de impurități în metal și a unei calități bune a suprafeței benzii, ceea ce asigură o energie superficială minimă a plăcuțelor de tip (110) care au densitatea reticulară maximă în rețeaua C.V.C. Variația compoziției atmosferei, (de exemplu o schimbare nu prea mare a potențialului de oxigen) a temperaturii sau a duratei de recăzere, poate să ducă la modificarea tipului de textură sau în general la suprimarea recristalizării secundare .

- Un exemplu tipic al celui de-al doilea proces constă în obținerea oțelului în condiții industriale atunci cînd atmosfera poate fi diferită ; în aceste condiții metalul este impurificat considerabil și pe suprafața benzii se găsesc pelicule groasere de oxizi și diferite structuri .

În aceste condiții energia superficială a diferitelor plane cristalografice practic se egalează. În afară de aceasta, în aceste cazuri geminii recristalizării secundare se formează nu pe suprafața benzii, ci la o cavitate adîncime.

De menționat de asemenea că, în primul caz, odată cu reducerea grosimii benzii se modifică procesul de obținere a texturii

efecte (ca urmare a creșterii aportului energiei superficiale la forța motrice a creșterii grăunților) și ea poate fi obținută la grosimi până la 0,05 - 0,025 mm (și mai mici chiar) ; în cel de-al doilea proces se observă o legătură inversă - la o grosime 0,1 mm e bună, obținerea texturii "cub pe muchie" este îngreunată. Astfel cel puțin în stadiul inițial de recrystalizare secundară, energia superficială nu joacă un rol important la stimularea creșterii grăunților "cub pe muchie".

Unii cercetători fac o legătură între formarea texturii la recrystalizarea secundară și acțiunea selectivă a incluziunilor asupra intensității de migrație a limitelor grăunților de orientare diferită. Astfel Brown [25] a presupus că deformarea influențează distribuția impurităților astfel încât este posibilă limitarea direcției a creșterii grăunților. Dacă se admite că forțele de fricțiune sînt maxime în direcție normală față de planul de laminare, atunci planul (110) poate să treacă ușor peste această limitare și ca rezultat se formează textura (110) < 001 > .

Takachi preocupat de problema recrystalizării secundare reprezintă grăunți ale căror limite sînt relativ libere de incluziuni. Întrucît se folosesc diferite incluziuni (inhibitori) pentru stimularea formării texturii, este greu de acceptat ideea că orientarea tuturor incluziunilor (cu diferite tipuri de rețea cristalină) este întotdeauna favorabilă pentru creșterea în anisotropitate a grăunților "cub pe muchie".

În cele de sus, rezultă că nu există o teorie satisfăcătoare care să explice principalele date experimentale referitoare la recrystalizarea secundară în oțelul cu 3. și pentru transformatori.

Cap.2 Materiale și metodologia de cercetare

2.1. Metodologia generală de cercetare

Configurarea lucrărilor de cercetare care formează subiectul prezentei teme a cuprins următoarele etape principale :

- Studiul caracteristicilor structurale și cristalografice ale benzii laminată la cald din oțel cu 3,34 .

- Studiul caracteristicilor structurale și cristalografice ale benzii laminată la rece (textura cristalografică, distribuția și densitatea principalelor inhibitoare de MAS, densitatea de dislocație și orientarea fragmentelor de grăunți).

- Studiul modificărilor structurale în timpul recristalizării primare (formarea celulelor de dislocație, poligonizarea, formarea gemenilor de noi cristale, creșterea și orientarea subgrăunților).

- Studiul modificărilor structurale în timpul recristalizării secundare (creșterea grăunților, dizolvarea inhibitorului, textura de recristalizare secundară).

În cadrul acestor experimentări s-au folosit mai multe metode de lucru și anume : analiza structurii prin microscopie optică, analiza substructurii prin microscopie electronică de tranziție, analiza texturii prin difracție de raze X și din curbă momentul magnetic. Aceste metode vor fi prezentate pe larg în subcapitolele 2.3, 2.4 și 2.5.

În ceea ce privește materialul analizat, s-a utilizat probe din bandă laminată la cald la C₃₃6₀ (3mm²) probe din bandă laminată la rece la C₃₃ (0,3mm²).

Compoziția chimică este dată în tabelul nr.4

2.2. Simularea în laborator a regimurilor termice de recristalizare primară și secundară

Pentru evidențierea modificărilor structurale ce apar în procesul de recristalizare primară și secundară, s-au simulat în laborator regimurile termice corecționatoare, (tabelul 3) . S-au lucrat în atmosferă de protecție, prelevându-se probe din aproape în aproape, pe tot parcursul tratamentului termic.

Compoziția chimică	C 0,022	Mn 0,004	P 0,022	Si 0,12	Al 3,06	Cu 0,01	Sn 0,01
Temperatură de încălzire °C	Tratatamentul term.		Atmosfera de protecție		Observații		
300 400 500 600 700 800	Recristalizare primară		Argon		Problele s-a făcut pe nișă de s-a citit temperatura dorită		
820	Decarburare		Hidrogen + Argon + apă; pusei de rouă + 60°C		Proba s-a menținut la pe temperatură		
900 950 1000 1050 1100 1150	Recristalizare secundară		Hidrogen		La 1150°C proba a fost menținută în cuptor		

În paralel cu acest ciclu de tratament s-a urmărit evidențierea procesului de recristalizare prin modificarea substructurii prin observarea directă a transformărilor ce au loc în material la încălzire, acesta lucru a fost posibil prin studii la microscopul electronic, utilizând un dispozitiv special de încălzire a probei în aparat până la o temperatură de 1000°C (în vid), astfel astfel posibilitatea să se urmărească modificarea microstructurii pe aceeași zonă. Utilizând tehnica de fotografiere a imaginilor proprii spațiului, s-a obținut în final un film al procesului de recristalizare. Rezultatele obținute sînt prezentate în capitolul 3.

Determinarea experimentală a texturii prin măsurători de difracție a razei X

Orientarea preferențială a cristalelor unui polieristal texturat - poate fi pusă în evidență prin difracția razei X. Legea Bragg de reflexieată la baza înțelegerii tabloului röntgenografic în toate cazurile. Această lege

$$2 d \sin \theta = \lambda n \quad (11)$$

stabilește o legătură între lungimea de undă λ , distanța d între planele cristaline și unghiul de reflexie θ , n fiind ordinul de reflexie. Dacă razele X cu o anumită lungime de undă cade pe o probă ale căror cristale sânt neorientate, în acest caz se vor găsi o mulțime de cristale care să îndeplinească legea Bragg de reflexie, iar razele difracționale reflectate se formează un con de deschidere 4θ . Intersecția unui con cu un plan perpendicular pe direcția incidentă a fasciculului va da un cerc, numit inelul Debye. El este conturul unui orientare este isotropă și întrerupt dacă orientarea este preferențială. Dacă (h, k, l) este planul de reflexie, distribuția spațială a numerelor acestui plan, transpuse pe o sferă de proiecție formează figura de poli [22]. Radiația reflectată este înregistrată cu ajutorul unui contor cu scintilație, montat pe un goniometru care înregistrează după principiul Bragg - Brentano (fig. 32.)

Contorul va înregistra numai intensitățile de pe ecuatorul cercului de proiecție. De aceea proba trebuie rotită în jurul normalei la planul său de la 0° la 90° astfel încât să existe posibilitatea să se urmărească distribuția intensității pe întregul con de reflexie. Aceste intensități se transpune pe sfera de proiecție. Planul de proiecție este planul de lanțare în care se află direcția de lanțare D.L și direcția transversală D.T. Fiecare punct al proiecției este determinat de două coordonate (α, ψ) unde α este unghiul dintre suprafața probei și punctul dat, iar ψ este azimutul punctului. Exploatarea cercului de difracție poate fi făcută prin două posibilități, prin reflexie și prin tranziție.

Metodologia privind construirea figurilor de poli și determinarea texturii

Pentru construirea figurilor de poli și determinarea texturii unui material trebuie parcurse următoarele etape :

- 1) Pregătirea probei: clădirea și șlucirea la dimensiunile capului goniometric folosit pentru determinarea texturii. Este necesar să fie riguros plan și în poziția 0° montat pe capul

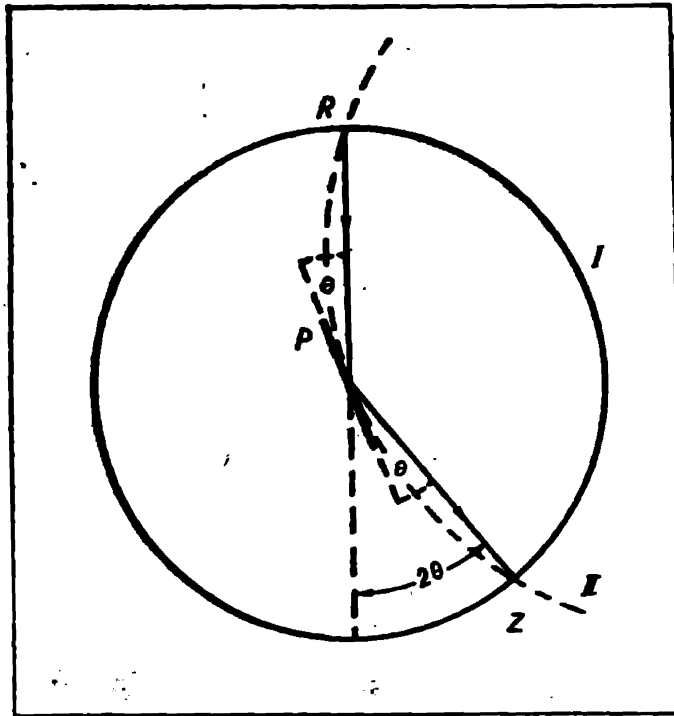


Fig.32 Schema de principiu a așezării contorului Z a probei P și sursei de radiație R în montaj de lucru (2θ pentru contor și θ pentru probă)

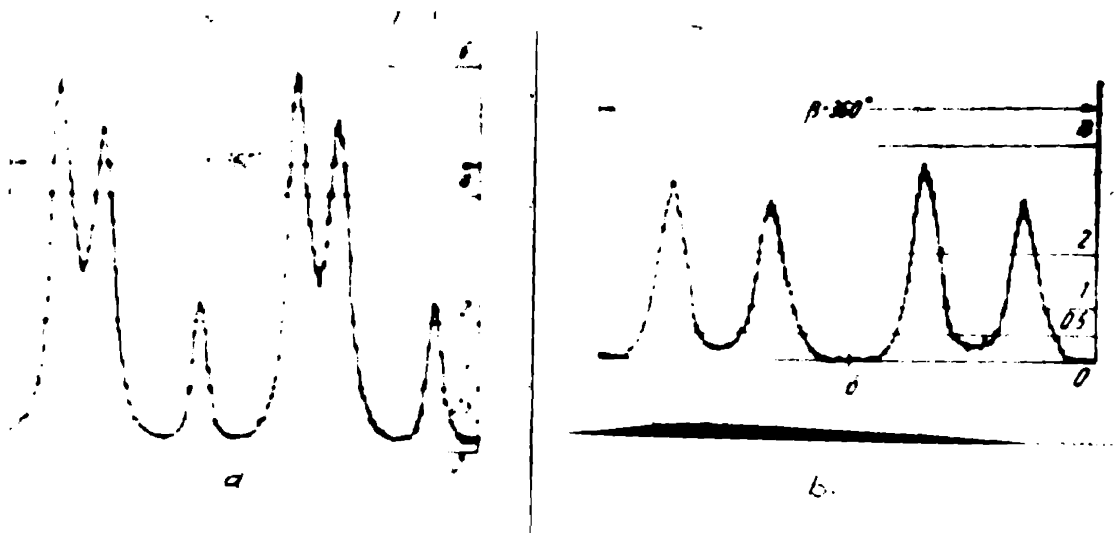


Fig.33 Curba intensității pentru $\beta = 0 - 360^\circ$

a. $\alpha = 0^\circ$

b. $\alpha = 40^\circ$

Liniiile de nivel notate cu 0,5;1; 2; 4; sînt trasate în raport cu o probă etalon netexturată.

goniometric și fie riguros verticală, lucru care se verifică cu ajutorul ecranului. În poziția 0° a probei și 180° în contor trebuie să se obțină același număr de impulsuri. Reglarea este asigurată de construcția capului goniometric. Pentru lucrul prin transmitere probe trebuie așezat la grosimea de $0,005\text{mm}$ prin etanș electrochimic. O soluție cu rezultate bune este următoarea:

apă distilată	10 ml
apă oxigenată	88 ml
acid fluorhidric	5 ml

Atecul este foarte rapid dar se recomandă ca o operație să fie repetată la 2-3 minute și grosimea controlată, până se obțin dimensiunile corespunzătoare. Cu toate acestea se constată o dizolvare mai rapidă a probei către margini. Se recomandă deci să se a un ecran de dimensiuni mai mari.

2) Alegerea radiației de lucru corozivă. De obicei Co^{60} , Cs^{137} , Ni^{63} , Ag^{108} . De preferat Co^{60} și Cs^{137} pentru metoda prin reflexie iar Ni^{63} , Ag^{108} pentru metoda prin transmitere.

De remarcat că tubul de raze X să fie montat corect la parametrii din proiectul de lucru, deoarece altfel se produce o defocalizare care duce la sciderea și deplasarea nejustificată de factori structurali, a liniei de difracție.

3) Se trece să se realizeze o diagramă de difracție pentru o variație a lui α de la 0° la 90° și se stabilește geometria instalației în așa fel ca maximele principale să se înregistreze pe hirtia de înregistrare.

4) Pe diagramă de la punctul 3 se indicasei 2-3 maxime și se determină 2θ .

5) Se fixează contorul la 2θ corespunzător unuia din maximele de la punctul 4, ce corespunde unui (h, k, l) .

6) Cășta contorul fixat la poziția 2θ pentru un plan (h, k, l) se rotește proba în planul său de la 0° la 360° pentru înclinări $\alpha = 0^\circ, 5^\circ, 10^\circ, \dots, 90^\circ$. Se obțin diagramă corespunzătoare celor din figura 33a și b unde $\alpha = 0^\circ$ și $\alpha = 90^\circ$. Se repetă aceleași operații din 5° în 5° , ideal până la 90° , practic însă posibil doar până la $70-80^\circ$.

7) Punctele de egală intensitate de pe aceste diagramă se transpun pe o sferă de proiecție (fig. 34) și se obțin figuri de poli corespunzătoare celor din (fig. 35 a, b).

8) Pentru determinarea planului de laminare și a direcției de laminare se folosesc rețele standard (fig. 36-38).

Se caută o rețea ai căror poli se suprapun în totalitate peste polii probei cercetate. Uneori există mai multe axe de simetrie și trebuie să combinăm mai multe proiecții standard.

9) Aprecierea cantitativă se face în raport cu o probă etalon, după măsurătorile de reflexie cu foaie norușoasă.

2.3.2. Determinarea energiei prin curba momentului magnetic

Metoda momentului magnetic constă în măsurarea momentului magnetic indus de un câmp magnetic constant pe diferite direcții cristalografice ale unor probe, momentul total reprezentând suma momentelor grăunțurilor cu aceeași orientare.

În cazul rețelei cubice, energia de magnetizare pentru o direcție dată a rețelei este dată de relația :

$$E = E_0 + K_1(\alpha_1^2 \alpha^2 + \alpha_2^2 \alpha^2 + \alpha_3^2 \alpha^2) + K_2\alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 \quad (13)$$

unde :

E = energia per/volum pentru o direcție dată și se magnetizează la saturatie ;

E_0 = energia de magnetizare la saturatie/per/volum pe direcția principală

K_1, K_2 = constante de anisotropie definite;

$\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ = cosinuzii directori ai unei direcții carecure

Formula a fost folosită de Bosorth pentru stabilirea expresiei variației momentului magnetic pe diferite axe cristalografice. [33]

$$L = \frac{\partial E}{\partial \alpha} \quad (14)$$

unde :

L = momentul magnetic per /unitate volum

E = energia de magnetizare

α = unghiul dintre direcția de magnetizare și planul cristalografic de referință .

Ținând seama de simetria cubică, de energia de magnetizare pentru acest tip de structură, s-a stabilit valoarea momentului magnetic pentru diferite plane (tabelul 6) [33 - 35] .

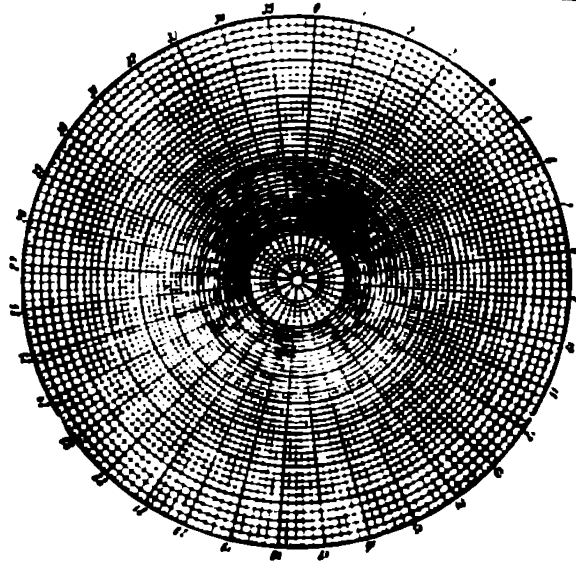


Fig.34 Sfera de proiectare. Cercurile sînt concentrice și trasate din 2° în 2° . /28/

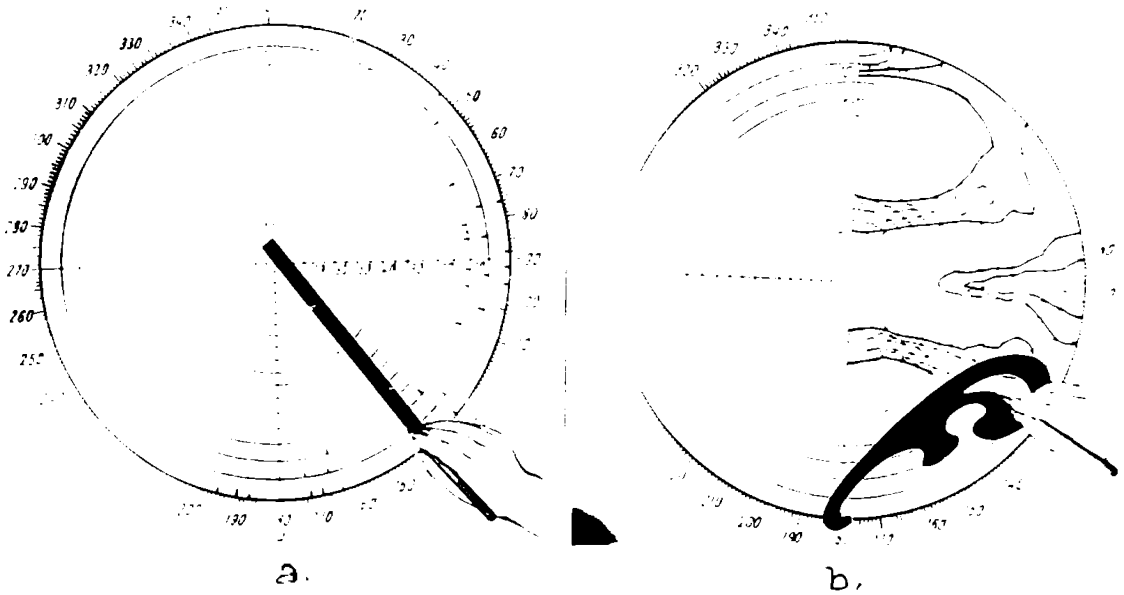


Fig.35. Modul de construire a unei figuri de poli /28/
a. se notează punctele de egală intensitate;
b. se unesc punctele de egală intensitate și se obțin curbele de nivel ce conturează figura de poli.

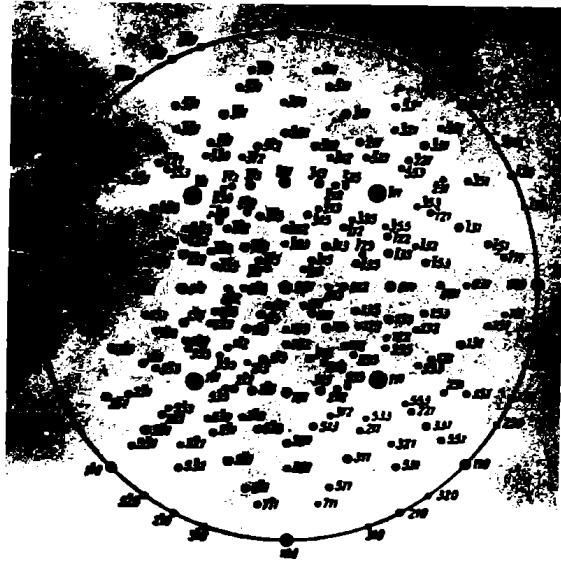


Fig. 36 sfera de proiectie (001)

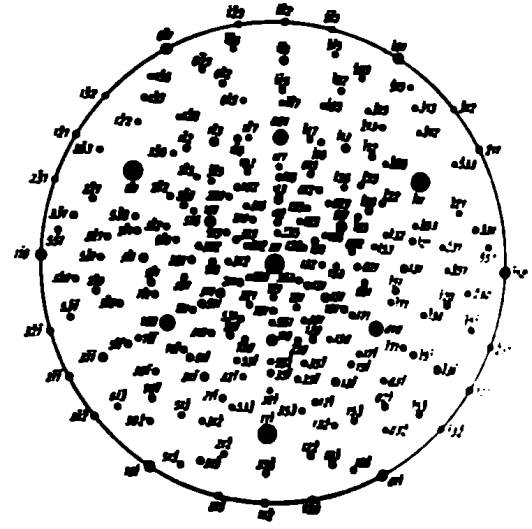
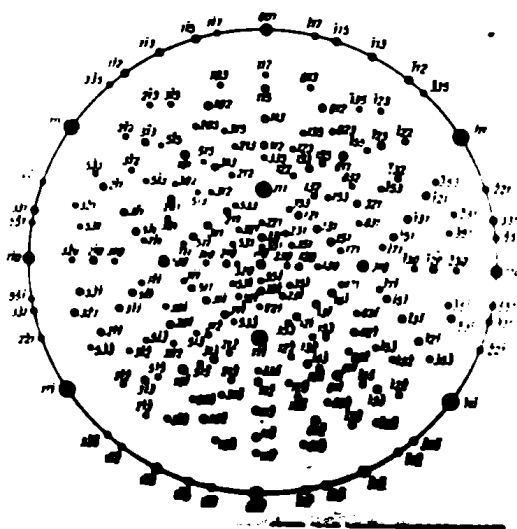


Fig. 37 sfera de proiectie (110)

Fig. 38 sfera de proiectie (111)

TABLEAU 5

Ord. crt.	(hkl)	[hkl]	L
a.	100	100	$\frac{k_1}{2} (\cos^4 \alpha)$
b.	100	110	$\frac{k_2}{2} (\sin^4 \alpha)$
c.	110	100	$\frac{k_1}{8} (2 \sin^2 \alpha - 3 \sin^4 \alpha) + \frac{k_2}{8} (-\sin^2 \alpha)$
d.	110	110	$\frac{k_1}{8} (2 \sin^2 \alpha - 3 \sin^4 \alpha) + \frac{k_2}{8} (\sin^2 \alpha)$
e.	111	110	$\frac{k_2}{8} (\cos^6 \alpha)$
f.	211	110	$\frac{k_1}{24} (-2 \sin^2 \alpha + 7 \sin^4 \alpha) + \frac{k_2}{24} (13 \sin^2 \alpha)$

Comparând datele teoretice cu rezultatele experimentale, s-a stabilit că numai textura de tipul pe $\sin 2\theta$ și $\sin^4 \theta$ au o contribuție semnificativă. Se poate conștientiza de obicei formula :

$$L = A_2 \sin 2\alpha + A_4 \sin^4 \alpha \quad (15)$$

unde :

A_2 și A_4 sînt constante care se determină experimental.

În cazul oțelului De-si, texturile predominante sînt de tip (a) și (b). Mai slab sînt texturile (c) și (d), iar cele de tip (e) și (f) nu sînt luate în considerare, ajungînd uneori la valori reziduale (V_p).

În funcție de valorile coeficienților A_2 și A_4 s-au stabilit următoarele tipuri de texturi (tabelul 6) [30,37]

Tabelul 6

Δ_2	Δ_4	V_a	V_b	V_c	V_d	V_e
< 0	$< \frac{3}{2} \Delta_2$	$\frac{3\Delta_2 - 2\Delta_4}{k_1}$	0	$\frac{-4\Delta_2}{k_1}$	0	$2V_b - V_c$
< 0	$> \frac{3}{2} \Delta_2$	0	$\frac{2\Delta_4 - 3\Delta_2}{k_1}$	$\frac{-4\Delta_2}{k_1}$	0	$2V_b - V_c$
> 0	$< \frac{3}{2} \Delta_2$	$\frac{-3\Delta_2 + 2\Delta_4}{k_1}$	0	0	$\frac{4\Delta_2}{k_1}$	$2V_b - V_c$
> 0	$> \frac{3}{2} \Delta_2$	0	$\frac{2\Delta_4 + 3\Delta_2}{k_1}$	0	$\frac{4\Delta_2}{k_1}$	$2V_b - V_c$

Valoarea lui k_1 depinde de compoziția chimică a materialului analizat. În cazul oțelului silicios, Larnov a propus următoarea relație pentru calculul lui k_1 [36 - 37]

$$k_1 = (9,25 - 0,532p) \cdot 10^5 \quad (15)$$

unde :

p = procentul de siliciu din oțel

Experimental se procedează în felul următor : momentul magnetic se înregistrează continuu la magnetometrul pentru o rotație a probei $0^\circ \rightarrow 360^\circ$ în timp constant (fig. 39a)

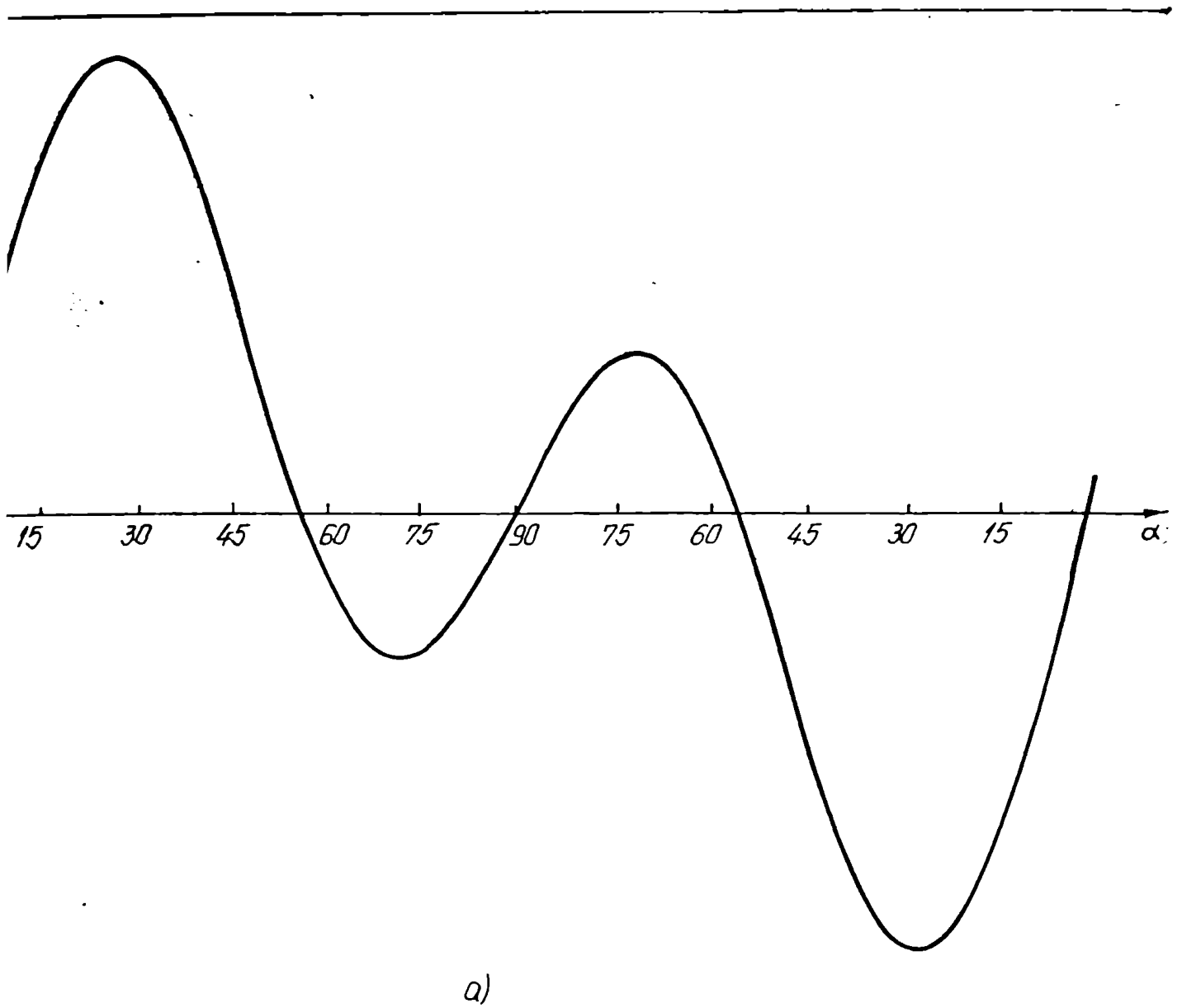
Se determină prin măsurare valorile lui L pentru $\alpha = 15^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ, 75^\circ, 90^\circ, \dots, 180^\circ$. De la 90° la 180° curba este simetrică cu cea de la 0° la 90° față de axă. Se calculează valorile medii și se introduc în ecuația (15).

Se determină valorile Δ_2, Δ_4 care dau timpul de textură. Se calculează k_1 din relația (15) și se stabilesc componentele de textură V_a, V_b, V_c, V_d .

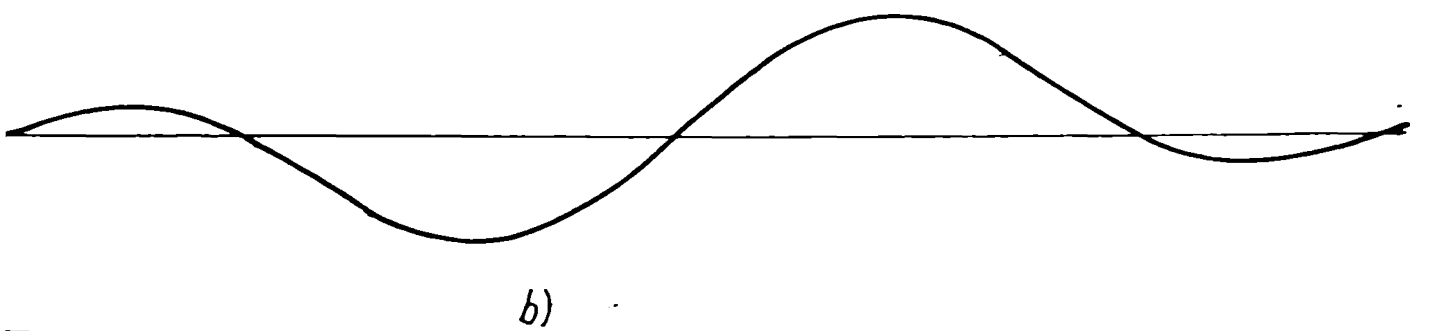
Înt faza simetriei cubice, componentele de textură se grupează câte două (ceea ce se vede și din tabelul 5) .

Acute lucră și faptul că texturile de tip (e) și (f) nu sînt luate în considerare, deoarece această metodă nu este eficientă în caracterizarea texturii unui material. Se completează cu analiza stereografică prezentată în subcapitolul precedent.

Metoda momentului magnetic se aplică la baza finală de oțel silicios fiind textura OOI: este predominantă.



a)



b)

Fig. 39 Curba momentului magnetic;
a) material texturat
b) material netexturat

2.4 Metodologia de analiză cu microscopul electronic a densității și repartiției precipitatelor inhibitoare de MnS

Un factor determinant în dezvoltarea recristalizării secundare, după cum s-a mai arătat în capitoul 1, o constituie prezența microinclusionilor de MnS.

Importanța inclusionilor de MnS a fost pentru prima dată remarcată de către Ray și Curball [38]. Ei au arătat că pentru dezvoltarea texturii (110) [001], pe parcursul tratamentului termic la care este cupus aliajul FeSi, este necesar ca materialul să conțină o a doua fază în stare dispersă. Această textură dezvoltată se dezvoltă printr-un proces de recristalizare secundară, o-a atribuit celei de-a doua faze funcționalitatea de stimulator al acestui proces. În ceea ce privește această funcționalitate, s-a trecut concluzia că ea constă în principal, în inhibarea creșterii normale a grăunțurilor intrinsecă recristalizării primare. Se arătat că momentul și timp rata la care se produce efectul arătat, (textura pronunțată și recristalizarea secundară) depinde de concentrația și stabilitatea celei de-a doua faze. (Compozițional, aceasta a doua fază s-a considerat a fi sulfura de mangan (MnS)). O condiție importantă ce trebuie îndeplinită de particulele de MnS pentru a-și îndeplini rolul de inhibitori, este aceea a prezenței lor într-o formă fin divizată și uniform distribuită. Aceste lucruri se realizează în timpul încălzirii la 1350°C - 1400°C care precede laminarea la cald și în timpul căruia se realizează solubilizarea sulfurii de mangan (Fig.13).

Aliajul este cupus apoi unei răcirii rapide (de ordinul minutelor) până la o temperatură sub 700°C, favorizându-se astfel precipitarea particulelor de MnS cu diametre de ordinul sutelor de angstromi.

Studiile efectuate de diverși cercetători au condus la un număr de rezultate referitoare la dimensiunile, densitatea morfologia și compoziția particulelor inhibitoare, decedând de importanță pentru caracterizarea condițiilor în care ele își îndeplinesc rolul de inhibitori ai recristalizării primare. Astfel, experimentările efectuate de Moore și Karas [39] au evidențiat dependența de temperatură a dimensiunilor și densității de particule inhibitoare. Astfel, după în urma tratamentului termic efectuat la 750°C, dimensiunea medie a particulelor s-a găsit a fi de 500 Å, la 980°C ea ajunge să fie de 1000 Å. La 750°C densitatea de particule este de 6×10^{12} part./cm³, iar la 980°C este $1,5 \times 10^{11}$ part./cm³. Surua

particularilor este oferită pentru tratamente termice efectuate la temperaturi cuprinse între 750 și 1090°C, iar în apropiere de 1200°C particulele se "poligonizează" căpătând forma subiect sau de primă hexagonală. Atingerea și depășirea acestei temperaturi conduse la decolorarea apreciabilă a materialului și în structura acestuia se mai pot observa numai izolat particule de Mn₂S₃, ale căror dimensiuni sînt apreciabile.

În ceea ce privește compoziția chimică, Flourens și Karas ajung la concluzia că precipitarea incluziunilor pot conduce la apariția oricărei din fazele α , β sau γ caracteristice acestui compus chimic.

În ceea ce privește corelația dintre dimensiunea medie a incluziunilor și funcționalitatea lor ca stimulatori indirecti ai recristalizării secundare, merită subliniate rezultatele experimentale obținute de Molotilov și Iacovskaja [40]. Ei au arătat că atunci cînd stimularea se realizează, în 60' din secunde de încălzire, dimensiunea medie a fost de 3000 Å, iar în restul cazurilor de încălzire, dimensiunea medie observată a fost de 2500 Å, iar cea maximă de 10000 Å. Determinările de densitate de particule au condus la valori cuprinse între 6×10^{12} și 4×10^{14} particule/cm³. În probele în care dezvoltarea recristalizării secundare nu a fost favorizată de prezența incluziunilor, dimensiunea medie a secora este de 3000 Å, întâlnindu-se în mod frecvent particule cu dimensiuni cuprinse între 1500 și 4000 Å, limita superioară observată fiind de 10000 Å; densitatea medie determinată în aceste probe a avut valori cuprinse între 2×10^9 și 10^{10} particule/cm³. Valorile obținute în cazul în care incluziunile își îndeplinesc funcția de inhibitor, atât pentru dimensiunea medie a particulelor cit și pentru densitatea lor concordă bine cu valorile raportate de Flourens și Karas pentru tratamentul termic la 750°C. Pentru determinarea compoziției chimice a incluziunilor, Molotilov și Iacovskaja au folosit atât criteriul experimental "indirect" al analizei structurale cit și cel "direct" al observării spectrului razele X de energie. Ei au ajuns la concluzia că particulele de inhibitori se pot forma și din tip sulfură de mangane, sulfură de fier și sulfuri complexe de mangane și fier.

În ceea ce privește compoziția chimică a particulelor de incluziuni inhibitoare, o atenție deosebită s-a acordat rezultatelor recente obținute de Sejocan și colaboratorii [46] folcind ca analiză EDAX. Studiile efectuate arată că numai particulele de

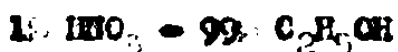
incluziuni de dimensiuni relativ mari (1000Å) au compoziția MnS; pentru cele ale căror dimensiuni sînt cuprinse în domeniul 200Å - 500Å , elementul constituent de bază observat a fost siliciul singur, sau prezent alături de magnez și calciu.

Contradicția dintre rezultatele obținute de diverși cercetători se poate explica prin caracterul complex al naturii particulelor de incluziuni și metodele de investigație diferite pe care le-au utilizat în experimentările efectuate.

Mecanismul prin care aceste particule își îndeplinesc rolul de inhibitor nefiind încă elucidat, lucrarea de față își propune să aducă date noi în descifrarea procesului de recristalizare primară și secundară, proces în care aceste particule au un rol important.

În acest scop s-au prelevat probe din diferite etape ale procesului de recristalizare primară și secundară urmărindu-se evoluția inhibitorului. Analizele s-au efectuat la un microscop electronic prin tranziție tip JEM 100 CX pe replici de extracție. Metoda de obținere a unei replici este următoarea :

a- eșantionul se lustruiește chimic într-o soluție de HF (33%) + H₂O₂ (30. - 50 ml) ; până se obține o suprafață curată, fără risuri. După lustruire, proba se introduce pentru pasivare într-o baie saturată de CrO₃. Se spală, se usucă pe hîrtie de filtru.
b- se execută un atac chimic cu o soluție de



c- se acoperă cu un strat de carbon de grosime 300-400Å într-o instalație cu vid (evaporator).

d- eșantionul acoperit cu carbon se cercioasă în mici pătrate și se introduce într-o baie electrolițică pentru desprinderea replicii. Soluția are compoziția : C₂H₅OH (100ml) + FeCl₂ (2ml) + CH₃COOH(2ml) Se lăcrează cu o tensiune de 7V, desprinderea replicii efectuându-se în 1-2 min. Repliciile se scurg din baie și se introduc pentru spălare în alcool etilic (C₂H₅OH).

e- se aşază replicia pe grilă și se introduce în microscop pentru studiu. Practic replica este formată din stratul de carbon după la evaporator în care sînt înglobate particulele de inhibitor analize de la suprafața eșantionului (tabla de 0,3 mm grosime).

Studiul la microscopul electronic al replicilor constă în măsurarea diametrului mediu al particulelor și distribuția acestora pe dimensiuni prin numărare. Se lăcrează la cârini cuprinse în intervalul X20000 - X30000 și se măsoară între 200 și 800 particule pe fiecare replică.

Observațiile se fac în general pe 40 câmpuri, în cazul în

care există o distribuție foarte uniformă, numărul de corpuri analizate se reduce la 10.

Masa medie a particulelor se calculează cu relația :

$$\bar{m} = \frac{\sum N_i \cdot m_i}{\sum N_i} \quad (17)$$

unde :

N_i = numărul de particule analizate (măsurate)

m_i = masa măsurată particulei N_i

În ceea ce privește densitatea de particule, aceasta se poate determina pe două căi :

a- se preocupăm cu sulful din material ce regăsim în totalitate sub formă de MnS . Această ipoteză este în parte justificată de faptul că solubilitatea MnS la temperatura camerei este foarte mică, iar concentrația stoichiometrică a sulfului este mai mică decât a manganiului.

Pentru determinarea formulei de calcul se pleacă de la relația de obținere a MnS



rezultă : $\mu_S + \mu_{Mn} = \mu_{MnS} \quad (19)$

deci : $\frac{m_S}{m_{MnS}} = \frac{m_S}{m_{MnS}} \cdot \frac{\mu_S + \mu_{Mn}}{\mu_S} \quad (20)$

$$V_{tot} \cdot \rho_{MnS} / \text{cm}^3 = \frac{m_{MnS} / \text{cm}^3}{\rho_{MnS}} \quad (21)$$

Numărul de particule pe cm^3 se calculează cu relația :

$$\bar{N} / \text{cm}^3 = \frac{V_{tot} \cdot \rho_{MnS} / \text{cm}^3}{\bar{V}} \quad (22)$$

unde :

\bar{V} = Volumul mediu al particulei este $\frac{4\sqrt[3]{\bar{V}^3}}{3}$

deci :

$$\bar{N} / \text{cm}^3 = \rho_{MnS} / \text{cm}^3 \cdot \frac{\mu_S + \mu_{Mn}}{\mu_S} \cdot \frac{1}{\frac{4\sqrt[3]{\bar{V}^3}}{3}} \quad (23)$$

Din relația $\frac{m_S}{100} = \frac{m_S}{m_{Fe}}$ rezultă $m_S / \text{cm}^3 = \rho_{Fe} \cdot \frac{Z_S}{100} \quad (24)$

În aceste caz relația (22) devine :

$$N/cm^3 = \frac{\rho_{Fe} \frac{Z_{Fe}}{A_{Fe}} \cdot \frac{K_{Fe} + K_{Mn}}{Z_{Fe}}}{\rho_{MnS} \cdot \frac{4\pi r^3}{3}} \quad (25)$$

Se cunosc datile :

$$\begin{aligned} \rho_{Fe} &= 7,8 \text{ g/cm}^3 \\ \rho_{MnS} &= 5,4 \text{ g/cm}^3 \\ Z_{Fe} &= 26 \\ K_{Fe} &= 55 \end{aligned}$$

Introducind aceste valori in relatia (25) se obtine :

$$\bar{N} = \frac{5,4 \cdot 26 \cdot 55 \cdot 10^{20}}{7,8 \cdot [A]} \quad [\text{particula/cm}^3] \quad (26)$$

\bar{N} = densitatea de particule ce calculează în exclusivitate pe baza măsurătorilor efectuate în microscop. În stabilirea relației de calcul se pornește de la relația bine cunoscută conform căreia fracția de suprafață = fracția de volum.

Deci, putem scrie relația :

$$S = V \quad (27)$$

care devine

$$\frac{n_1 \cdot \pi r^2}{S} = \frac{n_2 \cdot 4\pi r^3}{V} \quad (28)$$

unde :

n_1 = numărul de particule de pe suprafața observată ;

r = raza medie a particulelor analizate

n_2 = numărul de particule ce corespunde în volum ;

V = volumul corespunzător .

În cazul acesta interesăm \bar{N} unde $V = 1 \text{ cm}^3$

Deci :

$$\bar{N} = \frac{n_2}{V} \quad [\text{particula/cm}^3]$$

Din relația (28) rezultă formula pentru \bar{N}

$$\bar{N} = \frac{n_1 \cdot 3}{8 \cdot r} \quad (29)$$

În această relație avem :

n_1 = numărul total al particulelor măsurate
numărul de câmpuri analizate

8 aproximata ceroului din microscop pe care s-a făcut studiu
M (mărimea la care s-a lucrat)

$$\frac{z}{r} = \frac{\sum M_i r_i}{\sum M_i} \cdot \frac{1}{M}$$

În lucrarea de față s-au făcut determinări prin ambele metode . Rezultatele obținute sînt prezentate în capitolul 3.

În ceea ce privește natura incluziunilor, aceasta s-a determinat atât pe cale spectroscopică (cu ajutorul analizei EDAX) cît și direct prin analiza imaginilor de difracție electronice obținute pe particule. Concluziile sînt de asemenea prezentate în capitolul 3.

2.5. Metodologia de analiză a procesului de recristalizare și texturare cristalografică prin microscopie electronică de transmisie pe folii subțiri.

Studiul oțelurilor prin microscopie electronică de transmisie oferă posibilitatea obținerii unor date complete asupra microstructurii cristaline, a defectelor, precipitatelor, limitelor de grăunți, ceea ce face posibilă cunoașterea mai detaliată a proceselor metalurgice de alăturare, deformare plastică și tratament termic a materialului respectiv. Posibilitatea corelării imaginii de microscopie cu imaginea de difracție de electroni pe arce colectată lărgoște sfera de aplicabilitate a studiului cristalografic la nivelul unui defect estetic în cristal, cum sînt dislocațiile sau defectele de împachetare, sau la nivelul unor precipitate. Cercetarea metalurgică fizică, a studiilor de raze X în probleme de metalurgie, s-a făcut complementar cu dezvoltarea tehnicilor de microscopie electronică în acest domeniu.

Studiile de metalurgie începute în anii 50 prin metode de replici de suprafață sau de extracție, care prelungeau puterea de rezoluție a microscopiei optice sub domeniul $0,1/\mu$ m au cedat apoi locului studiilor directe pe folii subțiri subțiate electrochimic sau prin diferite tehnici, pentru ca în ultimii 5 ani să apară studii directe pe rețeaua cristalină la rezoluții de $1-2\text{Å}$, în multe probleme de metalurgie.

Metode obținute din fișierul A.S.E.M., asupra structurilor cristaline cunoscute s-au dovedit a fi insuficiente pentru caracterizarea tuturor structurilor relevate de difracția de electroni, care poate evidenția forme și structuri noi sau forme notabile a unor ocupații.

În ultimile două decenii s-au elaborat mai multe monografii în acest domeniu, privind metodele de lucru, prepararea probelor, teoria contrastului, interpretarea imaginilor de difracție, etc.

În lucrarea de față s-a urmărit evidențierea unor fenomene structurale ce au loc în timpul procesului de recristalizare primară și secundară. Pentru aceasta, s-a efectuat un studiu în paralel și sincron: în primul rînd s-a efectuat tratamentul termic de recristalizare primară și secundară într-un cuptor cu atmosferă controlată, prelevîndu-se probe din 100°C în 100°C pînă la temperatura de 100°C și apoi din 50°C în 50°C pînă la temperatura de 1150°C , urmîrind transformările structurale ce au loc la diferite temperaturi; în paralel cu aceasta s-a simulat tratamentul de recristalizare în microscopul electronic prin încălzirea probelor în stare laminată la rece pînă

A temperatura de 1050°C urmărirea se face în acest fel: procesul de transformare a structurii direct pe probă.

În ceea ce privește tehnica de pregătire a probelor pentru studiul cu ajutorul microscopului electronic prin tranșă, aceasta s-a realizat pe o instalație de tip Metalthin.

Principiul construcției se bazează pe metoda subțierii în dublu jet, cu proba în imersie; instalația are o serie de parametri de lucru privind tensiunea, viteza jetului, temperatura, care se variază pînă se atinge regimul optim de lucru necesar obținerii unor probe curate, cu plăți mare de explorare.

Soluția de subțiere folosită are următoarea compoziție:

10 părți acid acetic glacial

1 parte acid percloric

Temperatura de lucru a fost $17-18^{\circ}\text{C}$.

Probele auțiate având în momentul străpunerii un orificiu de ordinul a $30 - 50/\mu$ și prezentau zone transparente suficiente de largi pentru studiul la microscop. Studiul în microscop s-a efectuat folosind trepe de satocantoniare cu acet lichid, ceea ce a permis observarea îndelungată a unor zone a probei fără deteriorarea secțiunii. Practic, probele s-au obținut astfel: din tabla de grosime $0,25\text{ mm}$ s-au decupat mecanic discuri cu diametrul de 3 mm . Acestea au fost auțiate electrolitic după metoda mai sus prezentată, spălate în apă, uscate pe hîrtie de filtru, așezate în dispozitivul microscopului și introduse în aparat. S-a folosit un goniometru "side entry" (lateral) cu $^{\circ}\text{Co}$ posibilități de înclinare. În aceste condiții, cît fiind o sondă alături a probei, aceasta poate fi înclinată în jurul axului de sondă principal, în care se găsește sașă de anul microscopului, punându-se în contact optim defectele din material ce urmează a fi studiate. De asemenea se poate trece ușor de la un caz de sondă la altul.

Pentru interpretarea rezultatelor obținute prin studiul la microscopul electronic de tranșă, sînt necesare cîteva date cristalografice asupra materialului studiat.

În cazul oțelului Fe-Si (3 Si) structura este constituită din Fe care are o structură cristalină cubică cu un volum centrat cu parametrul rețelei $a = 2,86 \text{ \AA}$.

Astăzi se știe că deformarea unui material are loc prin alunecarea blocurilor de cristal unele peste altele pe distanțe egale cu un număr întreg de vectori de tranșă ai rețelei.

Mecanismul de alunecare este descris de sistemul de alunecare care conține două elemente : planul de alunecare și direcțiile de alunecare. S-a constatat că alunecările se produc pe planul cu densitate atomică maximă și în direcții cu cea mai compactă împachetare. Structura cubică cu volum centrat nu este o structură cu împachetare compactă, ceea ce face ca această structură să nu fie caracterizată de un plan cu densitate atomică predominantă. Planele $\{110\}$ ale structurii cubice cu volum centrat conțin numărul maxim de atomi, însă densitatea atomică a acestor plane nu diferă prea mult de cea a altor plane. Direcțiile $\langle 111 \rangle$ în această structură se pare că sînt cele favorabile alunecării.

Experimental s-a constatat că în structura cubică cu volum centrat alunecările se produc pe planurile $\{110\}$, $\{112\}$ și $\{123\}$ în direcțiile $\langle 111 \rangle$ [47]. Cel mai mic vector de translație al rețelei este colțul cubului cu atomul din centrul celui elementar. Astfel, vectorul Burgers al dislocației de alunecare unitate este de tipul $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$.

Fiecare din planele de alunecare conține direcții de alunecare $\langle 111 \rangle$ și este important de remarcat că trei plane $\{110\}$, trei plane $\{112\}$ și șase plane $\{123\}$ se intersectează de-a lungul aceleiași direcții $\langle 111 \rangle$ [48]. Astfel, în condițiile în care se produce cățirarea, dislocațiile elicoidale de pot mișca pe diferite plane de tip $\{110\}$ sau combinații de $\{110\}$ și $\{112\}$. Din acest motiv liniile de alunecare au aspect ondulatoriu și contrast slab. S-a stabilit că planele de alunecare variază cu compoziția, temperatura și tensiunea exterioară aplicată. Astfel, în Fe α pur deformat la temperatura camerei, planul de alunecare este planul cu tensiunea de forfecare (deformare de rețele) maximă, indiferent de orientarea cristalografică. La deformarea la temperaturi scăzute ca și în cazul aliajilor cu siliciu, alunecarea tinde să se raporteze numai la planurile de tip $\{110\}$.

Un aspect deosebit de important care trebuie menționat este așa numita simetrie a alunecării, care în general se exprimă prin aceea că planul de alunecare a unui monocristal supus compresiunii axiale diferă de planul de alunecare al aceluiași monocristal supus întinderii axiale.

Cu alte cuvinte forța necesară pentru deplasarea unei dislocații dintr-un plan de alunecare într-o direcție, nu este aceeași cu forța necesară deplasării dislocației pe același plan în direcție opusă.

Acest aspect indică faptul că o dislocație dintr-un plan de alunecare nu se comportă ca o dislocație perfectă (dislocație unitate) de tip $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$, ci se disociază în dislocații parțiale. Acest lucru a fost evidențiat de energia mare a defectelor de împachetare ($\gamma = 2000 - 10000 \text{ erg cm}^{-2}$) [48] și de fenomenele de cățărare a dislocațiilor.

Defectele de împachetare și dislocațiile parțiale asociate au fost studiate mai puțin în structurile cubice cu volum centrat. Au fost presupuse astfel de defecte pe planurile $\{112\}$ pentru a se explica deformarea prin naclarea de tip $\{112\} \langle 111 \rangle$. Succesiunea de împachetare pe planurile $\{112\}$ are șase straturi repetate :

... ABCDEFABCDEF..... (30) [47]

Defectul de naclare prezintă o succesiune de forma :

.... ABCDEFEDCBA (31)

Disocierea dislocației $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ în planul $\{112\}$ poate avea loc după reacția :



Disocierea conduce la micșorarea energiei elastice a rețelei și la formarea unui defect de împachetare (vedă) în planul 112 . Când linia dislocației este paralelă cu $[111]$ ambele dislocații vor fi elicoidale și se vor putea mișca pe unul din cele trei plane de tip $\{112\}$ ce se intersectează de-a lungul direcției $[111]$.

Tot în planul $\{112\}$ o dislocație perfectă își poate micșora energia în urma disocierii :



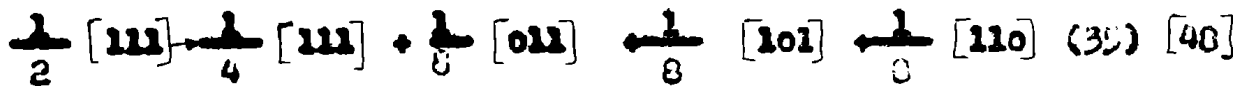
Dislocația parțială $\frac{1}{3} [112]$ este pur marginală deoarece vectorul Burgers este perpendicular pe planul de alunecare. Este o dislocație senilă și mărginește un defect de împachetare în planul (112) . Dislocația $\frac{1}{6} [111]$ este o dislocație parțială elicoidală glisilă, ce poate trece pe un alt plan de alunecare.

O configurație mai puțin stabilă se obține în urma disocierii unei dislocații de tip $\frac{1}{2} [111]$ în trei parțiale de tip $\frac{1}{6} [111]$ situate pe trei plane $\{112\}$ și formând așa numitul defect "tripod".

Pe planul $\{110\}$ s-a sugerat producerea unui defect în urma unei decompunerii simetrice de tipul :



Reacția are loc în planul $(\bar{1}10)$ și produce dislocații mobile. Dacă descompunerea pe plane $\{110\}$ este posibilă, atunci descompunerea unei dislocații elicoidale se poate face într-un nod întorscând. Deoarece dislocația elicoidală este paralelă cu vectorul câmp Burger $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ și este situată la intersecția a trei plane $\{110\}$, ea își poate reduce energia prin alunecare simultană pe toate cele trei plane. Reacția este urcătoarea:



În rețeaua cubică cu volum centrat mai există dislocațiile de tip $\langle 100 \rangle$. Acestea se formează din nouă dislocații de alunecare $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ interacționând după reacția:



Caracterul dislocației rezultante depinde de planurile de alunecare ale dislocațiilor care intră în reacție. Dacă dislocațiile ce interacționează sînt situate în același plan de alunecare, atunci dislocația rezultantă este mobilă pe acest plan. Cînd dislocațiile ce interacționează sînt situate în plane care se intersectează sub un unghi de 60° , după o direcție $\langle 111 \rangle$, dislocația rezultantă nu este cuprinsă însă de alunecare într-un plan $\{110\}$. Dar dacă dislocațiile sînt situate pe plane ortogonale, cum ar fi planele $(10\bar{1})$ și (101) dislocația rezultantă are un caracter pur marginal, avînd drept plan de alunecare planul (001) .

Deoarece acest plan, în cazul structurii cubice cu volum centrat, nu este un plan obișnuit de alunecare, dislocația este mobilă (scîlă). Cînd însă planul (001) este un plan de cîștoaj, în lanul căruiă apare ruperea, cîștoajii a sugerat că dislocația de tip $\langle 001 \rangle$ este foarte mică și ea echivalează cu introducerea unei săurii de greutate egală cu o distanță interatomică [47].

În urma deformării la temperaturi joase, în Fe apare fenomenul neclar de deformare. S-a constatat că această neclare apare în sistemul $\{110\} \langle 111 \rangle$ și s-a sugerat că se produce prin deplasarea dislocațiilor parțiale de tip $\frac{1}{6}\langle 111 \rangle$ pe plane succesive de tip $\{110\}$.

În cazul texturii cristalografice în benzile cu γ și β , s-a încercat modularea microscopiei la cercu defectelor liniare a proceselor structurale înainte de deformarea plastică. S-a putut astfel arăta că planele de alunecare sînt $\{110\}$, dar direcțiile de alunecare sînt $\langle 111 \rangle$. Legat de particularitățile propagării dislocațiilor mai am conștat, în sistemul C.V.C. apar și alte sisteme de alunecare

cu ar fi $\{100\} \langle 110 \rangle$, componentă de textură ce se forțează la laminare. Aceasta, datorită molărilor în planul $\{112\}$ se transformă în $\{221\} \langle 114 \rangle$ [49]. Alungirea ciplanară e dislocațiilor $\frac{1}{2} \{110\} \langle 111 \rangle$ conduse la textură $\{554\} \langle 225 \rangle$ [49], orientare spre-piață de $\{111\} \langle 112 \rangle$. De cele mai multe ori componenta $\{111\} \langle 112 \rangle$ se observă împreună cu $\{111\} \langle 110 \rangle$. Datorită asimetriei la alunecare în timpul deformării, se forțează componente $\{112\} \langle 110 \rangle$. În timp ce alunecarea după direcțiile $[111], [1\bar{1}1]$ conduce la orientarea $(112) [11\bar{1}]$, alunecarea pe direcția $\langle 111 \rangle$ însoțește.

Alunecarea după direcțiile $[111], [110]$ conduce la textură $(112) [110]$.

În afară de aceasta, componenta $(112) [110]$ se intensifică datorită transformării texturii $(111) [110]$ în $(112) [110]$.

În general texturile $\{112\} \langle 110 \rangle$ și $\{112\} [110]$ se dezvoltă la grade mici de deformare; pentru grade mari de deformare se intensifică orientarea $\{001\} \langle 110 \rangle$ [49].

Din exemplul prezentat rezultă că în ceea ce privește modelarea microscopică a proceselor structurale ce se produc în structura C.V.C. datele obținute până în prezent au o generalitate limitată și într-o măsură mică ele sînt contradictorii.

În ceea ce privește procesul de recristalizare, materialul se relaxează în timpul încălzirii prin mișcarea dislocațiilor.

În principiu, o dislocație se poate mișca în orice direcție în afară de propria sa direcție, însă din punct de vedere energetic, nu toate direcțiile sînt favorizate (după cum se observă și din datele mai sus prezentate). Se pot distinge două feluri de mișcare:

- prin alunecare;
- prin difuzie (cășărare)

Prinul fel de mișcare este posibil atât pentru dislocațiile marginale cât și pentru cele elicoidale. Planul în care se produce alunecarea este determinat de vectorii b (vectorul Burgers al dislocației) și g (vectorul rețelei sau direcția dislocației) și constituie planul de alunecare. Norma acestui plan este determinată de produsul $\vec{b} \times \vec{g}$. În cazul dislocațiilor elicoidale pentru care b și g sînt paralele planul de alunecare este nedeterminat, deoarece $\vec{b} \times \vec{g} = 0$. Pentru aceste dislocații, orice plan pentru care b este o cea de semn, este un plan posibil de alunecare [47]. De de altă parte, dislocațiile elicoidale pot trece de pe un plan de alunecare pe altul. Fenomenul poartă numele de "trezirea peste obstacole", (cross slip) și se produce atunci cînd dislocațiile elicoidale în mișcarea lor întâlnesc piedici.

Trebuie accentuat faptul că mișcarea dislocațiilor prin alunecare se face fără transport de materie. Atomi se rearanjează din aproape în aproape.

Un alt mod de mișcare este cel prin "câșărare" (climb), specific dislocațiilor marginale. Procesul de câșărare presupune un transport de masă prin difuzie; are loc prin difuzia vacanțelor în zona dislocațiilor și prin deplasarea atomilor în locurile rămase libere în rețea. Mișcarea prin câșărare, presupunând difuzia, se realizează în cazul unei temperaturi sau tensiuni suficiente de ridicată pentru ca difuzia să fie posibilă.

Mișcarea dislocațiilor marginale prin câșărare explică procesul de polygonizare (alinarea dislocațiilor formând linii la unghiuri mici).

La temperaturi joase, alunecarea este singurul mecanism responsabil pentru deformarea plastică.

Cap. 3 Rezultatele obținute

3.1. Studiul caracteristicilor structurale și cristalografice ale benzii laminată la cald din oțel cu 3. Ji

Proprietățile magnetice ale tablilor din oțel cu 3. Ji sînt condiționate în primul rînd de textura finală a benzii.

După cum arată numeroasele studii efectuate, textura finală este în bun mîsură determinată de textura anterioară a materialului. De aceea, în lucrarea de față s-a urmărit determinarea orientărilor cristalografice pe tot parcursul procesului de fabricație a benzilor electrotehnice.

Într-o primă fază s-a urmărit distribuția orientărilor preferențiale în stratul superficial și în interiorul benzii pe secțiunea transversală (de 5 mm grosime) a benzii laminată la cald. După laminare, materialul este supus unui tratament termic de normalizare, pentru omogenizarea structurii în vederea unei deformații ulterioare. În figura 40 sînt prezentate structurile metalografice ale benzii laminată la cald înainte și după normalizare.

După normalizare se observă creșterea gradului de recristalizare în secțiunea benzii.

Utilizînd metodele de analiză prezentate în capitolul 2.3 s-au determinat orientările cristalografice preferențiale (fig. 41-42). În stratul superficial (pe o adîncime de 0,1 mm) orientările preferențiale preponderante sînt (110) [100] și (320) [100], structuri specifice materialelor cu structură cristalină FCC, recristalizate (fig. 41 a). În fig. 41 b se prezintă distribuția polilor (110), (320) în interiorul benzii, pe secțiunea transversală. Intenșitatea este reprezentată pe orizontală iar unghiul pe verticală. Se observă creșterea intensității componentelor de textură în stratul superficial față de interiorul benzii. De asemenea se observă că nu există diferențe de intensitate între componentele (110) și (320) în aceeași stratură. Componenta (320) [100] este mai intensă în stratul superficial decît în interior, iar componenta (110) [100] are o pondere cu aproape 70% mai mare decît componenta (320) [100].

În urma tratamentului termic de normalizare, componentele texturii se pătrouă aproximativ ecualizate (fig. 42).

În fig. 43 se prezintă figurile de poli pe unda laminată la cald și normalizată.

Figurile de poli dau o informație calitativă mai completă decît funcțiile $I = f(\theta)$ reprezentate în fig. 41 - 42, în schimb

nu dau informații cantitative. Din lărgimea liniilor de egală intensitate (desenate pe figură) rezultă că, în banda laminată la cald sunt prezente mai multe componente de textură și anume: în banda laminată la cald apar $(320) [100]$, $(112) [110]$, $(110) [100]$ iar în banda normalizată $(100) [100]$, $(320) [100]$, $(110) [100]$, $(111) [110]$.

Se observă că în aceeași fază texturarea este slabă fiind prezente atât componente specifice deformării, cât și ale recrystalizării.

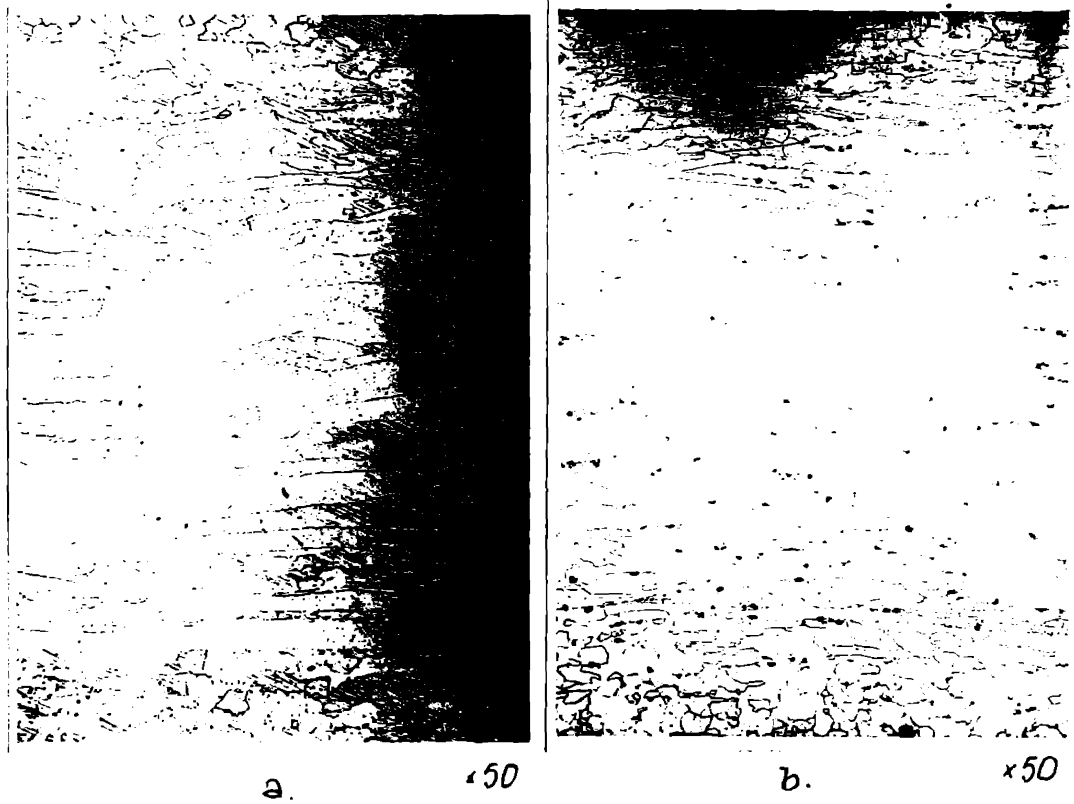


Fig.40 Structura metalografică a benzii din oțel
Fe - 3%Si laminate la cald (a) și normalizate (b).

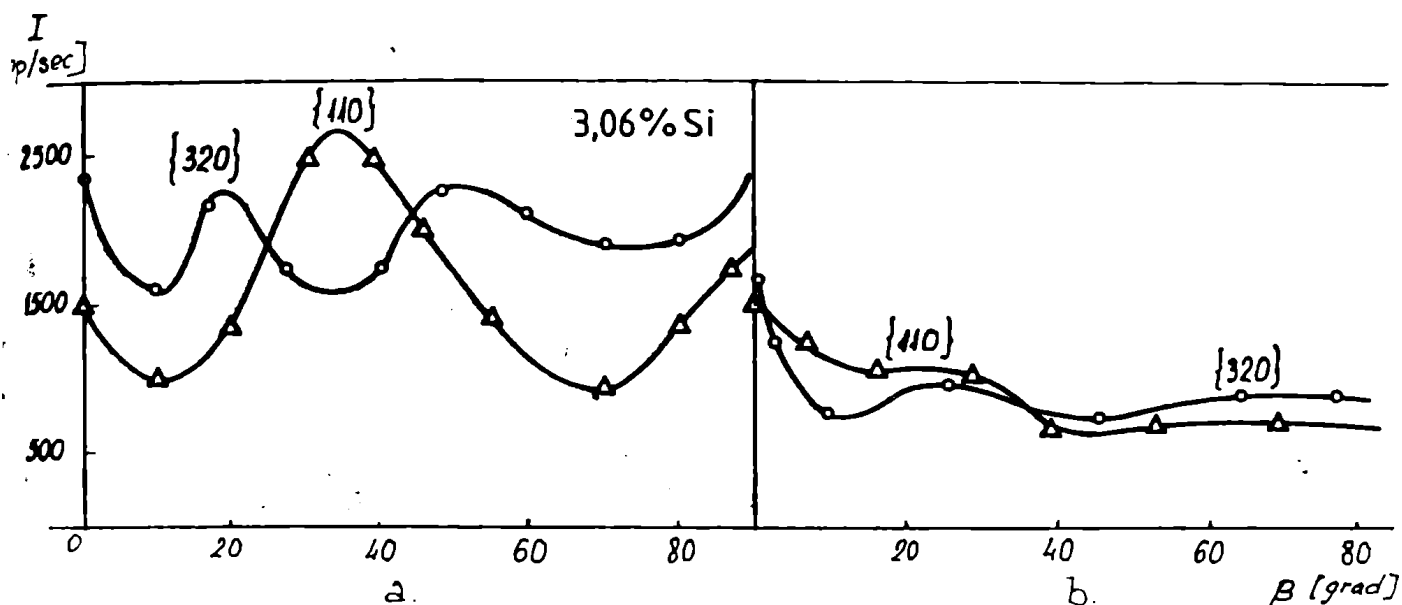


Fig.41 Distribuția polilor $\{110\}$, $\{320\}$ pentru benzile Fe-3% Si laminate la cald :
 a - stratul superficial ;
 b - stratul din interior.

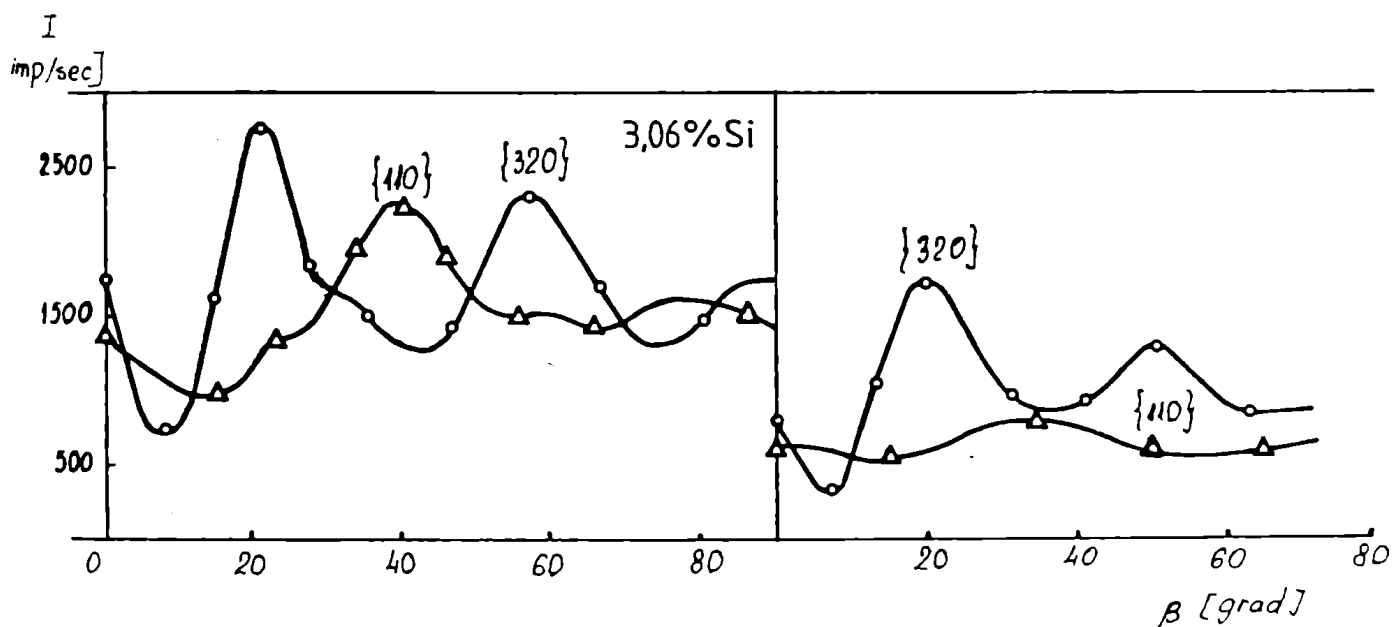


Fig.42 Distribuția polilor $\{110\}$, $\{320\}$ pentru benzile Fe-3% Si laminate la cald și non-analizate:
 a- stratul superficial;
 b- stratul din interior.

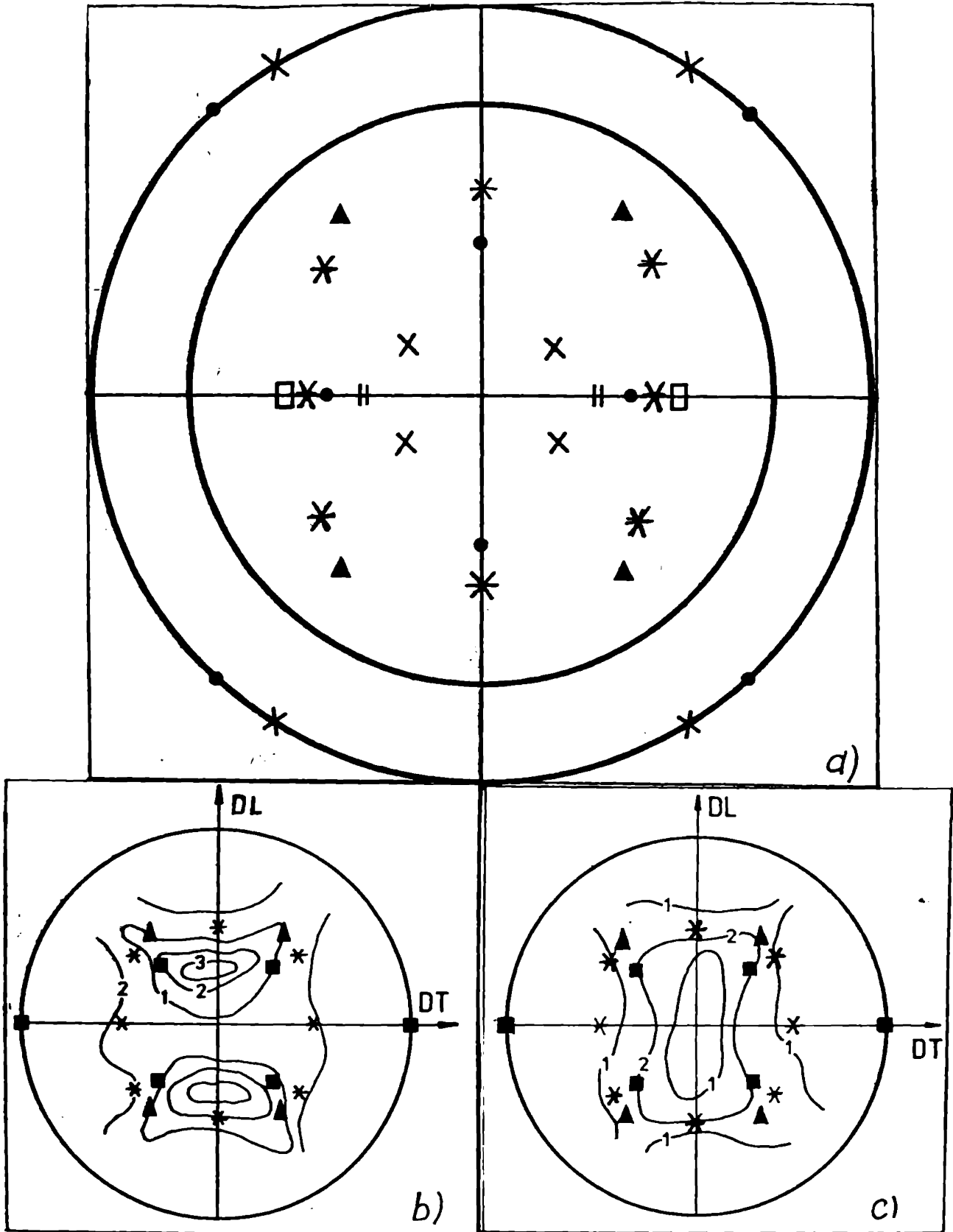


Fig.43 Figurile de poli 110 ale benzilor din re-30 Si laminate la cald și normalizate (în stratul superficial)
 a) - rproiecție stereografică standard ; b) - bandă laminată la cald ; c) - bandă normalizată.

- | | | |
|-------------------------------|--------------------------|------------------------|
| \blacktriangle $(110)[100]$ | \times $(111)[211]$ | \square $(112)[110]$ |
| \blacksquare $(100)[110]$ | \bullet $(100)[100]$ | |
| $*$ $(320)[100]$ | \parallel $(111)[110]$ | |

3.2. Studiul caracteristicilor structurale și cristalografice ale bonzilor după laminare la rece

Deformarea la rece a bonzilor din oțel Fe-3. Si a constituit următoarea etapă a studiului efectuat în vederea evidențierii factorilor care determină în final obținerea texturii cristalografice. Aceasta depinde în mare măsură de distribuția particulelor de inhibitori (particule structurale active) și de textura de deformare.

Particulele de incluziuni ce inhibă recristalizarea primară și favorizează creșterea grăunțelului la recristalizarea secundară, au un rol activ nu numai în procesele finale de recristalizare, ci și în etapele premergătoare acestui proces, facilitând orientarea preferențială a cristalinelor. Astfel, orientarea incluziunilor pe sistemul (110) [111] aparează alunecarea planelor cu densitate mare de defecte. Pentru îndeplinirea acestor funcțiuni este necesar să se asigure nu numai o dispoziție suficient de fină (dimensiuni medii de ordinul sutelor de nanometri) a microparticulelor de incluziuni, ci și o anumită repartiție spațială în volum. În timpul deformării la rece cristalinele se orientează paralel sau aproape paralel cu direcția de laminare.

Din energia de deformare circa 10% este transformată în rețea sub formă de defecte, distribuită pe sistemele cristalografice de alunecare. În aliajale Fe-Si sistemul cu cea mai mare energie înmagazinată prin deformare la rece este (110) [100].

3.2.1. Alunecarea texturii cristalografice

În timpul deformării unui cristal, sistemele de alunecare se rotează astfel încât să ajungă în poziția cu factorul Schmid. într-un cristal după acțiunea unor forțe alunecarea va începe în acel plan de alunecare pentru care tensiunea tangențială în direcția de alunecare atinge o anumită valoare numită tensiune tangențială critică de alunecare (echivalentă cu limita de curgere a materialului). Tensiunea tangențială de alunecare se poate determina din legea lui Schmid :

$$\tau = \sigma \cos \lambda \cos \varphi \quad (37) \quad [47]$$

unde :

- σ = tensiunea de întindere ce acționează asupra cristalului ;
- λ = unghiul dintre direcția forței de întindere și direcția de alunecare ;
- φ = unghiul dintre direcția forței de întindere și normala la planul de alunecare .

Produsul $\cos \lambda \cos \varphi$ are aceeași funcție de orientare sau factor Schmid și se folosește în caracterizarea orientării grăunților în raport cu direcția de laminare în cazul nostru.

Pentru structura cristalină C.V., factorul Schmid mare corespunde sistemelor de alunecare $(110)[111]$, $(211)[111]$.

Este deci de așteptat ca în materialul deformat să se găsească textura de tipul $(hkl)[111]$.

Deformarea la rece a fost începută pe baze de 3 mm grosime, după 3-4 treceri s-a ajuns la grosimea de 1-1,2 mm, s-a efectuat un tratament termic de recălescere și s-a continuat deformarea până la grosimea finală (0,27-0,30 mm), obținându-se reduceri de 70%.

La figura 44 se prezintă figurile de poli $[110]$ ale bazei în diferite etape ale procesului de deformare la rece. Comparând aceste figuri cu cele obținute se observă că textura de deformare la rece include componentele $(100)[100]$, $(111)[110]$, $(112)[110]$ și $(111)[211]$; diferențele dintre acestea constă în ponderea cu care apar pentru diferite grade de reduceri.

Aparent, rezultatele obținute sînt în discrepanță cu cele afirmate mai sus. Deci, direcția de alunecare cu pondere mare în structura C.V. este $\langle 111 \rangle$, cristalele apar după deformare orientate în direcțiile $[100]$, $[110]$ și $[211]$. Acest fenomen se poate explica prin teoria dislocațiilor (vezi capitol 2,5).

Admitînd mecanismul de disociere a dislocațiilor, alunecarea are loc pe plane și în direcții determinate de mișcarea dislocațiilor parțiale. Astfel, dislocații de tip $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ se pot continua și rezultă o dislocație de tip $\langle 100 \rangle$ care va genera o alunecare în sistemul $[110][100]$. Apoi, sînt dislocațiile din planul (112) care reacționează și determină alunecări în direcția $\langle 110 \rangle$ (vezi capitol 2,5).

De remarcat faptul că în stare deformată la rece banda din oțel Fe-3 si nu prezintă orientarea $(110)[100]$ care se dezvoltă după recristalizarea secundară.

o explicație ar putea fi aceea că sistemul $(110)[100]$ este sistemul cu cea mai mare energie înmagazinată prin deformare la rece. Condiția unui sistem este oare starea cu energie minimă; deci e de așteptat ca orientarea să se producă în această fază spre sistemul cu energie mică.

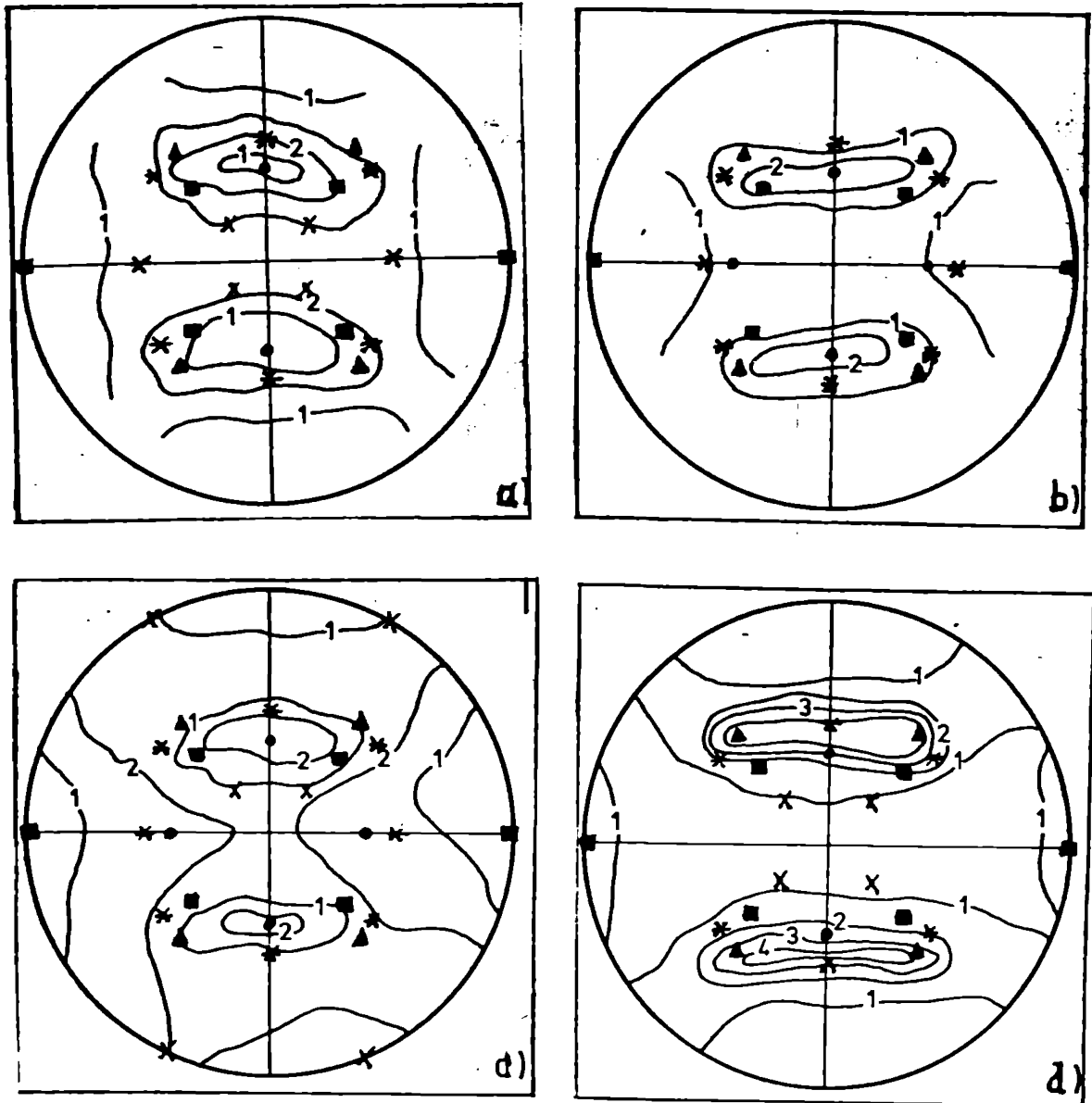


Fig.44 Figurile de poli 110 ale benzii din oțel Fe-3% Si în stare deformată la rece și recristalizată

a - = 17% ; b - 27% ; c - 50% ; d - = 70%

3.2.8. Determinarea distribuției și densității precipitatelor inhibitoare de H₂O₂

Distribuția și densitatea precipitatelor inhibitoare de H₂O₂ s-au determinat pe replici de extracție prin observare la microscopul electronic de transmisie (vezi cap.2.4).

Analiza inhibitorilor s-au efectuat pe banchi laminată la rece la grosime de 0,3 μm și deosebită la 830°C.

Pentru analiza replicilor s-a utilizat un microscop electronic tip JEM 100 CX cu tensiunea maximă de accelerare de 100 kV și puterea de mărime X 25000.

Urând metoda de lucru prezentată în cap.2.4, s-au evidențiat particule cu raza cuprind în intervalul 140-150 Å, cu formă predominant sferică și rotație unificat distribuite în masa de bancă (fig.45)

S-au măsurat aproximativ 500 de particule și s-au efectuat distribuția statistică pe dimensiuni (fig.46).

S-au calculat raza medie și pe baza acesteia densitatea de particule/cm² prin cele două metode prezentate în cap.2.4. Rezultatele obținute sînt prezentate în tabelul 7.

Tabelul 7

Dimensiunea medie \bar{r} (Å)	$N = \frac{n}{\pi \bar{r}^2} = \frac{3}{4} [n/\text{cm}^2]$	$N = \frac{\%S \times 0,3 \times 10^{-3}}{\bar{r}^2 [\text{Å}]} [n/\text{cm}^2]$
302	7×10^{13}	$7,5 \times 10^{13}$

Se observă o bună concordanță între valorile condițiilor obținute prin cele două metode. Pentru clasificarea exactă ar putea s-a încerca determinarea compoziției chimice a particulelor de inhibitori. Avînd în vedere dimensiunile reduse a particulelor și posibilitățile microscopului de lucru (ce nu sînt oportune pentru obținerea unei imagini de difracție electronică pe care sînt necesare peste de 0,35 μm) nu s-au putut obține date suficiente prin difracție electronică pentru caracterizarea structurii proprii acestor particule. De aceea s-a recurs la metoda indirectă de analiză și anume analiza röntgen X care în urma iradierii particulei cu un flux de electroni. Această analiză se efectuează cu analizor de tip LIMA ce pune în evidență elementele din compoziția chimică.

În urma analizei efectuate s-a constatat că în afară de Zn și S aceste particule mai au în compoziție Fe, Al, Si. Rezultă deci că particulele cu rol de inhibitor au ca structură sferică de H₂O₂.

ei cu o structură complexă.

Acordând rezultate de corelații cu datele obținute și de alți
receptor (46) și ale demonstrând necesitatea abordării mai
altor metode de investigație pentru siguranța în afirmația unei
caușă al caracterului.

Ca valoare, densitatea de particule este comparabilă cu resul-
tate obținute de Jift ($3,5 \times 10^{13}$ p/cm³) [41] și Koves Floarea
 6×10^{12} p/cm³) [39].

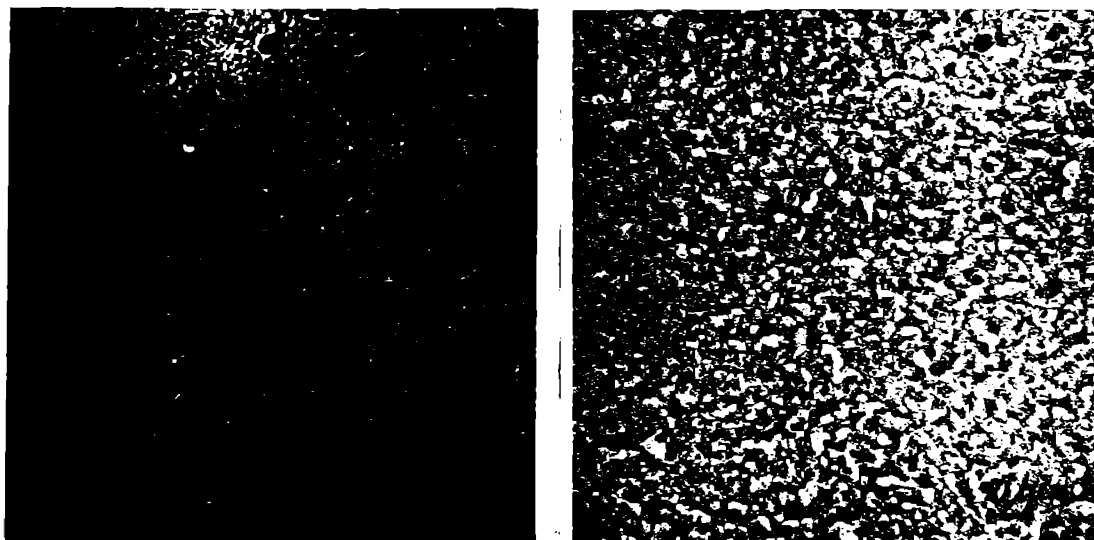


Fig.45 Particule de inhibitori prezente în banda Fe-3% Si laminată la rece și decarburată;
a - zonă de particule neuniforme ca dimensiune și formă
b - zonă de particule relativ uniforme ca dimensiune și formă

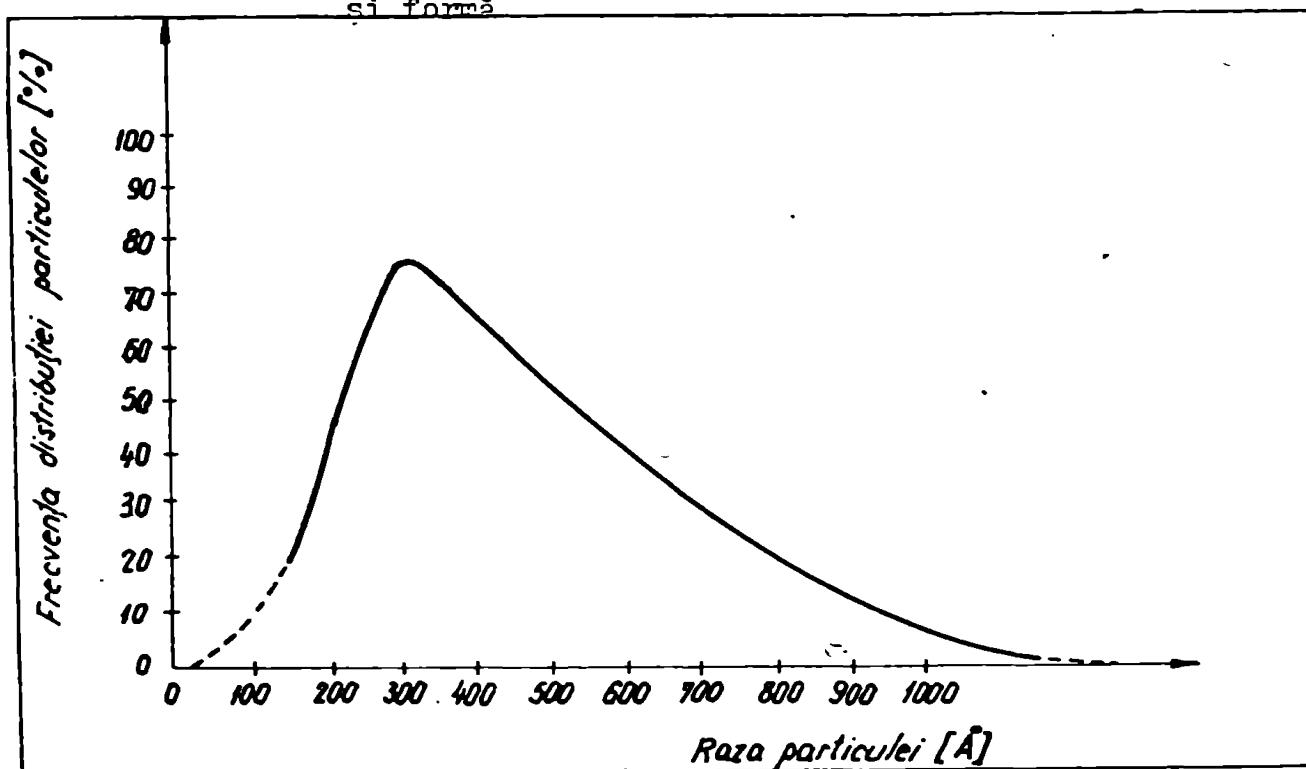


Fig.46 Distribuția pe dimensiune a particulelor de inhibitori prezente în banda Fe -3% Si laminată la rece și decarburată

3.2.3. Determinarea densității de dislocații și orientarea fragmentelor de cristali prin microscopia electronică de tranziție

Pentru studii caracteristicilor structurale pe banda laminată la rece prin microscopia electronică de tranziție, s-au pregătit probe după metodologia prezentată în capitolul 2.5. Studiul s-a efectuat la un microscop electronic de tip JEOL 100 CX, având următoarele caracteristici: tensiunea maximă de accelerare 100 kV, puterea de micșinare max. 250000 x și puterea de rezoluție 2 Å.

Conform celor prezentate în capitolul 3.2.1. în timpul deformării la rece în material se dezvoltă mai multe componente de textură. Se sugerează că toate componentele minore ale texturii de deformare acționază ca nucleu pentru germinarea recrystalizării [50]. Barrot și colaboratorii [51] au găsit că diferențele componente ale deformării de deformare se găsesc în zone bine definite ale cristalului, separate unele de altele, pe care le-au denumit zone de deformare.

Studiile efectuate de Walter și Koch pe monocristale cu orientarea (100) [50], de Helm pe monocristale (011) [180] [52] și de Furubayashi pe monocristale (111) [211] [53] au arătat că aceste benzi se formează în timpul deformării, fiind anumite părți din cristal se rotește în jurul axei sale la planul de laminare în sensul acelor de ceas în timp ce porțile vecine se rotește în sens invers, rezultând abateri de cea 30° față de direcția de laminare. În acest fel se formează două benzi de deformare corecpondente celor două componente de textură. Zona de trecere de la o bandă de deformare la alta se numește zonă de tranziție și se caracterizează prin aceea că reprezintă o zonă cu multiple orientări (abateri de la textură). Se sugerează ideea că toate în aceste benzi apar germeni de noi grăunți în timpul recrystalizării primare și apoi acestia cresc în benzi de deformare, până la consumarea lor. Pentru a pune în evidență procesul de recrystalizare primară, s-a studiat mai întâi banda laminată la rece, urmând apoi transformările ce au loc în timpul încălzirii.

În figura 47 se prezintă structura caracteristică pentru banda laminată la rece. Se observă aglomerarea dislocațiilor sub formă de rețele ce se întretaie în mod neregulat, rezultând o încrengătură. În zone cu densitate maximă de dislocații și zone mai puțin populate cu dislocații. În micrografia din fig. 47 se prezintă aspectul unei limite ce separă două zone de cristal între care se află un unghi de 30°.

Se observă existența zonelor în benzii având o structură celulară foarte fină. Zona I (fig. 48) fiind mai puțin deformată evidențiază mai bine structura celulară de dimensiuni cuprinse în intervalul $0,05 - 0,1 \mu m$.

Întrucât direcția electronilor indică orientarea matricii (113) [411]. Aceasta rezultă din faptul că axul de sondă este perpendicular pe planul probei, deci deformarea s-a produs pe planul (113). Direcția [411] rezultă din vectorul de difracție al planului care coincide cu direcția de laminare (11). Componenta (113) [411] caracterizează textura de deformare fără a avea însă o intensitate suficientă pentru a fi marcată pe figurile de poli.

Zona a doua (fig. 49) este mult mai deformată, aspect ce rezultă din alungirea spațiilor de difracție electronice și din existența franjurilor deosebite de înguste dinlocuțiile.

În deformarea spațiilor se aproximează distorsionarea rețelei la gradientul $\frac{\Delta d}{d} = 10^{-4}$. Planul pe care s-a produs deformarea este (111), în direcția [211]. Rezultă componenta (111) [211], componentă specifică pentru deformarea la rece.

În ceea ce privește dislocațiile acestea sînt elicoidale, mobile avînd vectorul \vec{b} de tip $a/2 \langle 111 \rangle$. Localitatea de dislocație se poate calcula prin metoda lui Burg și amare s pe o suprafață determinată de trasează un număr de linii elastice care intersectează dislocațiile.

Localitatea de dislocație în acest caz se exprimă prin formula :

$$\rho = 2 \sqrt{L t} \times A \quad (37) [48]$$

unde :

- ρ = numărul de intersecții dintre liniile traseate și dislocație;
- L = lungimea totală a liniilor traseate ;
- A = suprafața pe care s-a făcut măsurătorile.

Utilizînd această metodă în zona II, a rezultat o densitate de dislocație $\rho = 1,37 \times 10^{12}/cm^2$.

În concluzie se poate spune că în stare deformată la rece, materialul are rețeaua puternic distorsionată formîndu-se anumite structuri în zonele [50,52] caracterizate prin zone cu densitate de dislocații diferite ce alcătuiesc o rețea celulară foarte fină.

Localitatea de formare a structurilor în benzii este complicat și necunoscut încă, deci direcția de alunecare preponderantă în sistemul $\{111\}$ este $\langle 111 \rangle$, din datele prezentate mai sus s-a observat că deformarea are loc și are loc în sistemul $\{111\} \langle 211 \rangle$.

Această aparentă neconcordanță s-ar putea explica astfel :

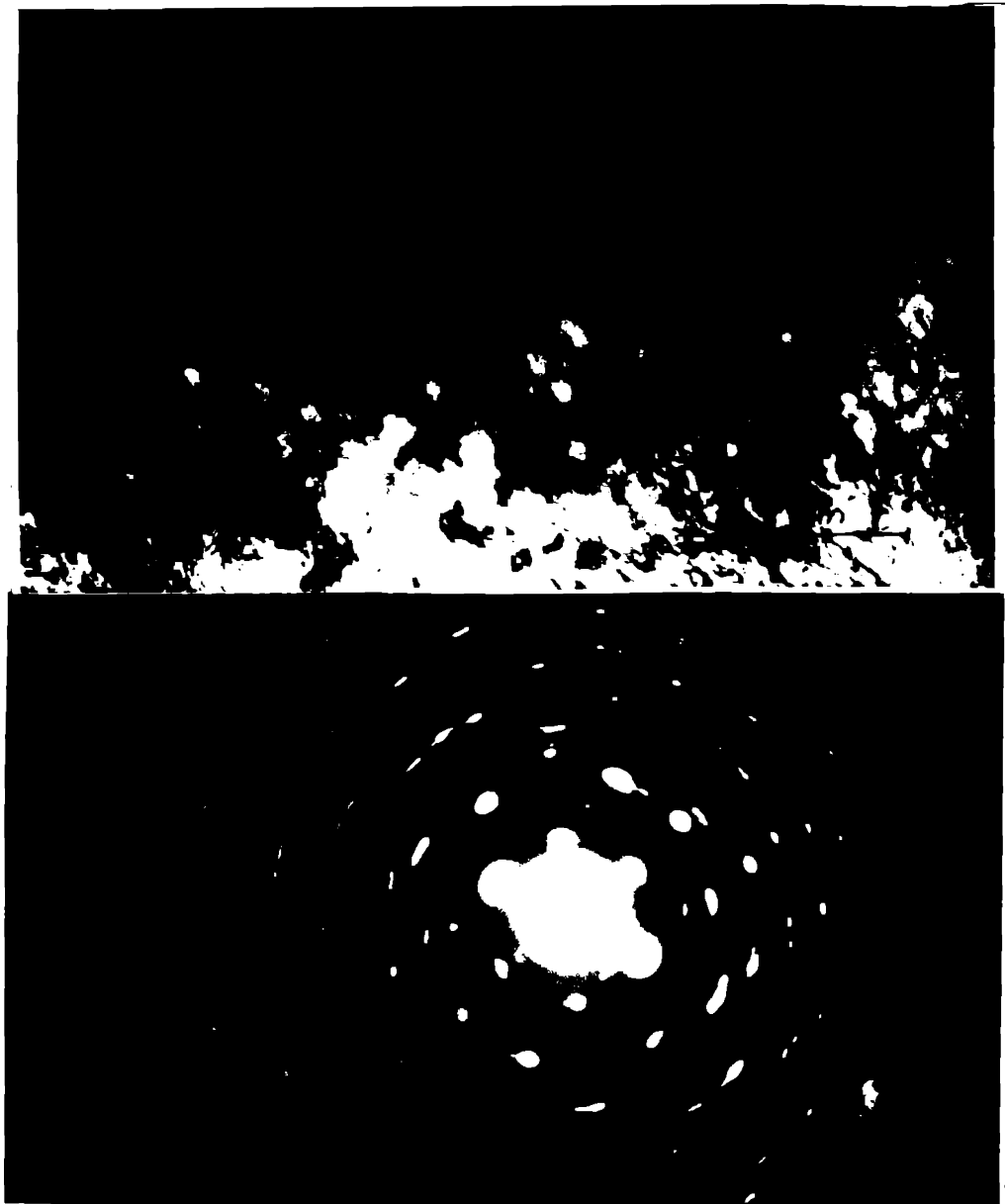
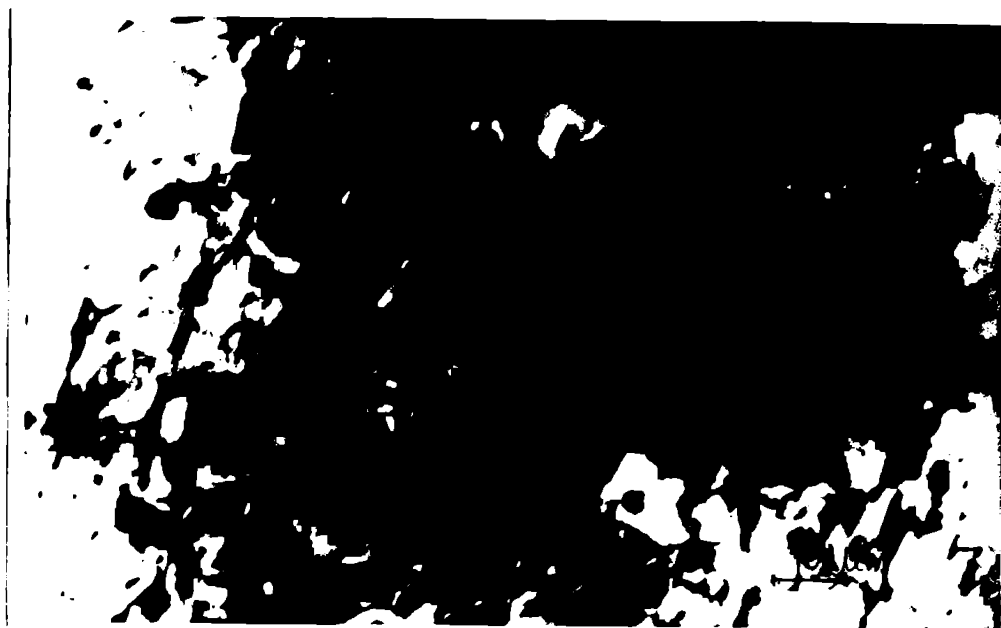
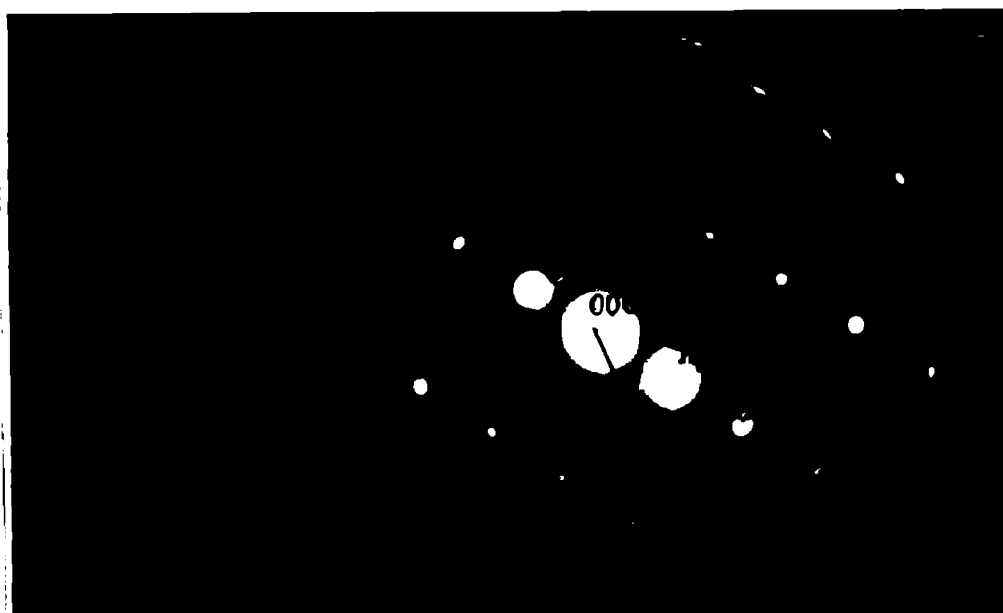


Fig. 47 Bandă din oțel Fe-3% Si laminată la rece
 a- linie de graniță între doi grăunți;
 b- difracție electronică pe linie de graniță; se observă coe-
 ntența a două orientări; $[11\bar{3}]$ și $[\bar{1}11]$.
 Unghiul dintre orientările celor doi grăunți fiind
 30° , rezultă o linie de graniță la unghiuri mari.



a.



b.

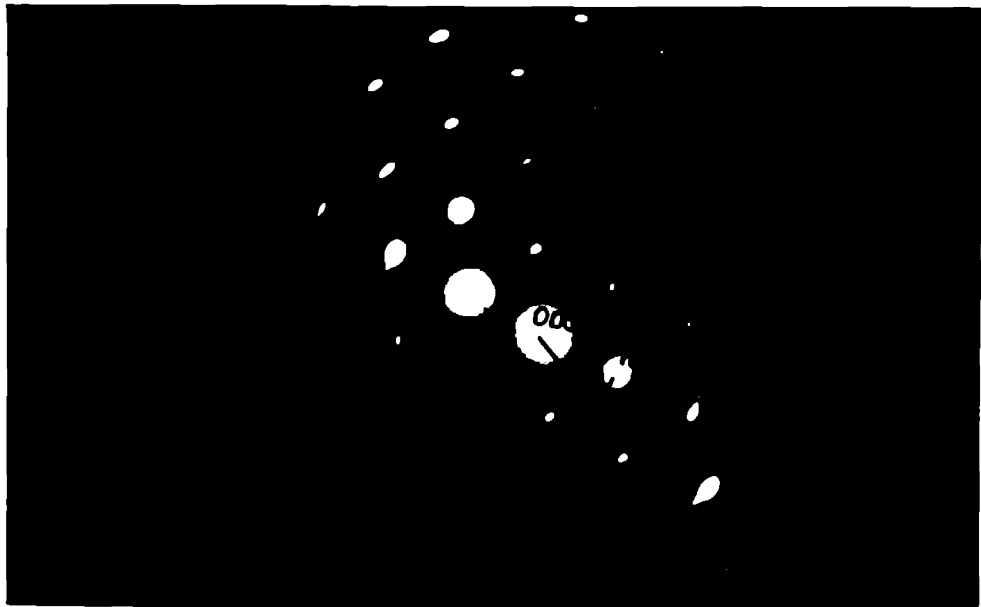
Fig.48 Banda din ochel. Fe - 3% Si laminata la rece

a) zona I din fig.47;

b) difracție electronică pe zona I. Axul de zonă este $\langle 11\bar{2} \rangle$



a.



b.

Fig. 49 Bandă din oțel Fe-3% și laminată la rece
a - zonă II din fig. 47;
b - difracție electronică pe zona IV. Anel de zonei $\langle 111 \rangle$.
Se observă puternica distorsiune a rețelei (spoturi alungite).
Se aproximează deformarea rețelei $\left(\frac{\Delta a}{a}\right)$ de 10%.

in stare deformată la rece, cristalele (fragmentele de grăunți) sînt orientate față de direcția de laminare și planul de laminare (conform datelor referitoare la textura de deformare capitolul 3.2). Deci, direcțiile de alunecare $\langle 111 \rangle$ sînt dispuse simetric față de direcția și planul de alunecare, pentru fiecare componentă de temperatură avînd o amplitudine simetrică. În acest fel nu este favorizată o singură direcție de alunecare sau un singur plan de alunecare; ca urmare alunecarea după direcția $\langle 111 \rangle$ conduce la o rotație față de normale la planul de laminare (polul planului $\langle 110 \rangle$). Astfel componenta $\langle 111 \rangle \langle 110 \rangle$ obținută în lucrarea de față, apare în urma rotației componentei $\langle 110 \rangle \langle 111 \rangle$ cu 90° în jurul axei $\langle 110 \rangle$.

În ceea ce privește componenta $\langle 110 \rangle \langle 111 \rangle$, în literatura de specialitate [49] se precizează că apare în urma transformării componentei $\langle 100 \rangle \langle 110 \rangle$ (specifică stării laminare a neobornului) ca urmare a anulării datorită deplasării dislocațiilor parțiale de tip $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ pe plane succesive de tip $\{110\}$ în primile faze ale procesului de deformare la rece.

3.3. Studiul prin microscopie electronică de transmisie a modificărilor substructurii în stadiile recristalizării primare

Procesul de recristalizare se desfășoară în general în trei etape :

- I - Structura celulară a materialului devine pronunțată și apar subgrăunții;
- II - Subgrăunții cresc concomitent matricea;
- III - Subgrăunții cu o anumită orientare încep să crească rapid, pe seama celorlalți, conducând la orientarea matricei.

Cele trei stadii sînt însoțite de alte fenomene cum sînt mișcarea dislocațiilor, relaxarea rețelei cristaline, migrația liniilor care concură în final la obținerea structurii de recristalizate.

Pentru evidențierea cât mai exactă a fenomenelor ce au loc în timpul încălzirii, s-a studiat în paralel procesul de recristalizare pe probe tratate în atmosferă controlată în domeniul de temperaturi 300 - 800°C și pe probă încălzită în microscopul electronic în acest interval.

Procedul de încălzire în microscop are avantajul că oferă posibilitatea observării modificărilor substructurii "in situ". Desavantajul este dat de faptul că proba trebuie să aibă o grosime foarte mică (1000 Å⁰) pentru a fi "transparentă" în microscop, iar la această grosime de material nu există suficient volum pentru a apare subgrăunții de recristalizare. Din acest motiv, studiul în microscop a fost completat cu studiul pe probe tratate separat.

3.3.1. Formarea celulelor de dislocații

Pentru studiu s-a analizat proba din bandă laminată la rece, a cărei structură a fost prezentată în capitolul 3.2.3.

Prin încălzirea materialului, dislocațiile, încep să se miște și rețeaua cristalină își micșorează energia fie prin anihilarea unor dislocații ce urmare a interacțiunii dintre ele, fie prin rearanjarea acestora printr-o configurație de joasă energie.

În fig.50 se prezintă zona analizată anterior, încălzită acum la 400°C. Se observă o micșorare a densității de dislocații în ambele zone de-a parte și de alta a liniei.

În zona I (fig.51) se observă creșterea celulelor de dislocații ce ajung la 0,2 μm. În zona II (fig.52) încep să se formeze celule de dislocații, fenomenul fiind mai intens decât în zona I. Stranjurile lente ce însoțesc formarea celulelor și imaginea de difracție electronică de pe această zonă arată că rețeaua cristalină s-a rotit față

de matrice.

Procesul de formare și creștere a celulelor de dislocații poartă numele de regenerare și el se produce prin activarea termică a mișcării de deplasare a dislocațiilor lor.

3.3.2. Poligonizarea, formarea granulelor noi de cristal, creșterea subgrăunților

Prin creșterea temperaturii de încălzire se creșcă cantități pentru activarea procesului de difuzie a defectelor punctiforme din material (vacanțe, interstițiale). Mișcarea dislocațiilor se accentuează și în timpul alinării ele pot trece de pe un plan de alunecare pe altul, aranjându-se în configurații de joasă energie (aliniate). Rezultă zone de cristal separate unele de altele prin limite aliate din 1, 2, 3 sau mai multe seturi de dislocații, zone ce diferă ca orientare cu un unghi de 5° . Sînt așa numitele limite de unghiuri mici, iar procesul în urma cărora acestea se formează poartă numele de poligonizare.

În micrografiile prezentate în fig. 53-55 se observă procesul de formare a limitelor la unghiuri mici (în sonole analizate anterior) la încălzirea materialului la $500-600^{\circ}\text{C}$. Cu toate că par a avea o înclinare fină ($100-200^{\circ}$) este posibil ca acestea să nu fie perpendiculare pe suprafața probei, ci să fie formate din două seturi de dislocații marginale [50]. Franjele întinse ce însoțesc formarea acestor limite indică retragerea rețelei cristaline în vecinătatea lor, evidențiată caracterul predominant de rotire a acestora. De asemenea, se observă tendința de formare a rețelelor de dislocații pe aceste limite (fig. 54a), ca urmare a interacțiunii lor. Zonele din vecinătatea acestor limite sînt curate lipsite de dislocații.

Pe măsură ce temperatura crește (fig. 55) limitele la unghiuri mici devin mai clare, existînd posibilitatea formării unor limite suplimentare, prin mișcarea dislocațiilor din zonele adiacente zonelor de deformare. Acest fapt se coroborează bine cu observația că în sonole din vecinătatea structurilor în densi nu s-a observat fenomenul de poligonizare.

La încălzirea mai departe a materialului (650°C) se observă aranjarea limitelor la unghiuri mici cu tendința de formare a limitelor dintre subgrăunți. Micrografia din fig. 56 prezintă modificarea structurii a dislocațiilor zone a materialului în stare deformată analizată anterior. În urma încălzirii la această temperatură de dislocații a scăzut mult, s-a dezvoltat structura celulară și au apărut subgrăunți. În imaginile prezentate se observă că limitele dintre subgrăunți

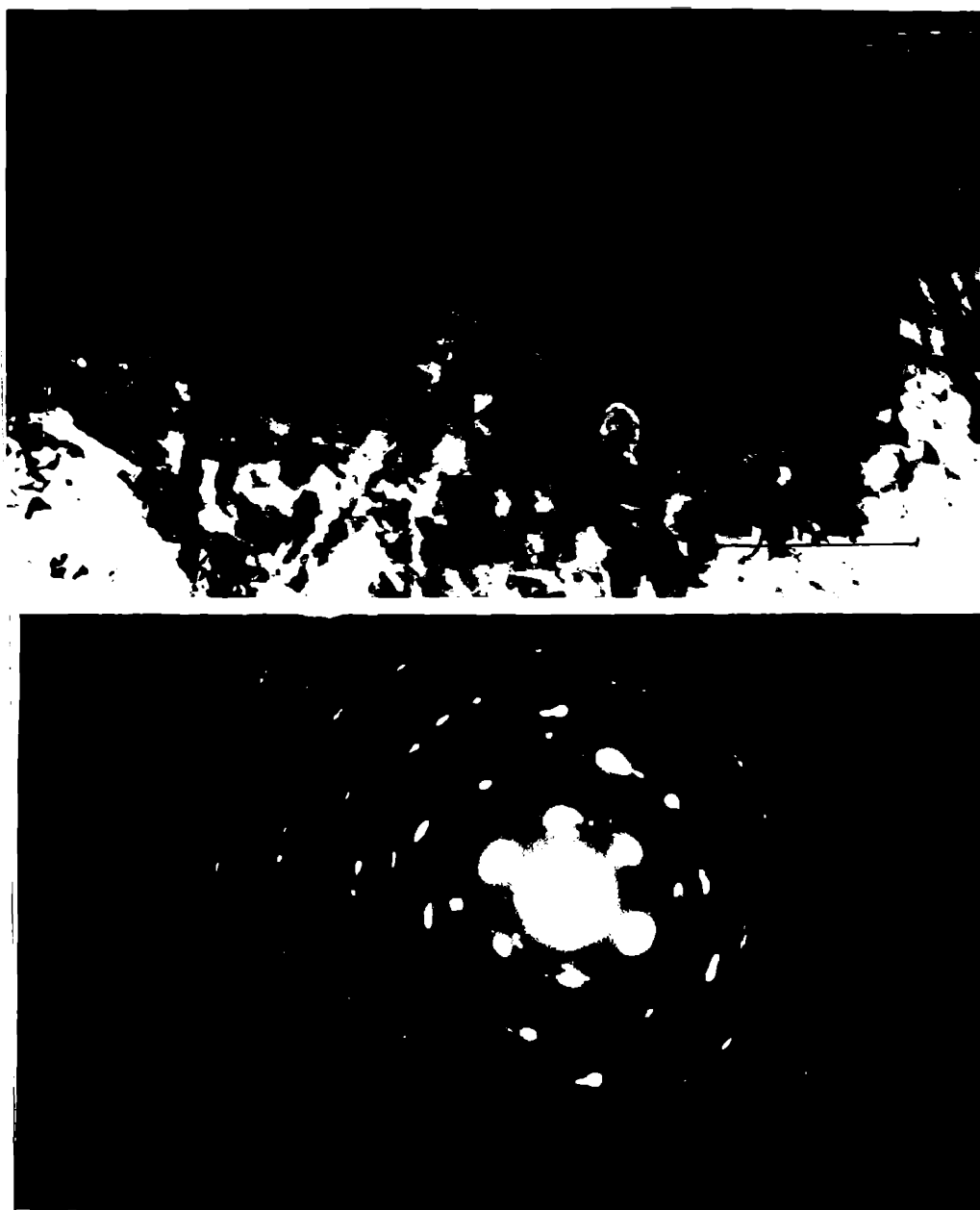
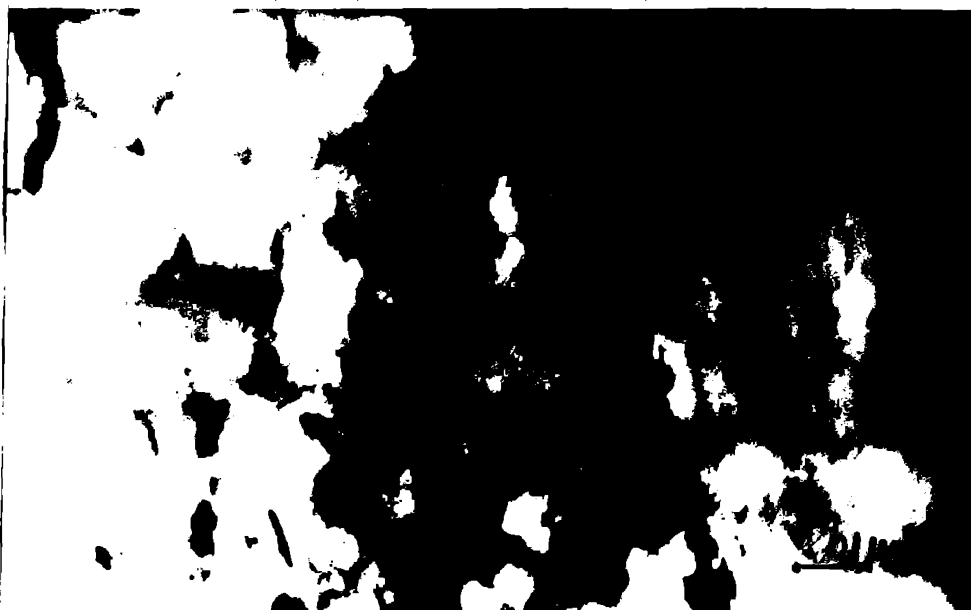
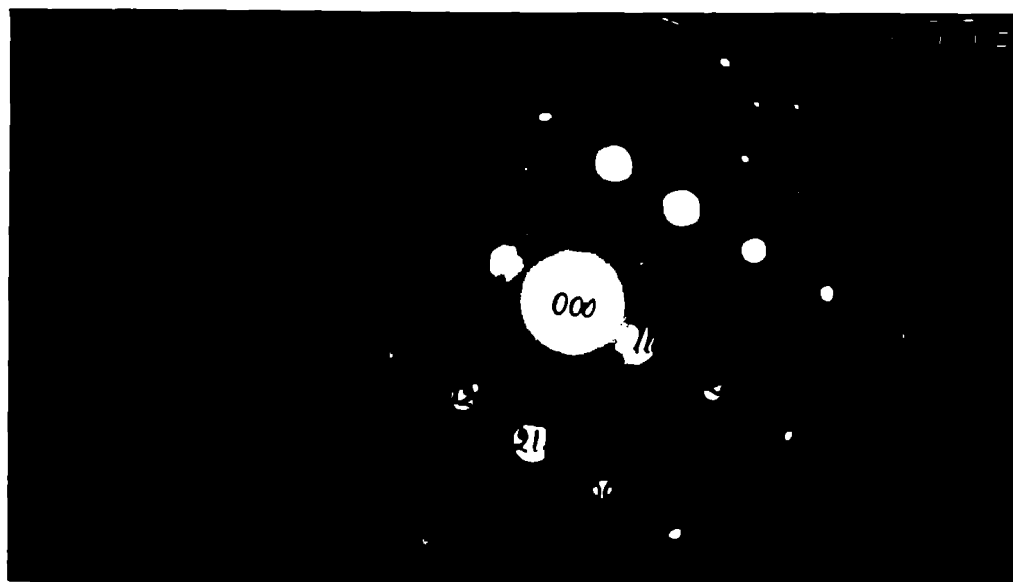


Fig.50 Bandă din oțel Fe-3% Si încălzită la 400°C.
 (Zona analizată în fig.47)
 Materialul continuă să fie puternic deformat, ne mențin
 orientările $\langle 111 \rangle$ și $\langle 1\bar{1}\bar{1} \rangle$.



a.



b.

Fig.51 Bandă din oțel Fe-3% Si încălzită
la 400°C. (zona I analizată în fig.48)
materialul este mai relaxat, orientarea $\langle 113 \rangle$ se menține.

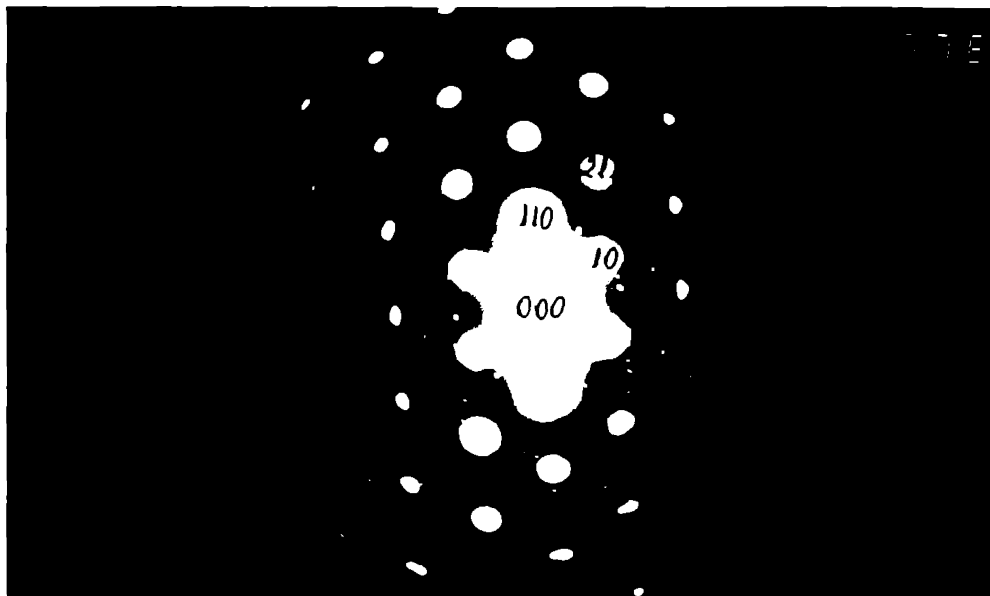
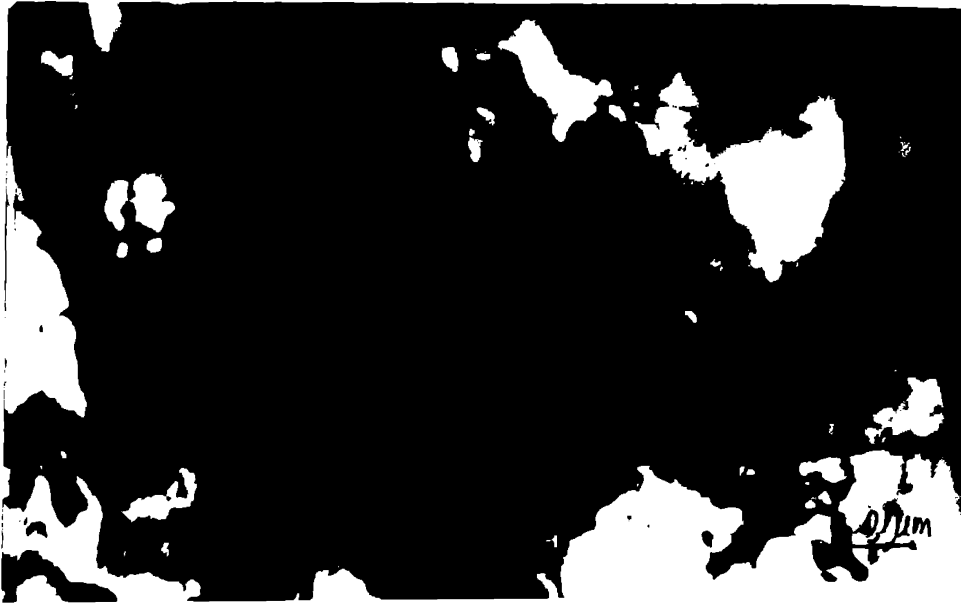


Fig. 52 - zona din oțel Fe-3% Si încălzită la 400°C
(zona a1 analizată în Fig. 49)

Relaxarea rețelei a determinat micșorarea distanței d_{110} la numai 2%.

Se păstrează orientarea $\langle 111 \rangle$.

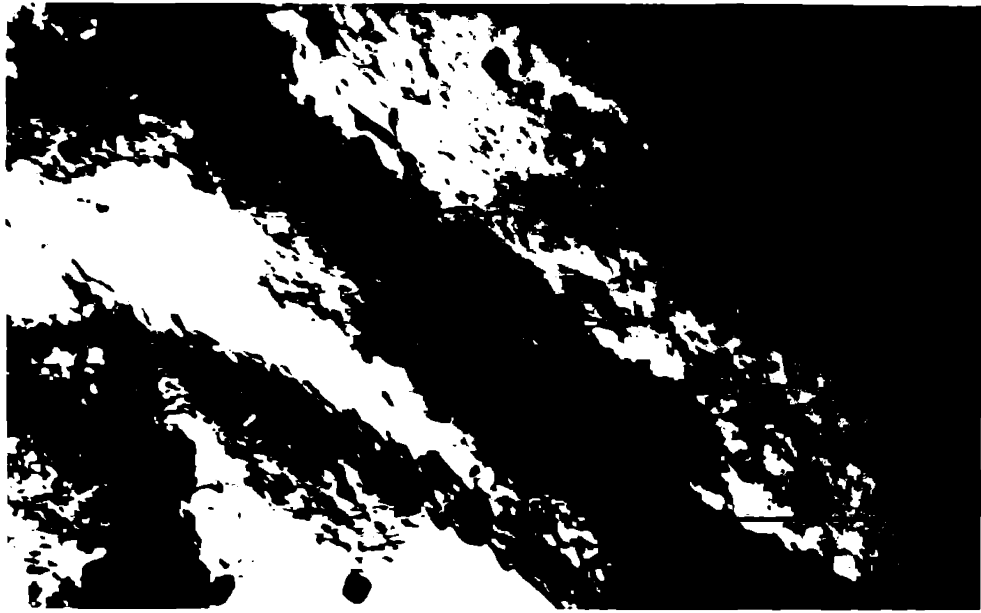


Fig.53 Bandă din oțel Fe-3% Si încălzită la 550°C.
Formarea limitelor la unghiuri mici ca urmare a procesului de poligonizare. Franjele Moire indică rotirea rețelei cristaline.

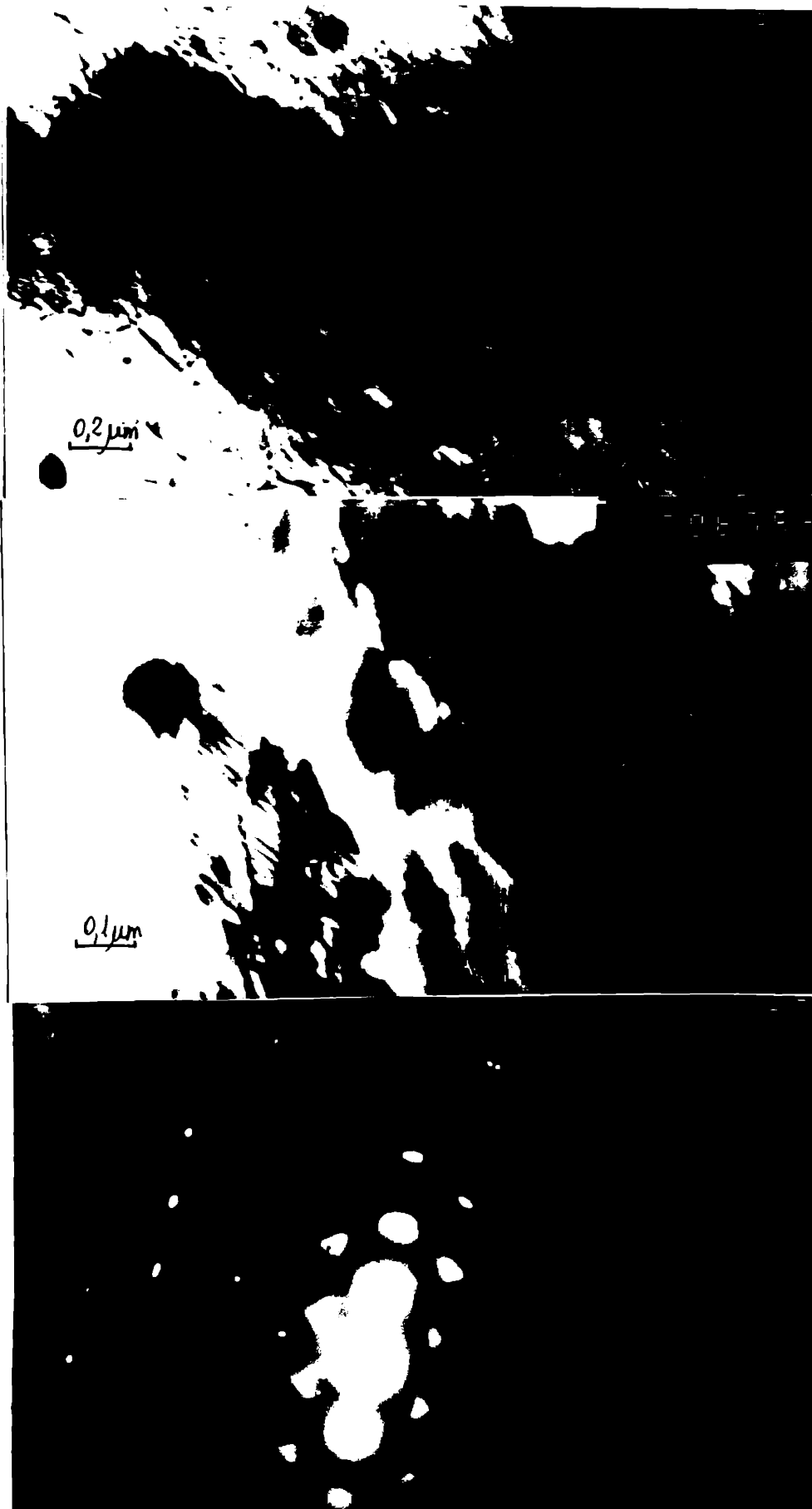


Fig. 5A bandă din oțel Fe-2% Si încălzită la 550°C. Se observă procesul de poligenizare (A) și formarea limitei la nașduri mici (B). Imaginea de difracție electronică (C) indică orientarea $\langle 111 \rangle$ a cristalelor. Reflexii puternice dau planele de tip $\{110\}$

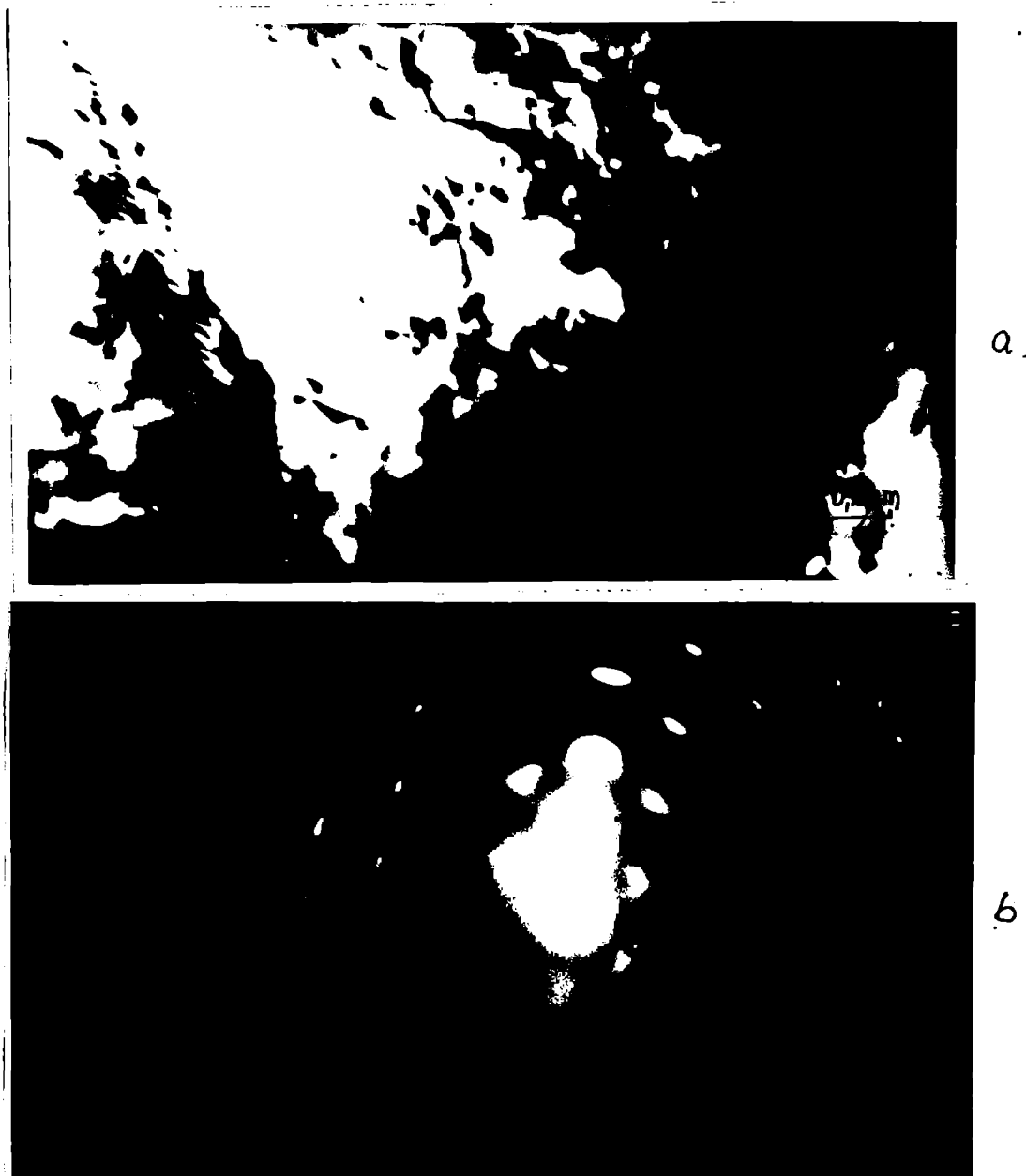
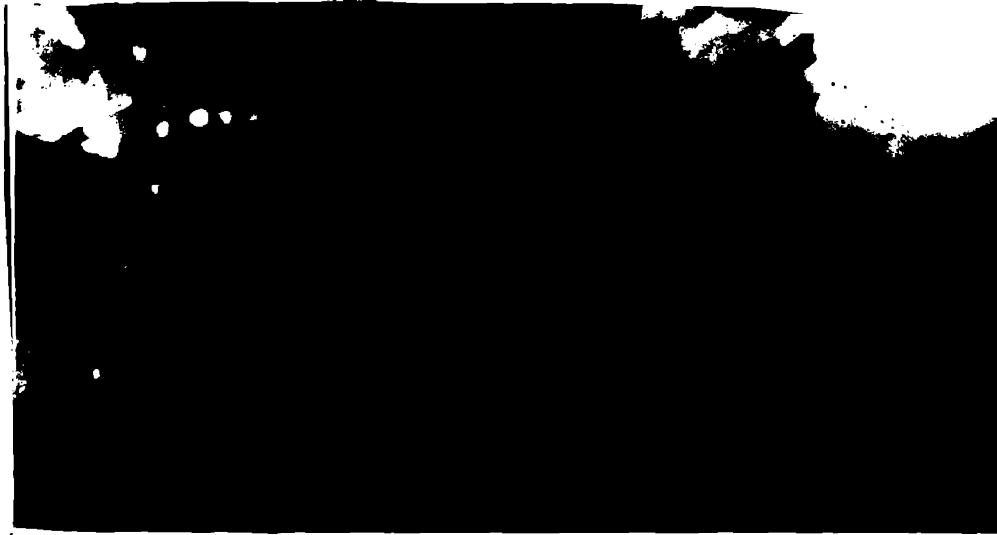


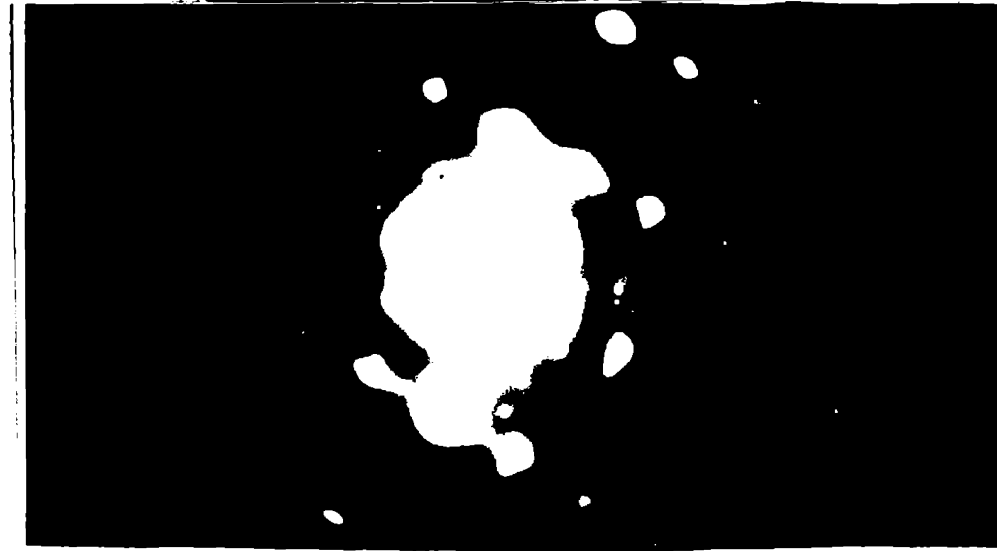
Fig.55 Bandă din oțel Fe-3% Si încălzită la 600°C.
Se evidențiază mai clar limita la unghiuri mici (A) și
relaxarea matricei prin migrarea și poligonizarea dislocațiilor
(B).
Cristalul și păstrează aceeași orientare $\langle 111 \rangle$.



a.



b.



c.

Fig.56 Banda din oțel Fe-3% Si încălzită la 650°C (a.- zona I, b.- zona I) imaginea de difracție electronică corespunzătoare zonei I(c) indică existența celor două orientări $\langle \bar{1}11 \rangle$ și $\langle \bar{1}\bar{1}\bar{3} \rangle$.

o-au format la limitele între grupurile de celule între care există o diferență de orientare mare (orientările [113] și [111] fac un unghi de $\sim 30^\circ$). În imaginea de difracție prezentată în fig. 56 se evidențiază existența celor două orientări corespunzătoare stării inițiale deformate a materialului.

Se poate trage concluzia că subgrăunții apar în urma procesului de rearanjare a dislocațiilor în formați de limite de subgrăunți, proces ce este însoțit de o micșorare remarcabilă a densității de dislocații. Mai mult, se poate spune că procesul de recrystalizare caracterizat prin stadiile I și II tendea să se dezvolte în mod preferențial în zonele deformate în bensii, de-a lungul acestora; subgrăunții formați în primele faze ale recrystalizării păstrează orientarea matricii și ei sînt conectați în mod convențional germeni (grăunți) de recrystalizare. Din imaginile prezentate în fig. 56 se observă că subgrăunții formați de formă aproximativ sfertică sînt separați de matrice prin limite la unghiuri mari (în matricea de orientare [113] apare rețeaua cu orientarea [111]). Se observă și constată că cu dimensiuni de ordinul a $1/\mu$, sînt aproape liberi de dislocații și sînt înconjurați de matrice a cărei densitate de dislocații se estimează a fi $7 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$.

Pentru a urmări deformația procesului de recrystalizare în stadiul al III-lea (creșterea germinilor) o-au studiat probe tratate termic în intervalul de temperaturi de $600-800^\circ\text{C}$.

În micrografia din fig. 57 se prezintă aspectul caracteristic al benzii înclinată la 600°C . Se revine structura de subgrăunți observată anterior pe probe înclinată în microscop. În data aceasta o-au obținut mai multe detalii legate de transformarea matricii și anume: se observă gruparea dislocațiilor pe limite și separarea zonelor relativ libere de dislocații din restul matricii care sînduo distorsionată.

Imaginea de difracție electronică evidențiază orientarea subgrăunților (sînd alungiiți) $(111) \langle 211 \rangle$ identică cu a matricii din care au provenit.

Încălzind materialul la 700°C intrîn în stadiul al III-lea al recrystalizării: creșterea grăunților pe fașă nouă. În fig. 58 se prezintă imaginea unui grăunț nou format cu orientarea $(111) \langle 211 \rangle$ caracterizat prin următoarele aspecte: limitele dintre grăunțe și zonele învecinate tind spre o acuratețe deplină; grăunțele sînd mai lung decît lat; începutul și sfîrșitul grăunțului sînd punctate (există virfuri); prezența liniilor Kikuchi în imaginea

de difracție electronică indică faptul că rotocus cristalină a grăunțelului non format este mai ordonată decât a matricei din care a p provenit. Aceste observații sînt bine corelate cu rezultatele obținute de altor, Kech și Lu și vin în aprinjal teoriei conform căreia noii grăunți apar în zonole de presiată bonci de deformare.

Procesul de recrystalizare nu se desfășoară similitan în toată masa materialului. Astfel, au fost puce în evidență zone cu dislocații libere în matrice non dislocate pe o limită preexistentă (figura 59), zone puternic deformate încă în care procesul de poligonizare se află în fază incipientă (fig. 60).

3.3.3. Tratarea subordonatilor, terminarea recrystalizării primare.

Încălzind materialul la 750°C, procesul de recrystalizare se generalizează în matrice formîndu-se grăunți echiaxi cu dimensiuni de 3-3/4, sînt grăunți cu limite curate lipsiți de dislocații (fig. 61)

În ceea ce privește natura limitelor dintre grăunți, în această fază s-a constatat că există arbele tipuri de limite: limite la unghiuri mici și limite la unghiuri mari. În micrografia din fig. 62 se prezintă limitele dintre 3 grăunți. Imaginile de difracție electronice obținute pe cei trei grăunți arată existența unei limite la unghiuri mari între grăunții A și C. A are orientarea [101] și C are orientarea [111] și limite la unghiuri mici între A și B și B și C. (B are orientarea [001] cu o abatere de 4-5° față de A).

Limitele grăunțului B sînt difuze, neclare, pe oină limită dintre A și C este bine definită avînd dislocații dislocate pe ea. De remarcat că în această fază apare orientarea [001] caracteristică componentelor (110) [001], (100) [001] ce caracterizează textura finală.

Prin încălzirea materialului la 800°C, grăunții cresc mult, avînd dimensiuni > 2/4 (fig. 63). În micrografiile prezentate în fig. 64-65 se observă vecinătatea grăunților cu orientările [111] - [001], [111] - [011] precum și grăunți cu aceeași orientare [111], rotîți mult față de altul cu un unghi de 10-15°.

De remarcat apariția grăunților pe planole (001), (011), grăunții se ulterior se pot orienta formînd texturile (001) < 110 >, (001) < 001 >, (011) < 001 >, (011) < 011 >, specifice recrystalizării secundare.

De asemenea se remarcă vecinătatea grăunților (111) - (011), avînd axe comune < 011 >. Cele două orientări fac un unghi de 35° de între ele și se pare că joacă un rol important în obținerea texturii finale, în cazul că prin rotirea lor în jurul unei axe comune < 011 > se obține textura 0039.

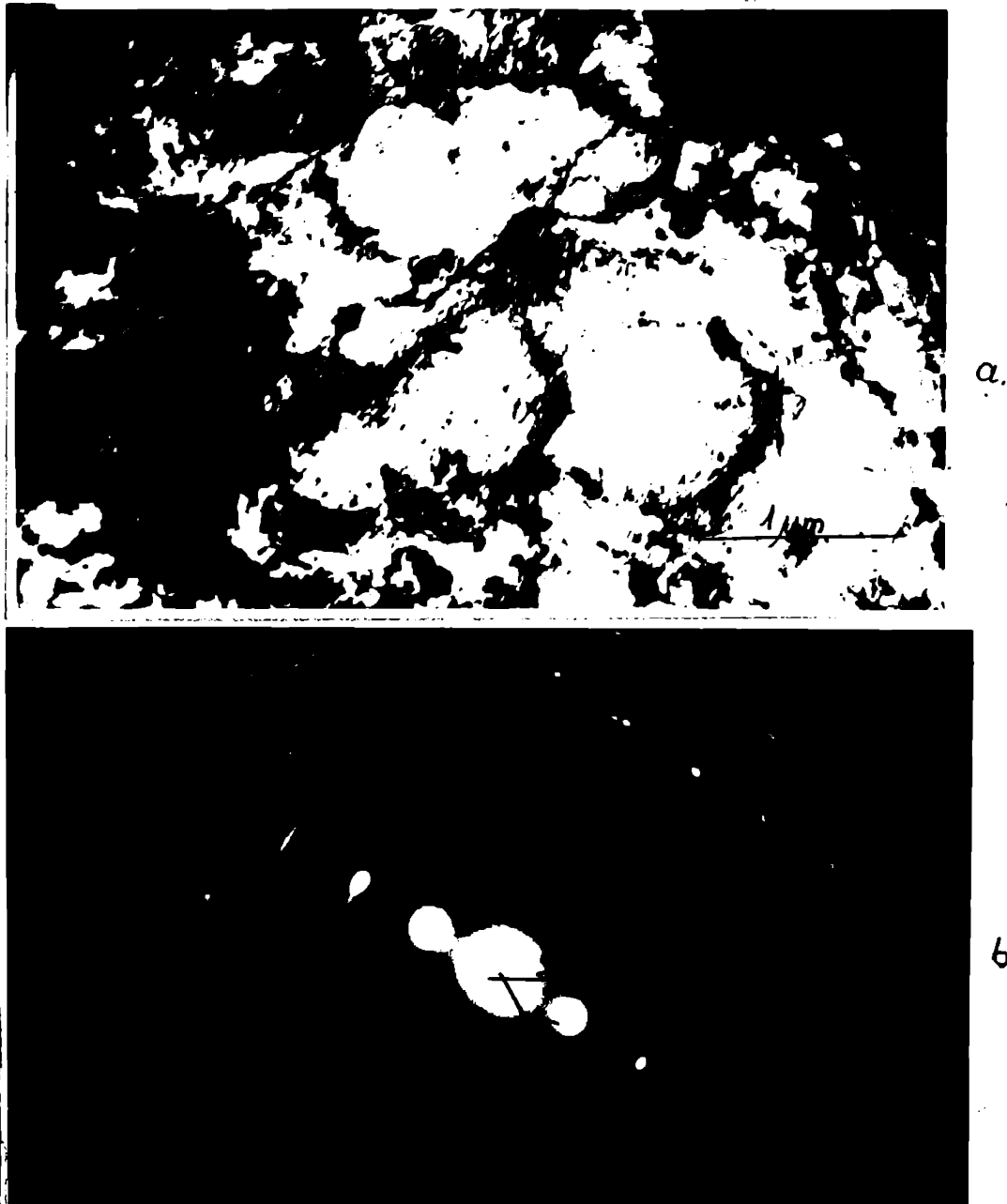
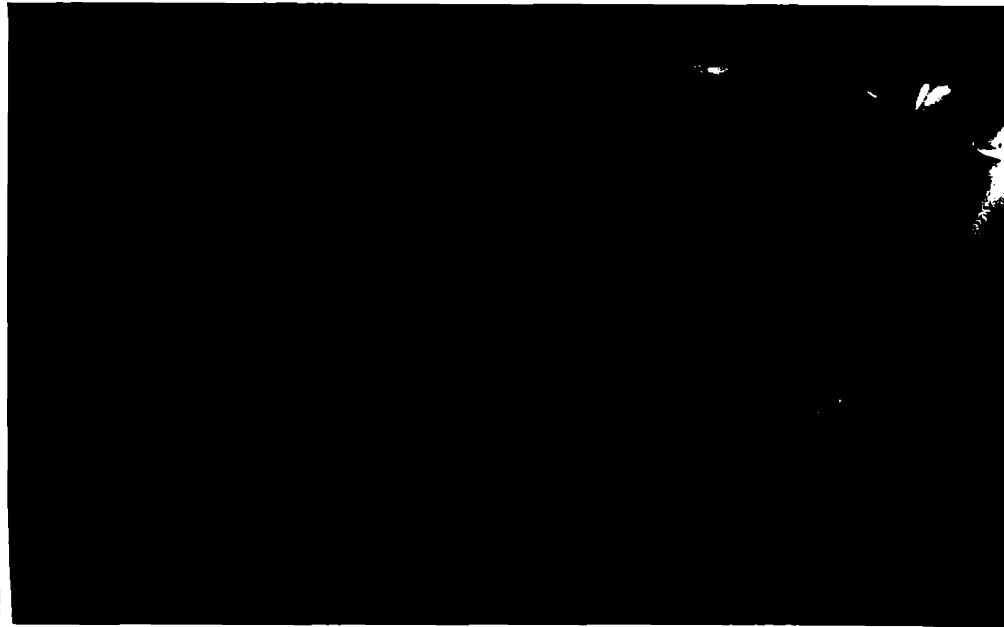


Fig.57 Bandă din oțel Fe-3% Si încălzită la 600°C.
Se observă formarea subgrăunților cu orientarea $(\bar{1}11)[210]$.



a.



b.

Fig.58 Grăunțe de recristalizare în banda de oțel Fe-3,5% Si
încălzită la 700°C.
Axul de zonă $\langle 111 \rangle$.

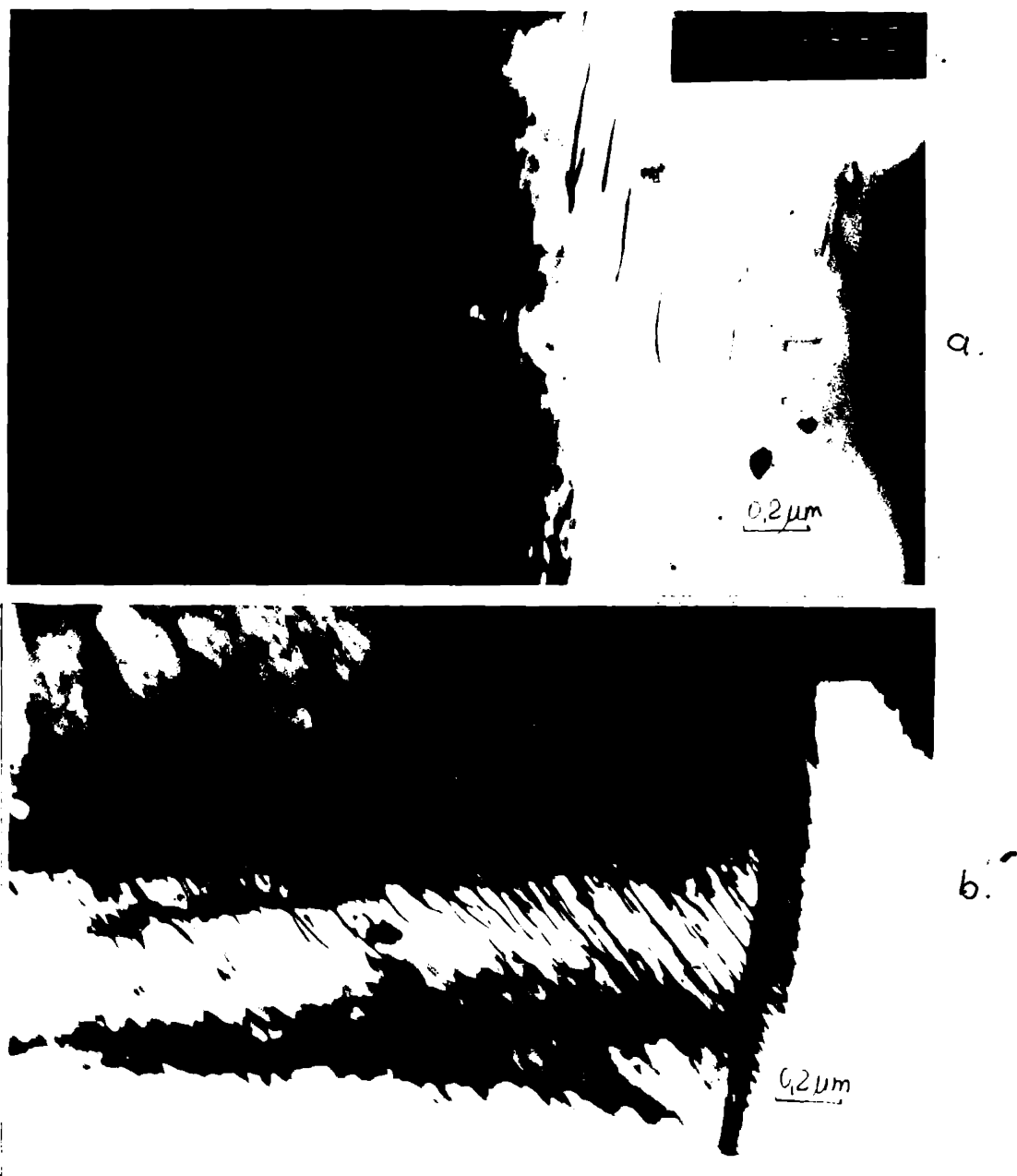


Fig.59 Dislocații în banda din oțel Fe-3% Si încălzită la 700°C .

a - dislocații libere în matrice;

b - dislocații blocate pe o linie preexistentă în matrice.

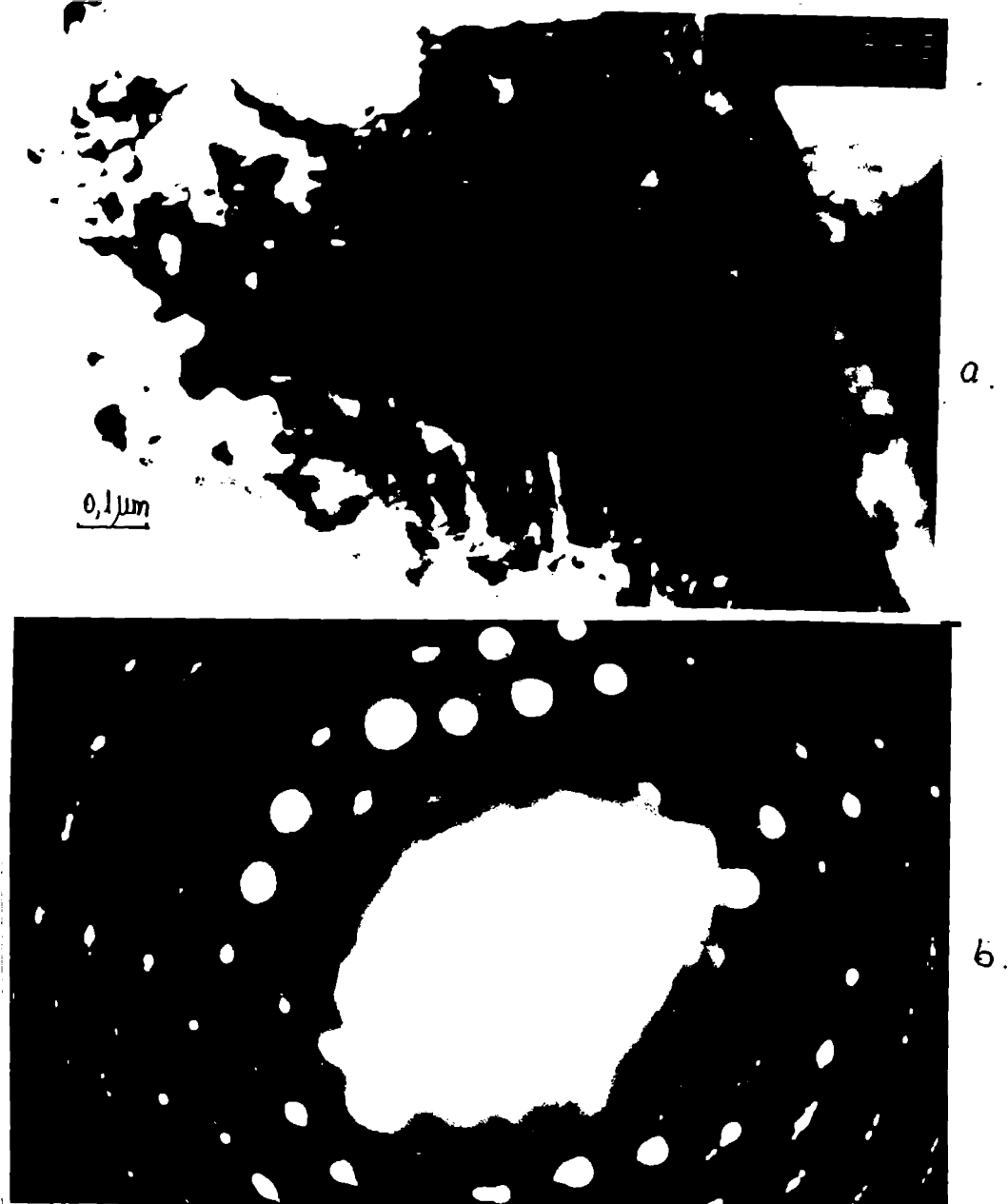
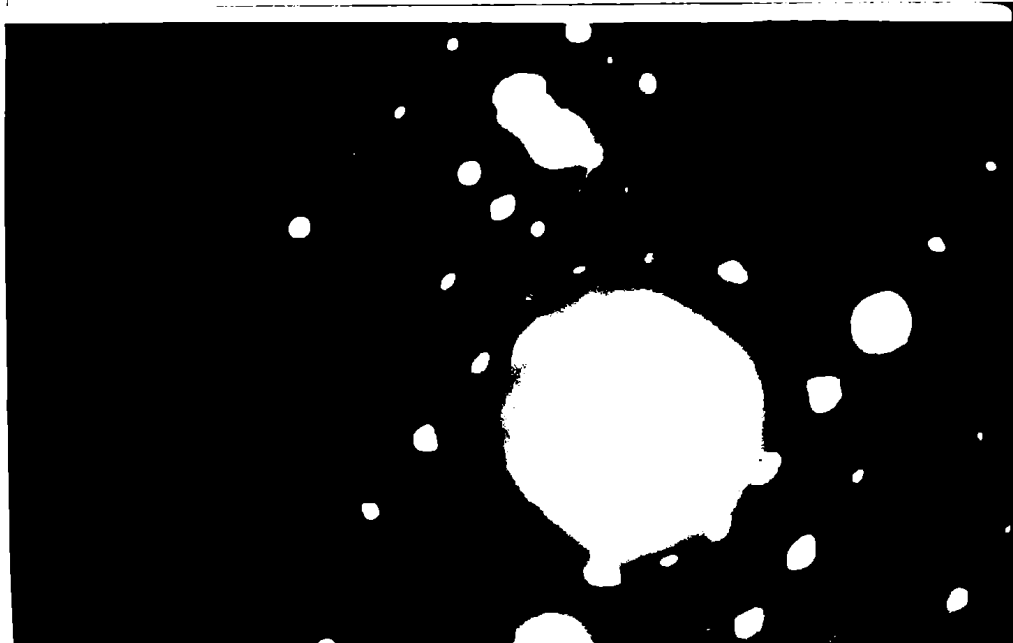
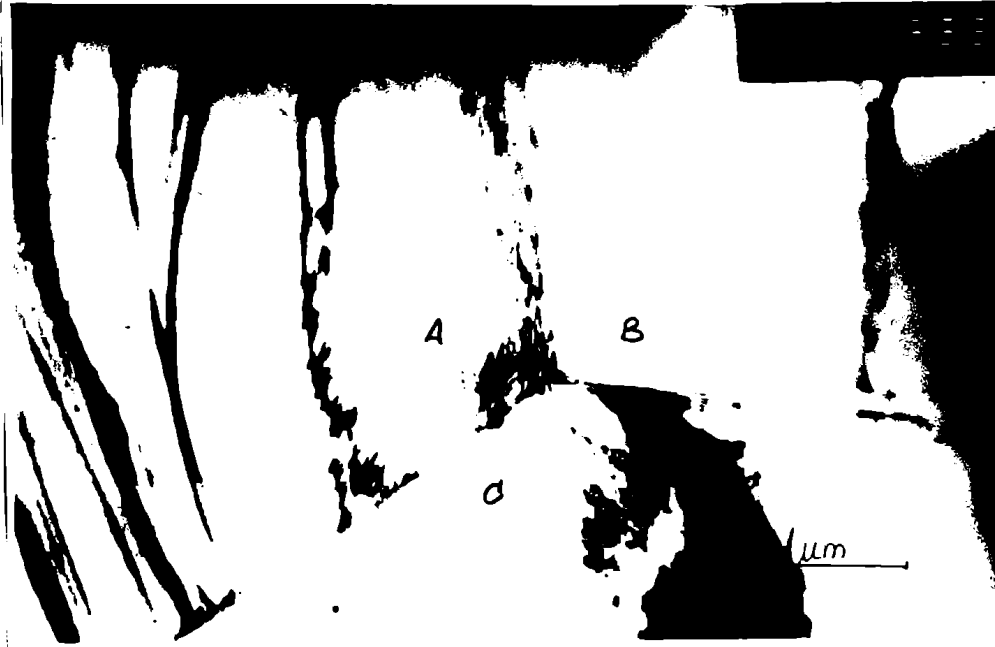


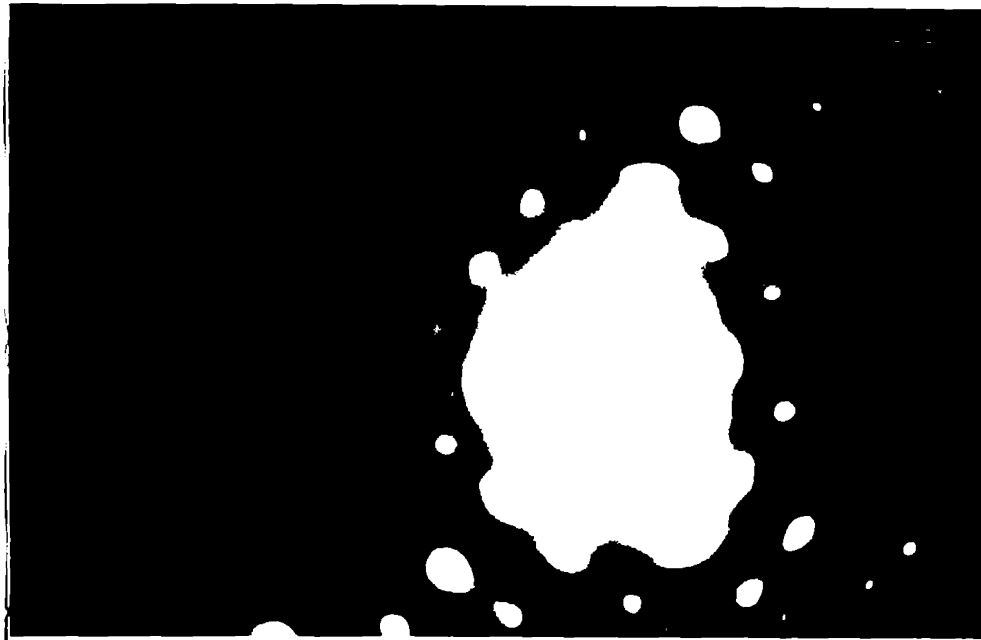
Fig.6o Bandă din oțel Fe-3% Si încălzită la 700°C

Zonă cu rețea puternic distorsionată; există un mosaic de blocuri cristaline limitate de dislocații (ce formează o rețea alcatoare) care au rotații reciproce de 10^0

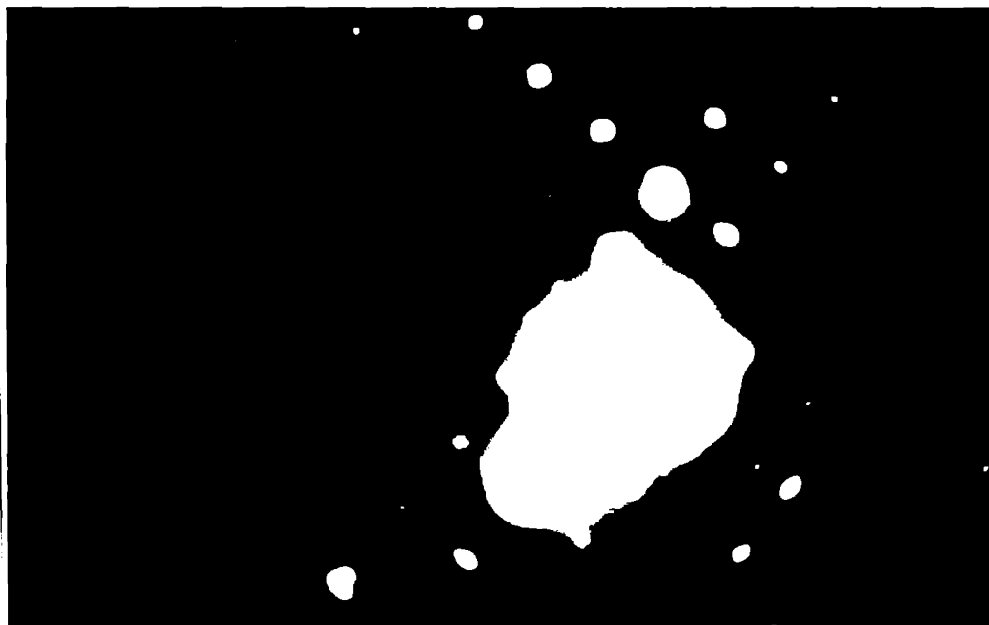


Fig.61 Banda din oțel Fe-3% Si încălzită la 750°C.
Grăunți echiaxi de 2-3 μm.





c.



d.

Fig.62 Bandă din oțel Fe-3% Si încălzită la 750°C

a- limita dintre trei grăunți;

b- grăuntele C are o orientare spre $\langle 111 \rangle$;

c- grăuntele A are orientarea $\langle 001 \rangle$;

d- grăuntele B are orientarea $\langle 001 \rangle$ ușor modificată spre $\langle \bar{1}11 \rangle$.



a.



b.



c.

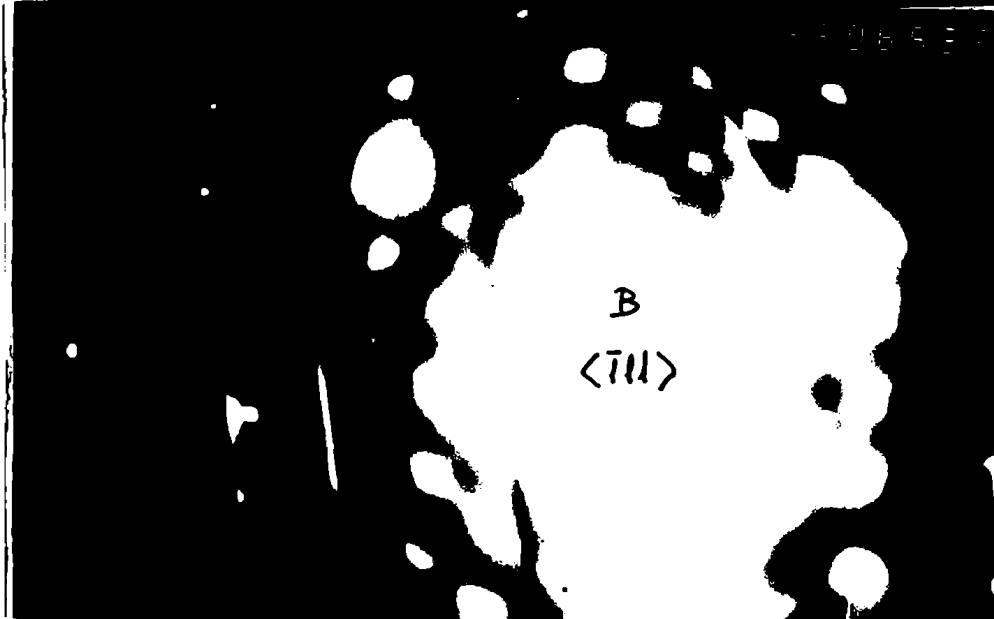
Fig.63 Bandă din oțel Fe-3% Si încălzită la 800°C
Graunți echiiaxi de 3 - 5 μm.



a.



b.

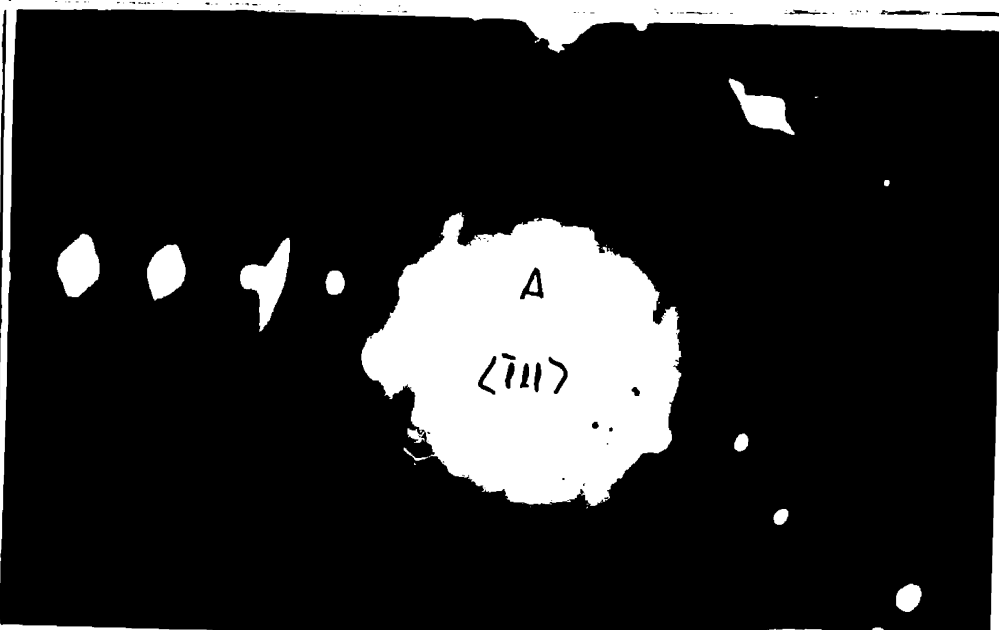


c.

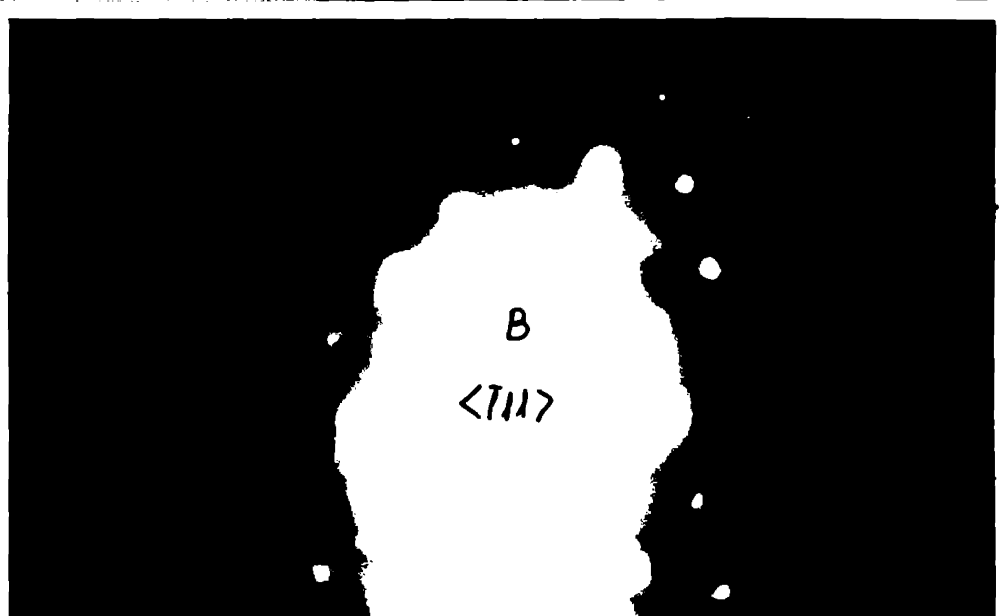
Fig.64 Banda din oțel Fe-3% Si încălzite la $800^{\circ}C$.
Grăunți cu vecinătatea (100) , (111) .



a.



b.



c.

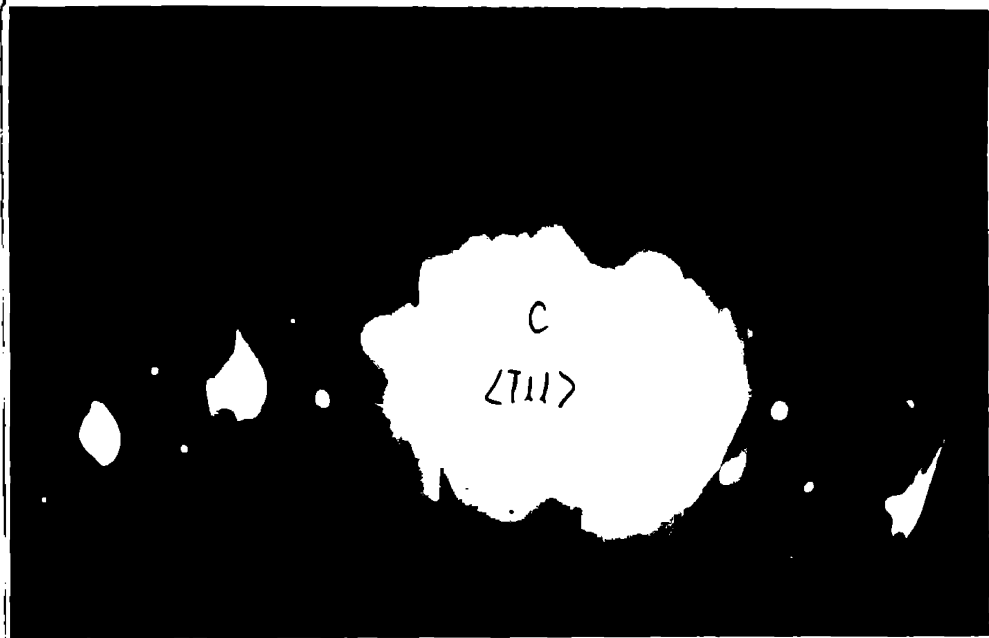
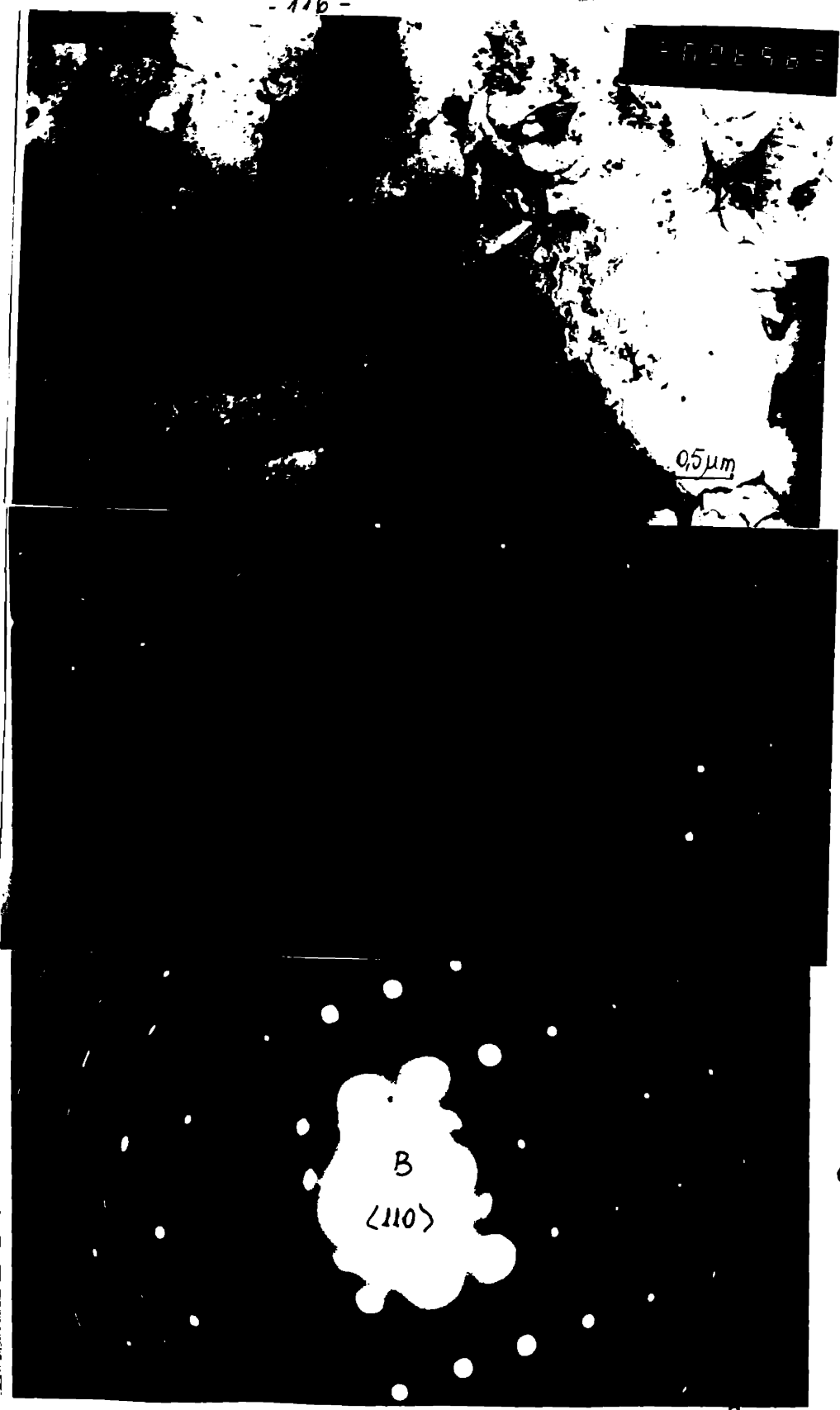


Fig.65 Bandă din oțel Fe-3% Si încălzită la 800°C .
Zonă cu graunți echiaxi, curați, de orientare $\langle 111 \rangle$
roțiți unul față de celălalt cu un unghi de $10-15^{\circ}$.



a.

b.

c.

Fig.66 Bandă de oțel Fe-3% Si încălzită la 800°C.
Grăunți cu vecinătatea (110) - ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)

Apra descobire de limitele dintre grăunții formați în prima fază a recristalizării (600°C) care erau limite la unghiuri mici, în faza generalizării recristalizării, grăunții sînt operați de limite la unghiuri mari.

Procesul de la limite la unghiuri mici la limite la unghiuri mari, fenomen ce caracterizează procesul de creștere a grăunților nou formați, este o problemă mult controversată.

Antfal, Fujita a explicat creșterea grăunților prin "gruposare" subgrăunților [54], fenomen prin care limite unui grup de formați prin absorbția sublimitelor din interiorul grupului II. El a denumit același fenomen "Woolfeșca subgrăunților" și a preocupat creșterea subgrăunților prin dispariția treptată (gradată) a celorlalte limite dintre subgrăunți și deplasarea dislocațiilor din vecinătatea acestora în zona limitelor rămase [52] altor și Koch se preocupă de același proces prin migrarea sublimitelor [50]. Bailey a sugerat că limitele la unghiuri mari se formează printr-un mecanism de poligonizare, similar limitelor la unghiuri mici și ținând cont de mobilitatea limitelor a ajuns la concluzia că grăunții recristalizați cresc prin migrarea limitelor [55]. Furubayashi, studiind procesul de recristalizare "in situ" a ajuns la următoarele concluzii: dislocațiile ce determină structura celulară a materialului laminat, în primele etape ale recristalizării se anihilează sau se rearanjează formînd limite de subgrăunți.

Acute limite nu sînt staționare, ele migrează și se pot intersecta rezultînd limite (prin unirea lor), sublinite sau operați de dislocații (prin decompunerea lor) orice modificare într-o limită este însoțită de modificări în alte limite adiacente astfel încît în final are loc un proces de rearanjare a sublimitelor prin "cooperare".

Analizînd procesul de recristalizare prinată, se pot trage următoarele concluzii:

- în timpul încălzirii pentru recristalizarea prinată, structura în densitate a materialului deformat la rece se modifică prin relaxarea rețelei cristaline, se umplea a migrații dislocațiilor. Rezultă o structură celulară ce se dezvoltă odată cu creșterea temperaturii.
- în stadiul I al recristalizării are loc procesul de poligonizare care conduce la formarea limitelor la unghiuri mici. Acest fenomen a fost observat în zonele beașilor de deformare pe planșole (II), (II3).
- în stadiul II al recristalizării celulele de dislocație se transformă în subgrăunți ce au ocazi orientare cu matrixa (II1) și (II3)

grăunții croco, liniile la unghiuri mici se transformă în
linii la unghiuri mari și apar gemenii de recristalizare, care
păstrează orientarea matricei.

- în stadiul al III-lea al recristalizării, procesul de generali-
zarea în toată masa materialului, dezvoltându-se grăunți cușți,
echiași. Se poate în evidență grăunți pe planole (III), (oII) și
(oII). În această fază se observă apariția grăunților cu orienta-
rea <ool> și <oII> care vor dezvolta textura de recristalizare se-
cundară.

Se poate spune că în procesul de recristalizare primară
gemenii de fază nouă apar în sonole defazate cu structură în benzi
având orientarea matricei; în momentul generalizării procesului de
recristalizare au apărut grăunți cu orientare diferită, caracteris-
tică texturii de recristalizare. Dacă această orientare a apărut ca
urmare a rotirii grăunților {III}<2II> deja formați cu 90° în jurul
axei <oII>, sau ca urmare a rotirii matricei în timpul geminării
acestora, este greu de spus. Cert este că în textura de recristalizare
primară există gemenii ai texturii de recristalizare finală.

3.4. Analiza prin microscopie optică a recristalizării secundare corolat cu analiza inhibitorului în fiecare etapă

Procedul de recristalizare oculară a fost utilizat prin încălzirea controlată a benzii 30-3. Al în domeniul de temperatură 620-1200°C. Transformările ce au loc în structura materialului au fost evidențiate prin observarea la microscopul optic a modificării microstructurii corolat cu analiza la microscopul electronic a evoluției particulelor de inhibitori în domeniul de temperaturi aplicat. În fig. 92 sunt prezentate microstructurile obținute pe suprafața longitudinală a benzii tratate la diferite temperaturi. Se observă că în intervalul 620-900°C au se produce transformări vizibile în microstructura materialului, menținându-se aceeași rezultată la recristalizarea primară. Cu alte cuvinte pînă la 1000°C, procesul de creștere a grăunțului este inhibat de prezența particulelor de inhibitori în evidență în exp. 3.2.2. La temperatura de 950°C se realizează creșterea bruscă a unor grăunți, fenomen ce se accentuează la 1000°C. Începînd cu temperatura de 1100°C viteza de creștere a grăunților se micșorează, pentru că la 1200°C sî se obține o granulatie relativ uniformă în toate secțiunile și un grad de orientare corespunzător.

Procesul de creștere a granulatiei este strîns legat de evoluția particulelor de inhibitori din matrice, deoarece la un moment dat (temperatură de 950°C) după cum s-a observat din analiza efectuată mai sus, acțiunea de inhibare se micșorează substanțial.

Pentru a evidenția acest lucru, s-a efectuat analiza dimensiunii și densității de particule pe probele tratate în domeniul de temperaturi 620-1000°C.

Rezultatele obținute sînt prezentate în tabelul 8 și micrografiele din fig. 93.

Tabelul 8

Temperatura de încălzire °C	Dimensiunea medie a part. \bar{r} [Å]	$N = \frac{n \times V}{V_p} [n/cm^3]$
620	302	7×10^{15}
700	350	9×10^{15}
950	510	5×10^{11}
1000	700	$1,1 \times 10^{11}$
1050	1070	$6,9 \times 10^{10}$
1100	1600	7×10^9

in cutolo prezentate rezultă următoarele considerații :

- odată cu creșterea temperaturii de încălzire se înregistrează o creștere a dimensiunii medii a particulelor și o scădere a densității lor. Astfel, la temperatura de 820°C particulele structurale "active" au o dimensiune medie de 302 \AA și o densitate de $7 \times 10^{13} \text{ p/cm}^3$. La temperatura de 900°C fiind se remarcă creșterea bruscă a granulației, particulele inhibitorie au o dimensiune medie de 516 \AA și o densitate de $5 \times 10^{11} \text{ p/cm}^3$. Rezultă că în urma încălzirii de la 820 la 900°C o cantitate considerabilă de particule s-au dizolvat, în matrice, iar cele rămase au crescut în dimensiune.
- la temperatura de 1100°C particulele de dimensiuni mici dispar, în matrice observându-se doar particule mari ($\bar{r} \approx 1100 \text{ \AA}$) cu o densitate de $7 \times 10^9 \text{ p/cm}^3$.

Se remarcă de asemenea schimbarea formei particulelor în timpul încălzirii : începând cu temperatura de 1000°C particulele mari capătă o formă granulară spre poliedrică (în facele inițiale predominând forma sferică).

Creșterea temperaturii peste 1100°C conduce la deamorfizarea puternică a materialului și în structură necâtă se mai pot observa izolat particule de MnS , ale căror dimensiuni sînt apreciabile.

Procesul de creștere a particulelor pe parcursul tratamentului termic are de așteptat, dat fiind că în orice sistem real precipitarea are două faze care coexistă în permanență la apariția unui ansamblu de particule de dimensiuni variabile umplut de regulă de creșterea particulelor mai mari și de dezvoltarea celor mai mici decât medie inițială. Mecanismul prin care se realizează această evoluție dimensională poate fi explicat prin modelul lui Garszewski [42], presupunând că particulele de inhibitori sînt de natură MnS , dar fiind că în oțelul Fe are concentrația molară a manganului ($15 \times 10^5 \text{ moli/cm}^3$) deosebit de concentrația molară a sulfului ($6,7 \times 10^5 \text{ moli/cm}^3$), este una ipoteză că difuzia sulfului constituie factorul de controlare vitezei de creștere. Particulele de precipitație considerându-se a fi sferice (condiția respectată de precipitatele de MnS pentru $\approx 1100^{\circ}\text{C}$ se admite că vor suferi procesul de creștere numai acolo ale căror raze inițiale corespund unei valori "critice" (\bar{r}_0 egală cu $\bar{r}(\bar{c} = c_{\text{max}}$ notă inițială a particulelor). Evoluția în timp a particulelor se poate descrie datorită de relația :

$$\bar{r}_t^3 = \bar{r}_0^3 + Kt \quad (38) \quad [42]$$

unde : K (constanta vitezei) este o mărime ce depinde de temperatura de tratament, de coeficientul de difuzie, de volumul molar, de densitatea fazei afilată la creștere și de tendința superficială a coexistenței.



$T = 820 \text{ } ^\circ\text{C}$

x 100



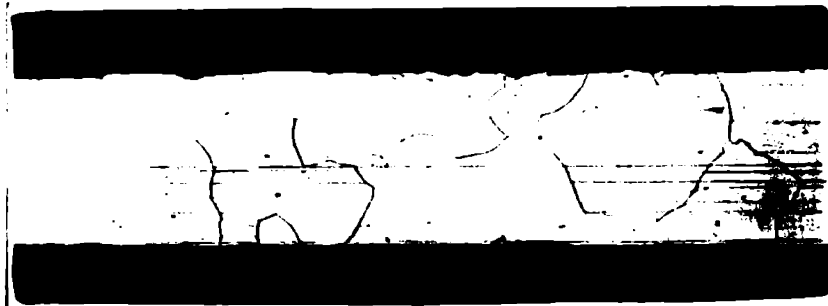
$T = 900 \text{ } ^\circ\text{C}$

x 100



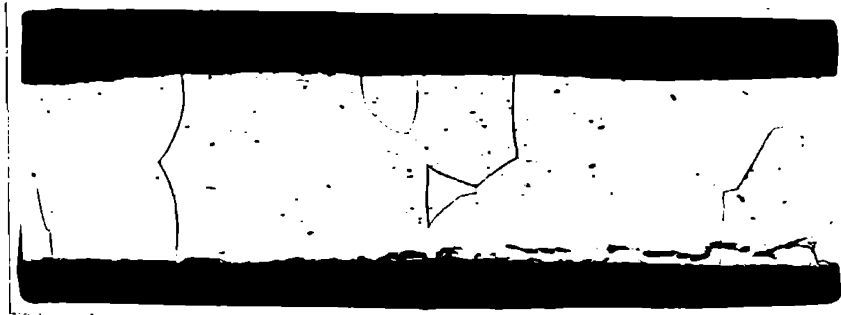
$T = 960 \text{ } ^\circ\text{C}$

x 100



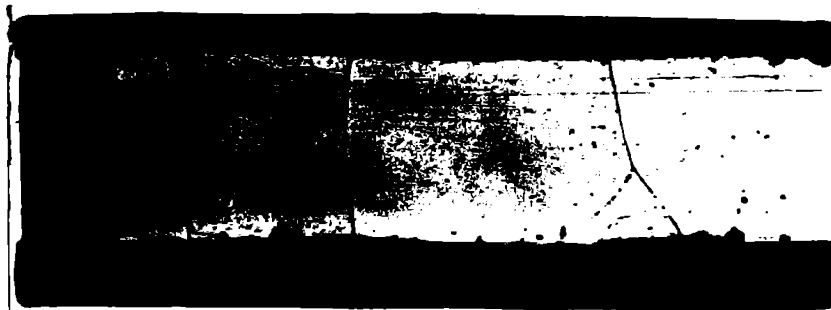
$T = 1000 \text{ } ^\circ\text{C}$

x 100



$T = 1100^{\circ}C$

x100



$T = 1200^{\circ}C$

x100

Fig.67 Evoluția microstructurii oțelului Fe-3% Si în timpul tratamentului termic de recristalizare secundară: creșterea grăunților orientați.

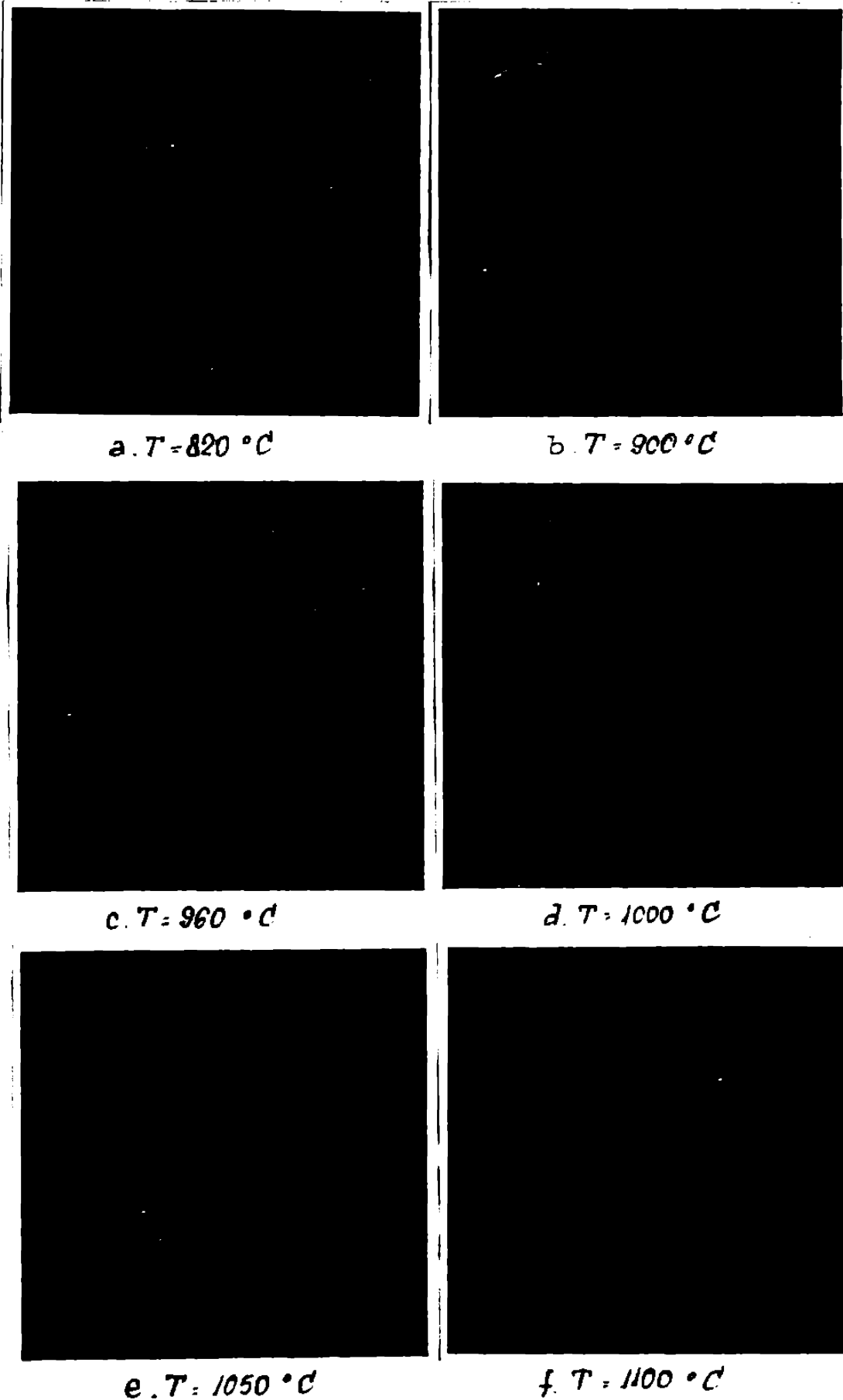


Fig.68. Evoluția măriali particulelor de inhibitori în procesul de recristalizare secundară.

În ceea ce privește parametrii configuraționali (dimensiunea medie, densitate, formă) ce caracterizează particulele de incluziuni "structurale active" se poate trage concluzia că incluziunile cu rol activ în dezvoltarea recristalizării secundare sînt de formă sferică și cu raza medie de cea $100/350 \text{ \AA}^0$. La temperaturi ridicate (1000°C) particulele încep să se poligonizeze și cu o dimensiune medie 700 \AA^0 . Carelat cu acestea, densitatea de particule cu rol activ este de $10^{12}-10^{13} \text{ p/cm}^3$.

Acțiunea parametrilor determinați în cazul "puterii de inhibare" a particulelor de incluziuni care cîmătă în coacăș, în limitele din care sînt medii se poate fi stîmă de grăunții cristalini în procesul de recristalizare prinseși : creșterea grăunților care los prin deplasarea limitelor la margini mari ce sînt mobile ; cînd o limită de grăunțe vine în contact cu o particulă de precipitat, energia interfațială a limitei este redusă proporțional cu aria de contact. Deci cu cît vom avea o suprafață de contact mai mare (particule mici și multe) cu atît limită de grăunțe va necesita o energie mai mare pentru a se deplasa . Acțiunea de inhibare se negociază cu creșterea temperaturii datorită creșterii dimensiunii lor și a creșterii densității particulelor , deci negocierii suprafeței de contact dintre limite și particule. La acestea se adaugă surplusul de energie pe care îl primesc limitele ce urmare a încălzirii materialului, ceea ce facilitează trecerea peste obstacole.

3.5. Determinarea modificărilor de textură în fazele recristalizării secundare.

În paragraful anterior s-a văzut că practic la temperatura de 1000°C , în matrice s-a înlocuit faza nouă, deci s-a generalizat procesul de recristalizare secundară; la încălziri peste 1000°C se înregistrează doar o creștere a granulărilor. În unele probleme care temperatură din intervalul $1000^{\circ} - 1150^{\circ}\text{C}$ este optimă pentru obținerea orientării (110) [001] necesari obținerii unor proprietăți magnetice superioare. În acest scop s-au obținut figurile cu poli corespunzătoare ce sunt prezentate în fig. 69.

Se observă că în general liniile de nivel de egală intensitate ce grupează în jurul polilor de textură GOS și cubicei Aproximativ 70-80% din orientări constituie texturile (110) [001] și (100) [110], ponderea mare avându-le prima.

Există numeroase teorii care încearcă să explice mecanismul formării texturii (110) [001] (vezi cap. 5).

Ceea ce pare a fi sigur stabilit, este "teritoriul energetic" conform căruia ponderea cantităților de energie immaginate în componentele texturii de laminare sunt direct corelate cu intensitățile relative ale diferitelor orientări preferențiale prezente după recristalizare. În particular, în cazul otelului Fe-Si, sistemul (110) [001] are cea mai mare pondere a energiei immaginate este cel ce recristalizează primul și cel mai întocș format la temperatura GOS, în timpul recristalizării secundare are loc o creștere ampară a granulărilor cristaline și dezvoltarea completă a texturii.

În analiza figurilor de poli {110} prezentate rezultă că pentru o încălzire a materialului în domeniul $1100 - 1150^{\circ}\text{C}$ se obține o textură GOS corespunzătoare.

În figura 70 se prezintă textura obținută în urma încălzirii la 1150°C prin curba magnetului magnetic. În analiza curbei rezultă că materialul are o textură formată din 81% (110) [100] și 13% (100) [110]. Rezultă deci că încălzirea la temperatura de 1150°C conform materialului o textură corespunzătoare.

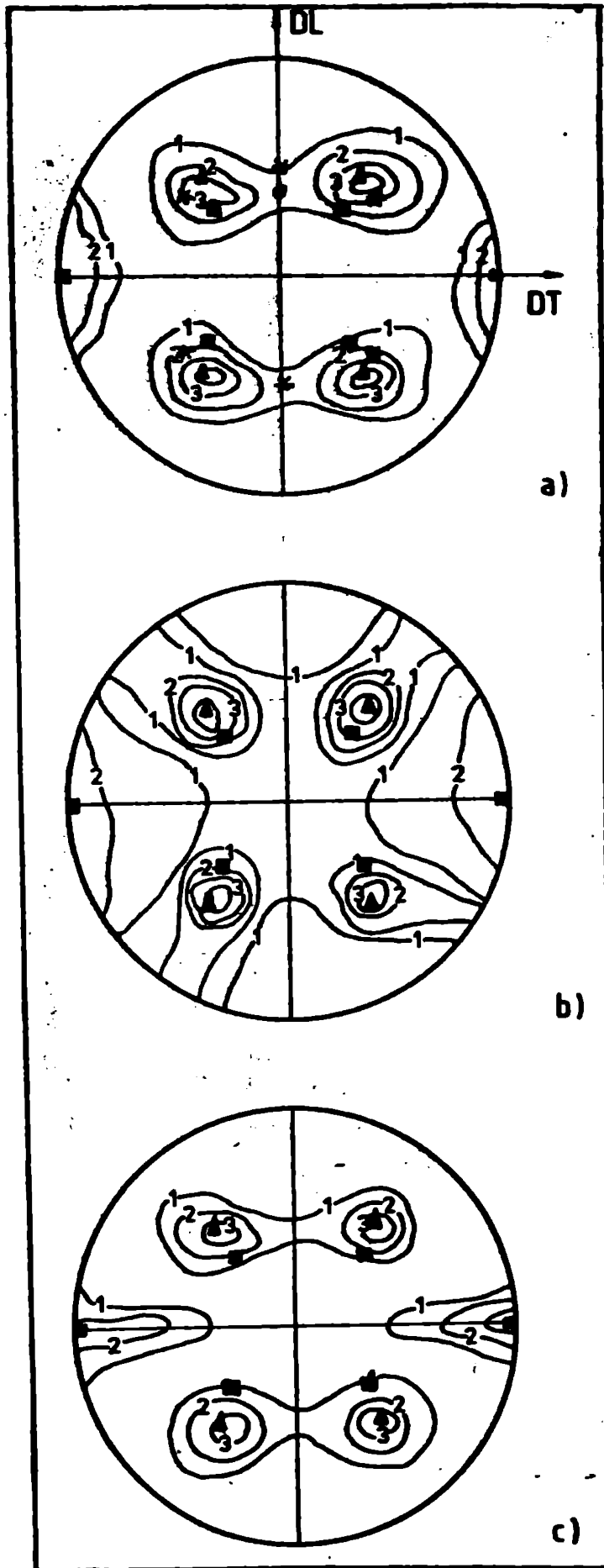


Fig.69 Figurile de poli $\{110\}$ ale benzii din oțel Fe-3% Si recristalizate la diverse temperaturi
a) 1000°C ; b) 1100°C ; c) 1200°C .

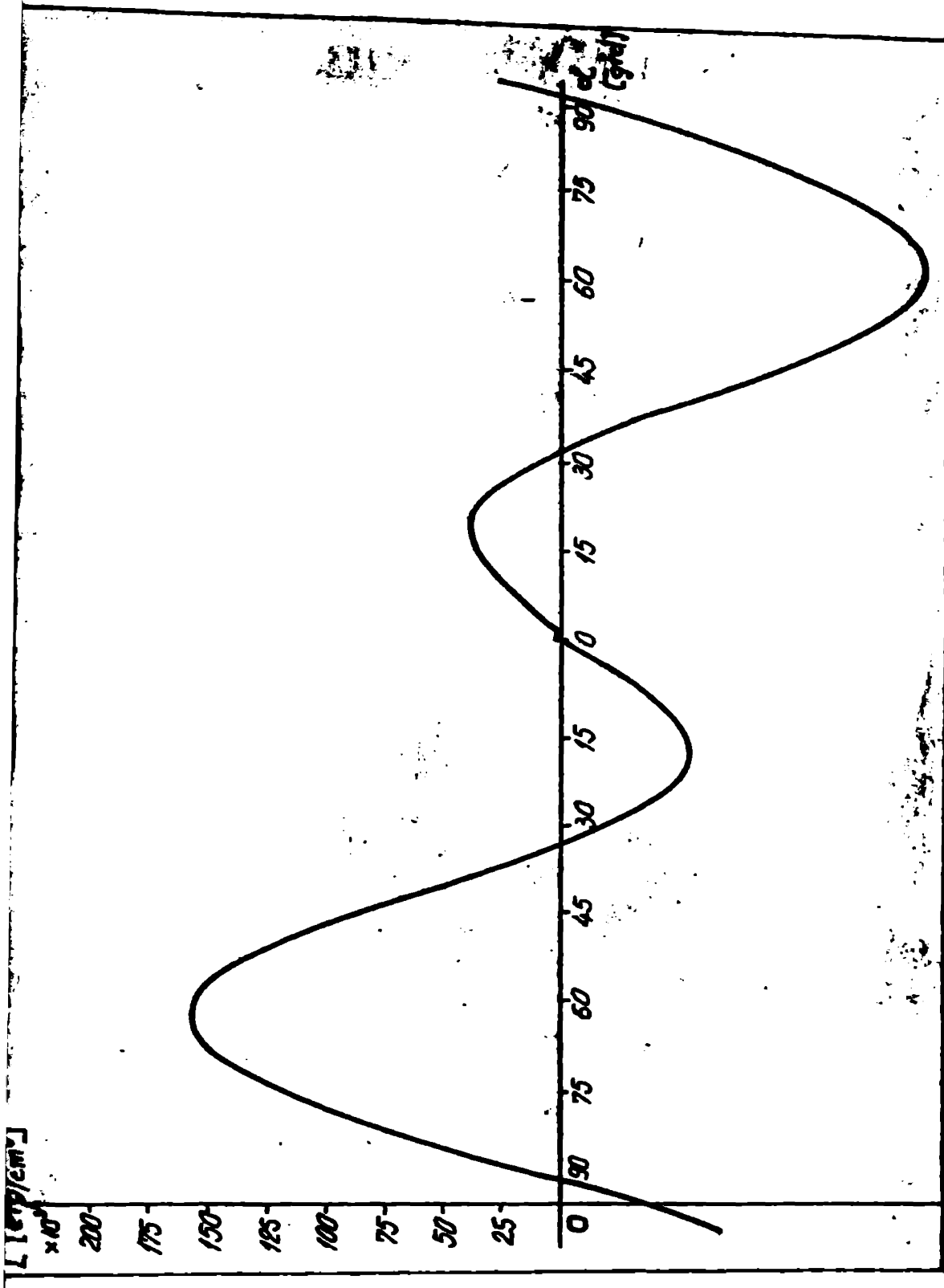


Fig. 70 Curba momentului magnetic pe banda finală din Fe-3% Si

2.6. Corelarea caracteristicilor structurale și cristalograme, fize ale benzii cu proprietățile magnetice și încadrarea pe plan de calitate a fabricației industriale.

Oțelurile electrotehnice ferocilicioase fac parte din clasa aliajelor feromagnetice, care se caracterizează printr-o bună histerezis îngustă, forță coercitivă redusă, inducție și permeabilitate magnetice mare, pierderi mici prin histerezis și cureanți turbionari, precum și pierderi specifice totale mici.

În continuare, sînt expuse noțiunile principale referitoare la caracteristicile magnetice menționate, pentru a facilita corelarea caracteristicilor structurale și cristalografice cu calitatea benzii finale.

Una din caracteristicile importante ale oțelurilor electrotehnice este anisotropia magnetică, caracterizată prin modificarea proprietăților magnetice în direcții cristalografice diferite.

În cazul oțelurilor cilicioase cu grăunți orientați (textura Goss) (110) [001] sensul de magnetizare reține de direcția $Fe\langle 100 \rangle$ coincide cu sensul de laminare, direcția de magnetizare dificilă [111] se află sub un unghi de 90° față de direcția de laminare.

În prezent, în cazul nivelului actual al proprietăților magnetice, oțelul de transformatoare are textura Goss, răspunzând cu succes cerințelor tot mai înalte ale industriei energice.

Obținerea benzilor de calitate cu proprietăți magnetice superioare este condiționată în primul rînd de factori structurali (densitatea particulelor de inhibitori, granularea, textura).

Pentru evidențierea modului cum acționează noțiunea asupra calității benzii, s-au studiat comparativ două sortimente de benzi: unul cu calitate superioară (H_2 după notația JIA) și unul cu calitate scăzută (H_1).

Pe probe prelevate din cele două benzi s-au determinat următoarele caracteristici:

- pierderile magnetice totale de 1,5 kcal (W_{10});
- ciclul de histerezis λ ;
- permeabilitatea magnetică μ_{10} ;
- câmpul coercitiv H_c ;
- rezistența la electricitate (ρ);
- procentul în volum de grăunți cu textură Goss (V_g);
- unghiul de rotire a direcției de laminare [100] de la direcția de laminare (φ°).

- intensitatea relativă a texturii planului (110) (I/I_0);
- mirinele grănoare.

Rezultatele determinărilor sînt prezentate în tabelul nr. 9

Tabelul 9

Proba Caracteristică	H_2	H_{10}
P_{10} [w/kg]	0,65	1,5
μ_{10}	1,04	1,61
$V_{(110)}$ [ool]	80,4	50,3
φ_0	4,6	8,6
ρ [$\mu\Omega\text{cm}$]	35	40,2
H_0 [mG]	65	115
H_0 [G]	1,68	1,12
I/I_0	4,5	2,9
mirino rezidual [mm]	4,5	0,5 - 2

În datele prezentate rezultă următoarele :

- parametrii magnetici totale diferă mult pe cele două clase de benzi. Intrucît gradinea benzii și rezistivitatea sînt aproximativ egale, rezultă că diferența este dată de variația pierderilor prin histerezis. Această afirmație este confirmată de aspectul curbelor de histerezis, care au o lățime (10) cu sită mai mare, cu oit pierderile totale sînt mai mari (fig. 70, 72). La aceeași permeabilitate magnetică și inducție de saturare se găsește și trecerea de la banda H_2 la banda H_{10} .
- volumul de textură (Vt) calculat prin metoda momentului magnetic scade de la 80,4 (H_2) la 50,3 (H_{10}). Aceste valori reprezintă media a 10 determinări pe probe diferite din aceeași bandă. Volumul de textură se corelează direct cu proprietățile magnetice, fapt ce rezultă din graficele prezentate în fig. 70, 74.
- gradul de perfecțiune a texturii, adică unghiul de abatere al direcției [ool] față de direcția de laminare crește de la 4 - 5° (H_2) la 8,6° (H_{10}). Figurile de poli obținute prin difracția razelor X prezentate în fig. 80, 82 se corelează cu gradul de perfecțiune a texturii. Distribuția intensității polilor {110} pe banda H_{10} ocupă o arie mai largă pe sfera de proiecție, adică textura este mai slabă, comparativ cu banda H_2 .

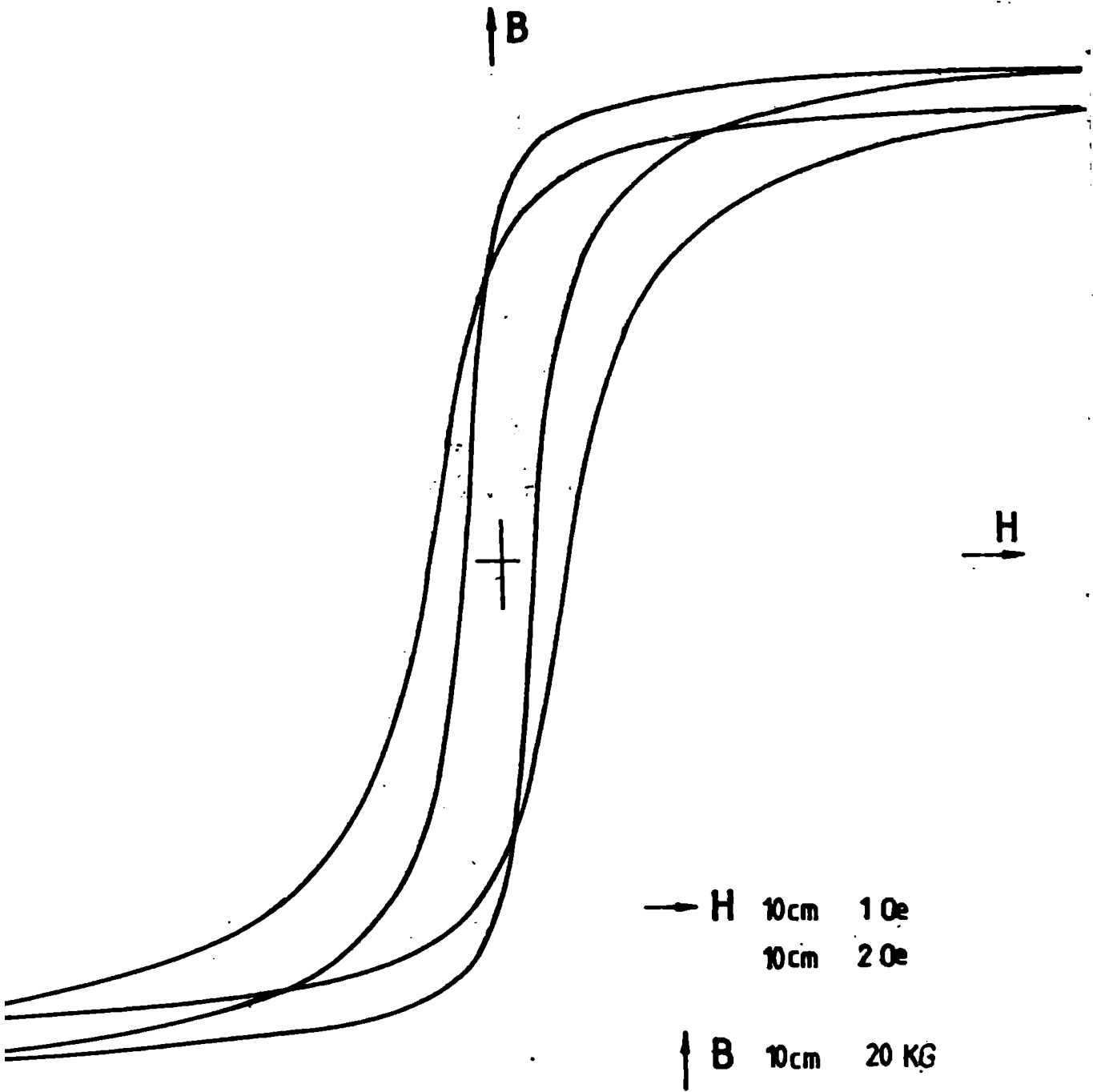


Fig.71 Ciclul histerezis pe banda M₅

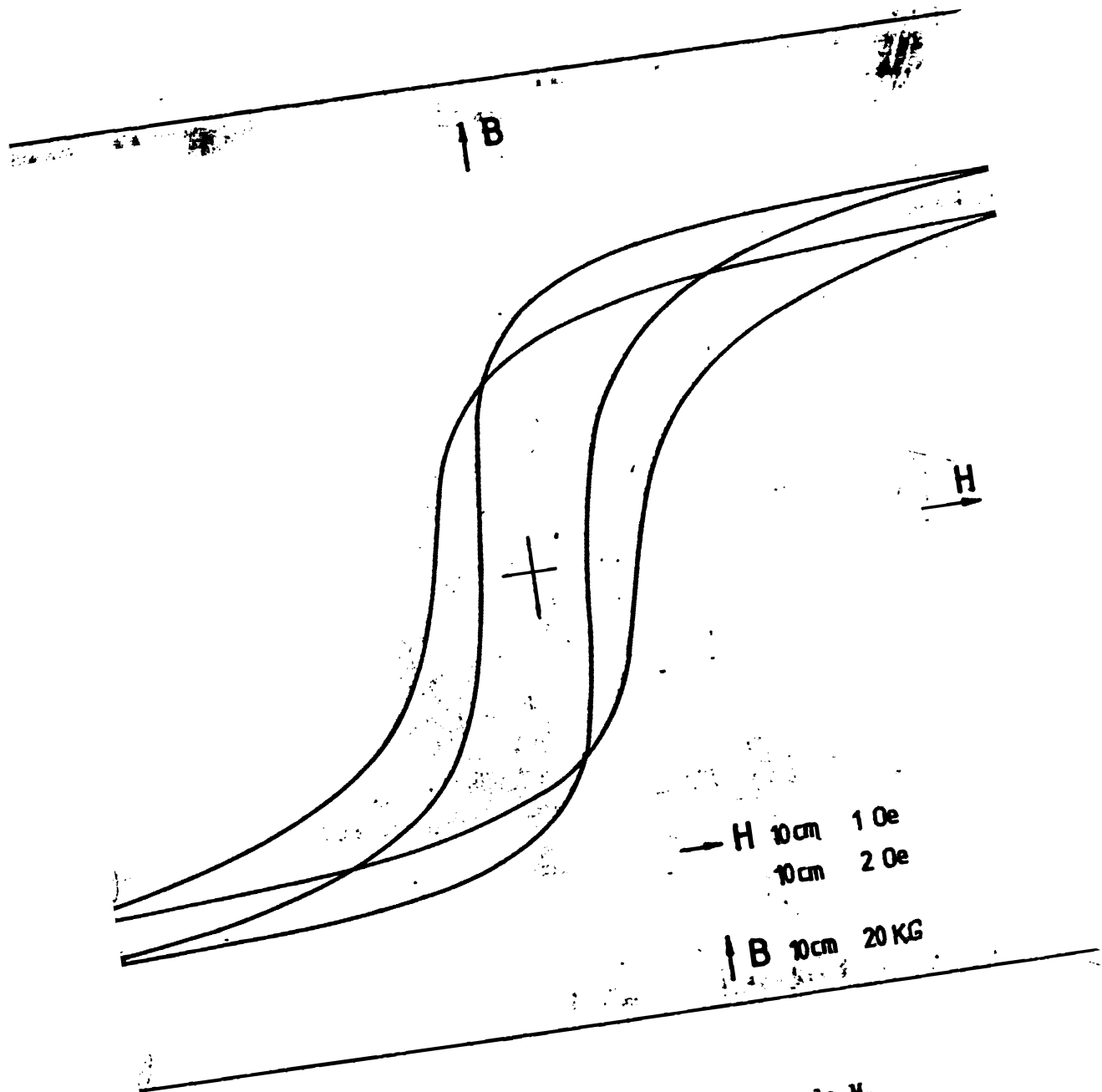


Fig.72 Ciclul histerezis pe banda M_{10}

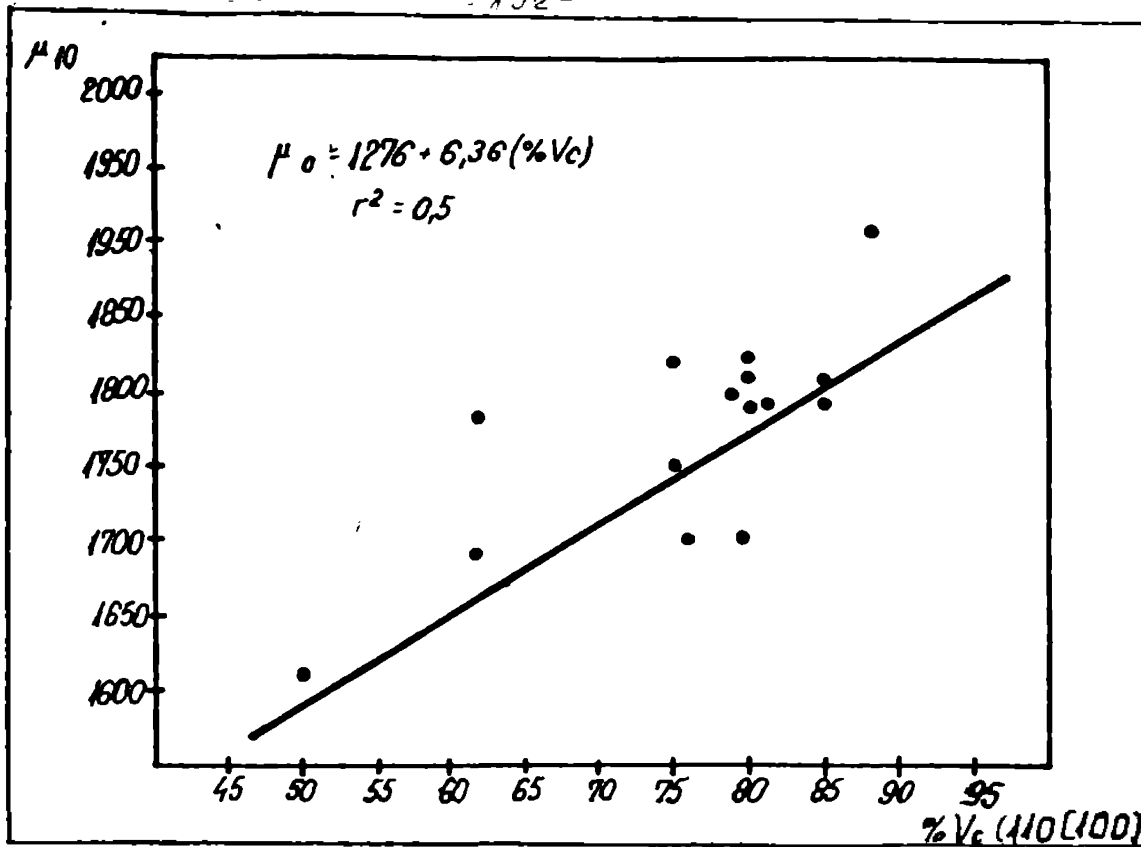


Fig.73 Corelația permeabilității magnetice μ_{10} cu volumul de textură GOSS

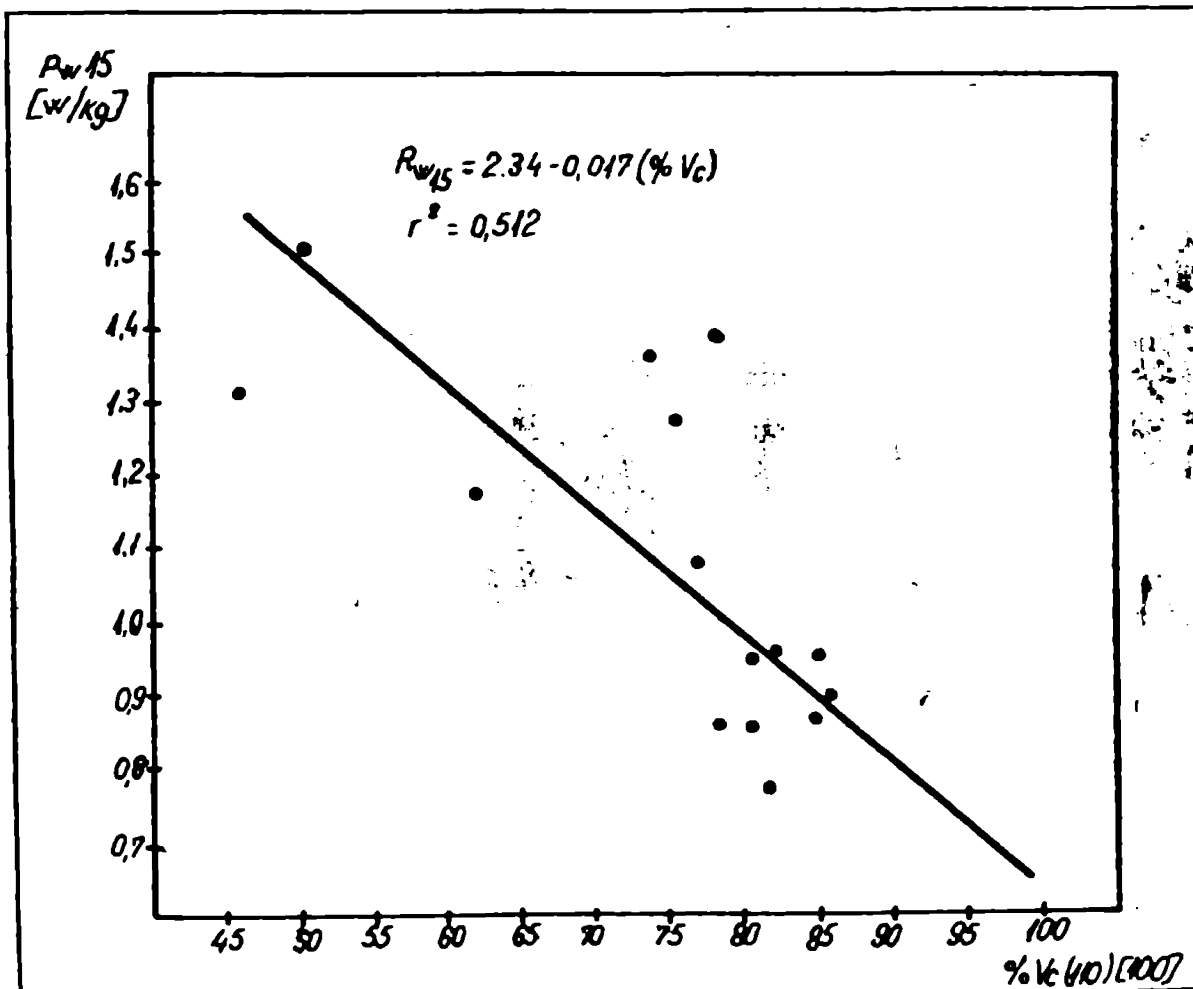


Fig.74 Corelația pierderilor magnetice cu volumul de textură GOSS

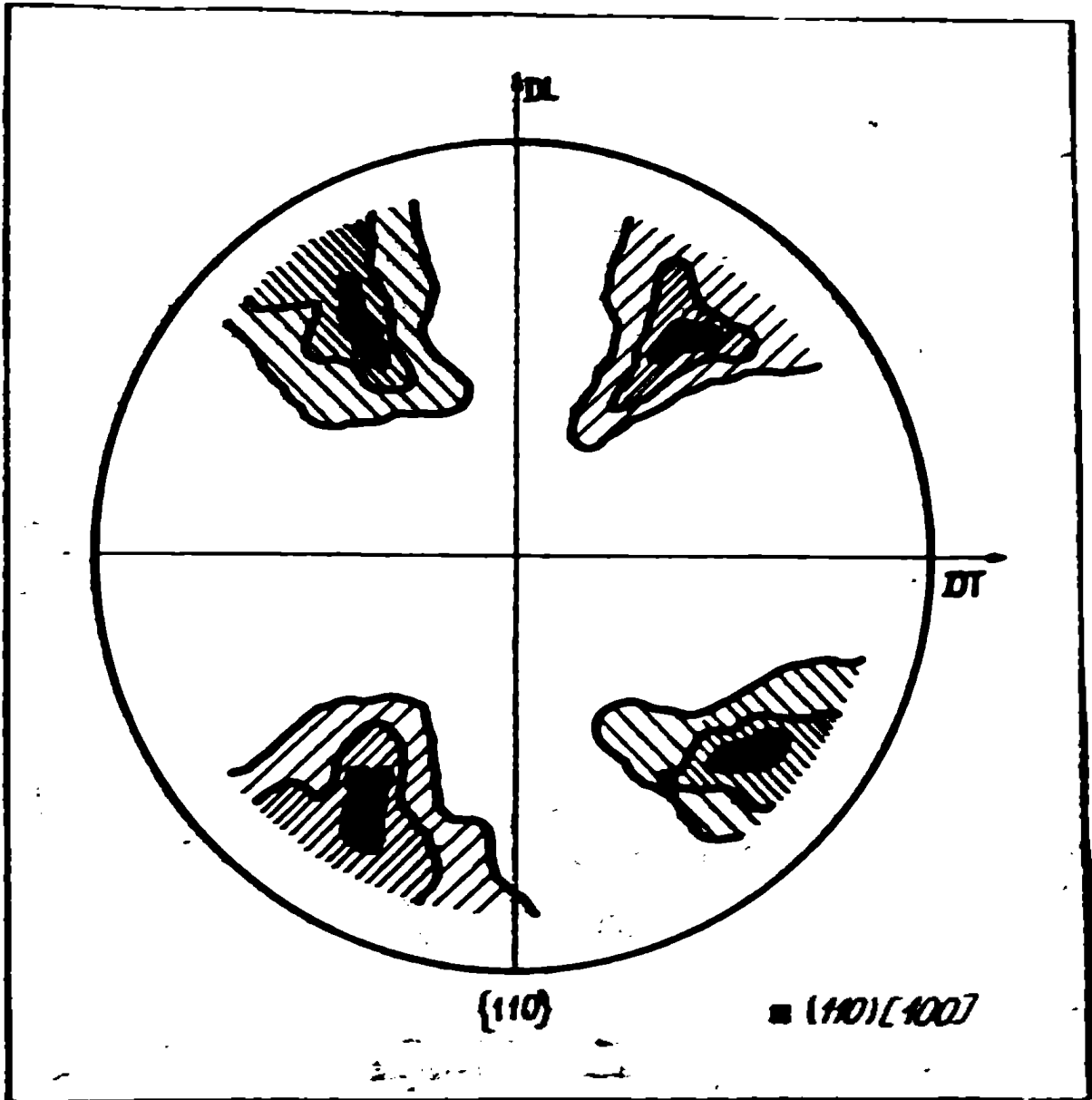


Fig.75 Figură de poli {110} pe bancă N_z

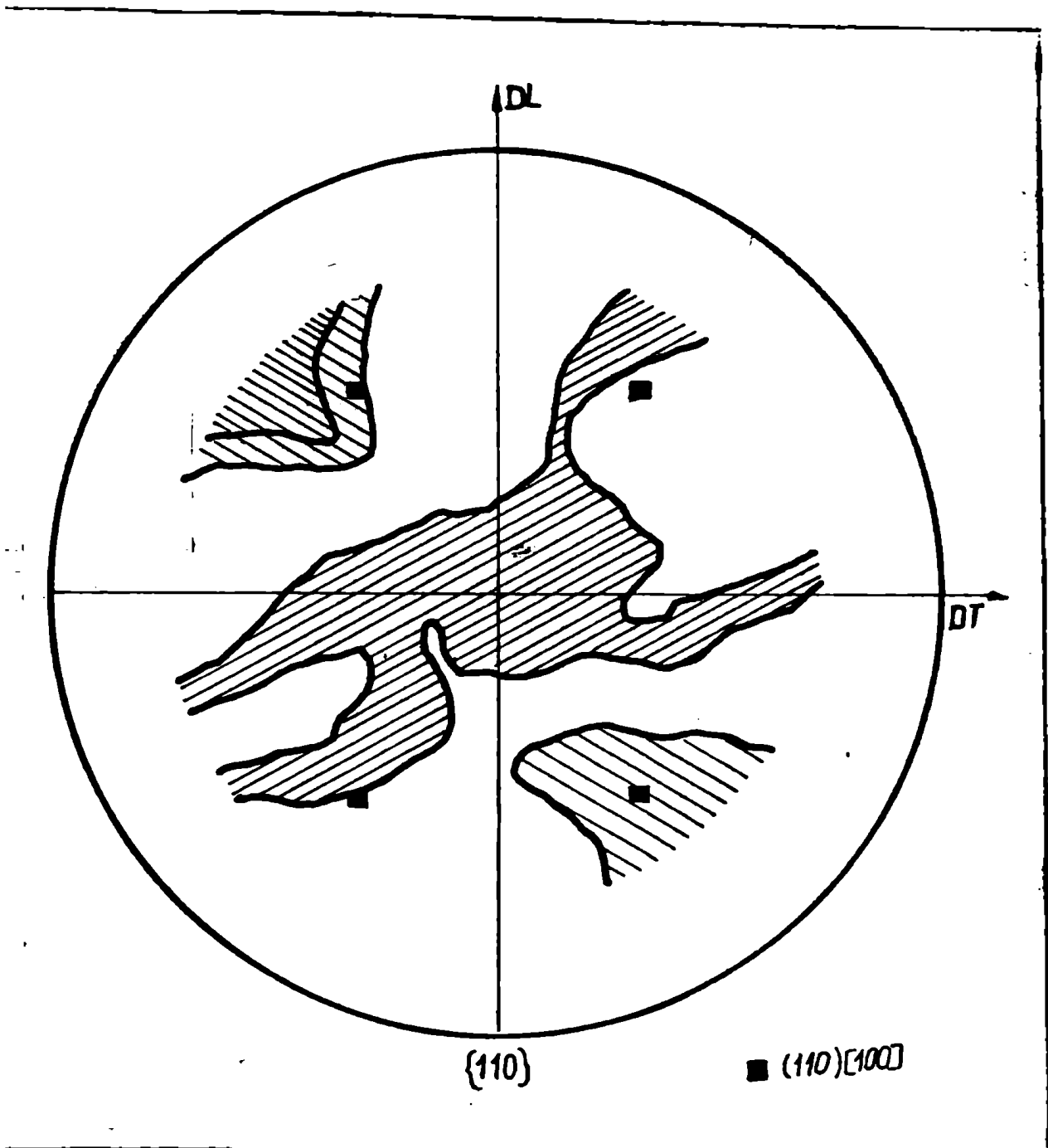
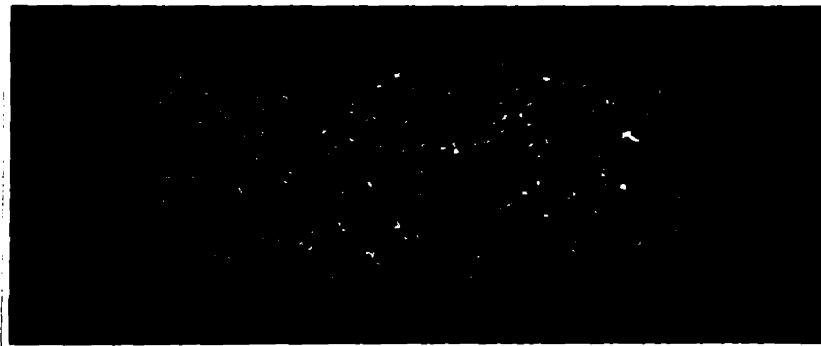


Fig.76 Figură de poli {110} pe banda M_{10}



a.

M₉



b

M₁₀

Fig.77 Aspectul macro al grănulației benzii finale:

a - bandă M₉;

b - bandă M₁₀.

De aceeași valoare intensității relative a planului (110) (raportul dintre intensitatea integrală a liniei 110 analizată și a celei a liniei pe o probă de pulbere Fe) dintr-o strânsă legătură cu gradul de texturare, înregistrăm valorile 2,4 (M_{10}) și 4,5 (M_7).

d) granulația influențează direct proprietățile magnetice. Se observă că la granulații mici (0,5-3μm pentru L_{10}) se înregistrează proprietăți magnetice mai alabe, deci, texturarea este ca banda fină și are o granulație mare. În fig. 77 se prezintă granulația mare pe cele două tipuri de benzi.

În concluzie, se poate spune că factorii structurali joacă un rol important în obținerea unei benzi de calitate care corespunde cerințelor cu implicații directe în economia națională.

Necesitatea obținerii unor benzi din oțel 100% și cu caracteristici superioare rezidă din următoarele considerații:

a- o bandă cu proprietăți magnetice superioare conduce la fabricarea unor transformatoare de înaltă putere cu greutate redusă, rezultând în final o economie de oțel.

b- utilizarea benzii de calitate conduce la economii în consumul energetic național, astfel, după cum s-a arătat mai sus, pierderile totale medii de la aproximativ 1,50 W/kg (M_{10}) la 0,85 W/kg. În cazul unor benzi de calitate. Aceasta înseamnă o economie de aproximativ 0,65 W/kg, raportată numai la un transformator de înaltă putere de 1 MVA conduce la economii de energie electrică de 2,4 %.

c- confecționarea transformatoarelor din benzi electrotehnice de calitate conduce de asemenea la creșterea competitivității pe plan internațional.

d- cel mai important aspect al fabricării benzilor electrotehnice îl constituie renunțarea efortului valutar național. În 1965 - 1986 se preconizează fabricarea a 2000000 tone oțel aliajat, din care aproximativ 1000000 tone vor fi utilizate în fabricația transformatorilor.

Efectuând un calcul simplu rezultă economia de:

$$1000000 \text{ tone} \times 15000 \text{ t} = 1.500.000.000 \text{ t}$$

Având în vedere că țara noastră are nevoie de aproximativ 1000000 tone oțel aliajat electrotehnice, se poate afirma că problema obținerii unei benzi de calitate din oțel 100% și cu granulații superioare, este o problemă majară a economiei naționale.

Cap. 4 Concluzii

Oplaturile electrotactice sînt materiale magnetice noi, care trebuie să aibă un ciclu de histerezis îngust, permeabilitate magnetică înaltă și pierderi mici la remagnetizare.

Se știe că magnetizarea și remagnetizarea feromagnetitelor cu conținut de anisotropie care diferă de zero în câmpuri albe, se produce în urma deplasării liniilor demanților.

Totodată, creșterea volumului demanților (vectorii de magnetizare M care au cel mai mic unghi cu câmpul magnetic exterior) este condiționată de demanții magnetice care sînt orientate sub un unghi mai mare față de câmpul exterior. În câmpurile mai înalte, atunci cînd este încheiat procesul de deplasare (sau unghiul concurențelor cu el) are loc rotirea vectorului de magnetizare M , astfel încît direcția lui se apropie de direcția câmpului exterior. Astfel, în câmpurile magnetice tehnice importante, în care se exploatează oplaturile electrotactice, procesul de magnetizare și remagnetizare se realizează în principal prin deplasarea grăunțurilor demanților.

Procesul de magnetizare a cristalelor uniaxialelor feromagnetice necesită diferite consumuri de energie în funcție de orientarea cristalelor. Din formula energiei anisotropiei magnetice, rezultă că pentru oțelul Fe-3 Al direcția magnetizării ușoare se reprezintă prin $[100]$, iar direcția magnetizării celor mai dificile prin $[111]$. Această $[110]$ ocupă în acest caz o poziție intermediară.

În banda cu textură "sub pe muchie" în majoritatea grăunțurilor una din axele de magnetizare ușoare $\langle 100 \rangle$ coincide aproximativ cu direcția laminării. În urma anisotropiei formei grăunțurilor, orientarea vectorilor M a demanților de-a lungul altor două axe de tip $\langle 100 \rangle$ este favorabilă față de planul benzii magnetice de aproximativ 45° nu este avantajoasă din punct de vedere energetic și de aceea în cazul texturii pe muchie, în fond, se obține predominant cristalele feromagnetice necorinate cu axele de demanți plane, paralele, orientate de-a lungul direcției de laminare. Ca urmare la magnetizarea și remagnetizarea benzii texturate în direcția laminării, se urmărește este procesul de deplasare a liniilor demanților, și nu procesul de rotire.

Din datele prezentate rezultă importanța mare a obținerii unei texturi cât mai perfecte.

Textura fină (110) [col] se obține în urma unui tratament de recristalizare coerență în cadrul unui proces de creștere energetică și preferențială a grăunțurilor. Mecanismul de formare a

structurii finale a constituit subiectul multor studii efectuate în decursul anilor și cu tot materialul experimental acumulat, au ajuns la o părere unanim acceptată :

Ce este ca una din condițiile principale ale constituției recrystalizării secundare cu formarea texturii (110) < 001 > constă în frânarea creșterii normale a grăunților.

Unul de inhibitor al creșterii normale a grăunților îl au incluziunile de MnS . Din punct de vedere termodinamic, frânarea creșterii grăunților cu incluziuni necritice se datorează faptului că ocuirea de către limită a particulei străine ducă la creșterea întinării suprafeței într-o fază grăunțe-incluziuni și se usurează la creșterea energiei superficiale a grăunțului în creștere.

Accest fenomen are loc în timpul procesului de recrystalizare primară care are de asemenea un rol important în obținerea structurii finale.

La lucrarea de față s-a urmărit evoluția fenomenelor ce au loc în timpul procesului termic electrotehnice din oțel aliat, fenomen ce are loc la obținerea texturii GOSU.

Pentru aceasta experimentările efectuate au urmărit două aspecte : a) evoluția texturii materialului începând cu deformarea la cald și terminând cu recrystalizarea secundară; b) evoluția inhibitorului pe parcursul formării și dezvoltării texturii GOSU.

Acceste aspecte au fost analizate și de alți cercetători dar spre deosebire de lucrările apărute în literatură de specialitate care cuprind studii efectuate pe modelele lucrând în direcții preferențiale, în lucrarea de față experimentările au fost efectuate pe material policristalin; din această cauză rezultatele obținute sînt uneori în contradicție cu datele publicate în literatură, dar ele trebuie interpretate ținînd cont de complexitatea structurii unui material policristalin de interferențele acțiunii reciproce a cristaloilor. Mai mult, materialul după experimentările care lăsează de pe fluxul industrial de fabricație, din această cauză se poate afirma că rezultatele obținute, pe lângă aspectul științific și teoretic au și un caracter practic deoarece în valoarea lor de reglare și abaterile datorate influenței parametrilor de lucru a instalațiilor din fluxul industrial de fabricație. Cu alte cuvinte materialul studiat este materialul procesat industrial înscut cu toate influențele negative ce pot apărea datorită posibilității reduse de a obține și controla toți parametrii de lucru într-un flux industrial față de o instalație de laborator.

Avantajul unor astfel de experimentări constă în faptul că rezultatele obținute sînt foarte apropiate de realitate și cu olinia astfel fără verificării industriale, fapt obligatoriu unei lucrări științifice.

În ceea ce privește lucrarea de față studiul afectează oare prezentat în două părți cuprind fiecare o parte din subcapitole.

În capitoul I se prezintă un studiu documentar privind stadiul actual al cercetării și fabricației benzilor din oțel alia-cios cu grăunți orientați. Sînt în discuție proprietățile magnetice pe care trebuie să le aibă banda fină și se prezintă succint principiile metalurgice de fabricație a oțelului alia-cios cu grăunți orientați (capitolul 1.1) se fac referiri la gradul de deformare (0,27-0,30%), la mărimea grăunților (fin) la gradul de orientare al grăunților (70-80.) la obținerea texturii cristalografice (110) < 001 > la influența factori metalurgici (inhibitorul) în structură.

În continuare se prezintă parametrii tehnologici folosiți la fabricarea benzilor din oțel alia-cios cu grăunți orientați în varianta sulfidică (capitolul 1.2.). Principial, tehnologia de realizare a ben-zilor trebuie să respecte următorii parametri:

- alegerea în compoziția oțelului a elementelor care funcționează sau sau dăd în cantitate optimă pentru a putea juca rolul de inhibitori $S \sim 0,02\%$ și $Mn/S \sim 1,7\%$,
- încălzirea pentru laminarea la cald trebuie să se facă la temperaturi la care faza secundară este complet dizolvată în masa de bază a oțelului ($1400^\circ C$);
- în timpul și după laminare, benzile trebuie răcite rapid în inter-valul în care faza secundară precipită ($1200 - 900^\circ C$). În urma ră-cirii rapide, faza secundară de dimensiuni submicroscopice se ob-ține fără să apară în toată masa putînd juca un rol activ la re-orientare.
- gradul de deformare la laminarea la rece se alege astfel ca planul și direcțiile cristalografice care urmează să funcționeze textură, să aibă maximum de energie immagazinată la deformare. Din datele publi-cate în literatură rezultă că gradul de deformare optim pentru benzi electrotehnice cu textură "sub pe unchi" este de 50-60%.
- încălzirea pentru recristalizarea secundară trebuie să se facă la temperaturi care să permită dizolvarea inhibitorului și creșterea potențială a grăunților orientați. Practic, încălzirea pentru recrista-lizarea secundară se face la $1100-1200^\circ C$.

În capitolul 1.3. se prezintă pe larg bazele teoretice ale formării texturii cristalografice la recritalizarea otelului cu Ni₃. În decursul deceniilor se au trecut de la începutul olobeării otelului cu texturi "cub pe muchie", s-a acumulat un bogat material experimental care permite să se facă oarecât de corect condițiile de obținerea texturii otelului pentru transformatori. Cauzile creșterii colective a grăunților "cub pe muchie" la recritalizarea oțelurilor se poate să a-mun fi sunt multe preocupări, rămân până în prezent neclărite. În materialul documentar prezentat în acest capitol, se depreciază următoarele concluzii:

- structura orientată (110) < 001 > se obține în urma unui tratament termic de recritalizare oțelurilor (1100-1200°C) în cadrul căruia are loc o creștere preferențială a grăunților;
- recritalizarea oțelurilor, spre deosebire de recritalizarea primară care se dezvoltă în principal energiei de deformare lanțușă în timpul deformării la rece, se desfășoară numai pe urma scăderii energiei superficiale a limitelor, grăunții crescând în direcția concavității limitelor;
- un rol important în procesul recritalizării oțelurilor îl joacă particulele de inhibitori care practic înlocuiesc creșterea grăunților în timpul recritalizării primare.

La temperaturile înalte la care se desfășoară recritalizarea oțelurilor, aceste particule se dizolvă și acțiunea lor inhibitoare se arecșionează treptat până la anihilare.

În capitolul 2 sânt prezentate metodele de lucru utilizate la efectuarea experimentărilor și interpretarea rezultatelor obținute. De remarcat utilizarea unor tehnici avansate de lucru și aparatură modernă de investigații: studiul texturii prin difracție de raze X, tehnica figurilor de poli, studiul prin microscopie electronică de tranșă pe folii și folii, simularea regiunilor texturice în microscop și studiul transformărilor structurale pe probe "in situ"; utilizarea elementelor de statistică matematică la interpretarea rezultatelor, folosirea metodelor comparative de analiză.

Se menționează faptul că această lucrare conține ca element de nouitate în ceea ce privește mijloacele de investigație utilizate în țară până în prezent, studiul modificărilor structurale la încălzirea otelurilor prin utilizarea și vizualizarea lor directă pe probe pe tot parcursul încălzirii.

Acest lucru a fost posibil utilizând un dispozitiv special construit pentru încălzirea foliei de otel și observarea directă în microscopul electronic de tranșă.

Neajunul metodei constă în faptul că având la dispoziție un microscop de putere relativ mică (100 KV) foliile transparente nu pot depăși o grosime de aproximativ 1000 Å și deci se dispune de un volum foarte mic de studiu; mai mult, în acest volum redus unele transformări structurale, cum ar fi de exemplu germinarea, nu se pot produce în totalitate. De asemenea, nu se pot atinge temperaturi superioare temperaturii de 800°C, ca urmare procesul de recristalizare secundară nu poate fi studiat în microscop.

Cu toate aceste limite, metoda folosită a dat posibilitate obținerii unor date importante referitoare la desfășurarea unor procese la scară microscopică, cum ar fi de exemplu formarea celulelor de dislocații, poligonizarea, formarea sublimitelor, apariția subgrăunților, etc.

În capitolul 3 sînt prezentate pe larg experimentările efectuate pe oțelul Fe-3% Si procesat în tehnologia de fabricare a benzilor electrotehnice cu grăunți orientați.

Pe banda laminată la cald și normalizată s-a obținut componente de textură (320) [100] și (110) [100] preponderentă fiind ultima. Observînd aceste rezultate cu micrografiile structurii benzii se observă că la suprafața benzii există o structură de recristalizare, probabil datorită contactului cu cilindrii la laminare. Din această cauză apare majoritară componenta de recristalizare.

În timpul deformării, sistemele de alunecare se roteesc astfel încît să ajungă în poziția cu factorul Schmid mare. Pentru structura cristalină C.V.L. factorul Schmid mare corespunde sistemului de alunecare (110) [111], (111) [111]. Este deci de așteptat ca în materialul deformat să se găsească textura de tipul (111) [111]. Analizînd textura benzii deformate la rece cu diferite grade de deformare prin metoda figurilor de poli, s-au pus în evidență componentele (100) [100], (111) [110], (112) [110] și (111) [111] se menționează faptul că determinarea componentelor de textură nu s-a făcut direct pe banda deformată la rece, ci după aplicarea unui tratament de recobocire. Acest fapt a condus la obținerea unei stări de recristalizare corespunzătoare unui anumit grad de deformare. Din această cauză în textură avem atât componente de deformare cît și componente de recristalizare.

Pentru a evidenția modul cum se formează textura de recristalizare primară s-a studiat procesul de recristalizare prin intermediul ajutorului microscopiei electronice. În vederea obținerii unor informații cît mai detaliate, s-a simulat procesul de recristalizare prin

să prin încălzirea probei în microscop .

Datele obținute au fost completate cu studii efectuate pe probe supuse unui tratament de recristalizare în atmosferă controlată.

Analiza efectuată a pus în evidență structura celulară a materialului deformat : zone foarte mici de material cu rețea redistorionată, de diferite orientări, despărțite prin pereți de dislocații, alcătuiind așa zisa structură în mesaie.

La încălzirea materialului, rețeaua cristalină se relaxează prin mișcarea dislocațiilor ; celulele cresc în dimensiune și în urma procesului de poligonizare a dislocațiilor, se transformă în subgrăunți care ulterior devin grăunți.

De asemenea, s-a evidențiat structura în benzi (zone cu densitate diferită de dislocații). La temperatura de recristalizare primară dislocațiile din aceste zone se aliniază formând limite la unghiuri mici.

O dată cu dezvoltarea grăunților echiaxi, limitele la unghiuri mici trec în limite cristalizate la unghiuri mari. În ceea ce privește orientarea grăunților în stare deformată la rece apare majoritară componenta $(\bar{1}11) [211]$.

La încălzire în timpul recristalizării primare această componentă se generalizează prin transformarea componentelor alabe, ca de exemplu $(11\bar{3}) [\bar{4}11]$ care trece în $(\bar{1}11) [211]$. Mai mult, procesul de apariție a fazei noi (germinarea și creșterea subgrăunților) este evidențiat pe plane de tip $(\bar{1}11) [211]$.

În cadrul procesului de recristalizare primară s-a evidențiat și existența unor grăunți (100) și (110) caracteristici texturii de recristalizare secundară. $(110) [001]$, $(100) [001]$.

Se poate afirma deci că în cazul procesului de recristalizare primară apar geranii structurii de recristalizare secundară. De asemenea un rol important îl are componenta $(\bar{1}11)[211]$ care se formează în timpul deformării la rece, deoarece se știe că orientarea $(110) [001]$ se obține din $(\bar{1}11) [211]$ prin rotația cu un unghi de $+35^\circ$ și -35° în jurul axei comune. $[1\bar{1}0]$.

Faptul că grăunții de orientare $(110) [001]$ nu se dezvoltă în cadrul procesului de recristalizare primară este pus pe seama existenței particulelor de incluziuni "structural active" și cunoscute și sub denumirea de inhibitori. Acestea se găsesc sub formă de particule fine, uniform distribuite în matrice.

Experimental s-a constatat că incluziunile cu rol activ

sunt de forță efectivă cu raza medie de circa $300 - 350 \text{ \AA}$, și cu o densitate medie de $10^{12} - 10^{13} \text{ p/cm}^2$. În încălziri superioare, în domeniul $900 - 1200^\circ\text{C}$, particulele își modifică forma, dimensiunile și densitatea, o dată cu dezvoltarea texturii "cub pe cubic" densitatea de particule scade (peste particule mari de forță poligonală). În jurul temperaturii de 1300°C se are loc trecerea (iar particulele cu raza medie de circa 1000 \AA și o densitate de 10^9 p/cm^2).

La această temperatură nu se mai poate vorbi de o acțiune de inhibare și împiedicării de extinderea creșterii colective a granulelor.

Modul cum acționează particulele stimulatoare preferențial creșterea granulelor (ile) [col] nu este încă cunoscut. S-au emis mai multe teorii și ipoteze dar nici una nu a reușit să dea o explicație satisfăcătoare. Este necesar un studiu mai profund cu tehnici de lucru mai avansate.

În ultima parte a lucrării se face o corolare a caracteristicilor structurale și cristalografice ale bonnelor propriu-zise magnetice finale. În studiul comparativ pe două clase de calitate rezultă următoarele :

- volumul de textură 600% , gradul de perfecțiune al texturii și granulația finală influențează direct proprietățile magnetice (permeabilitatea magnetică, ciclul de histerezis, pierderile magnetice totale);
- obținerea unor benzi de calitate conduce la fabricarea unor transformatoare de putere cu pierderi mici și gabarite mici, cu un consum redus de energie electrică și de metale;
- fabricarea bonnelor electrotehnice și de calitate conduce de asemenea la reducerea costului valorii naționale.

B I B L I O G R A F I E

- /1/ Transactions of I.S.I.J. Japona, vol.17 p.604-610
- /2/ I.L.E.S. Transactions on Magnetics, IUA, vol. IAG 14 sept.1970
p.350-356
- /3/ Letman H, Metal Trans, IUA, nr.6A, mai 1975, p.1041
- /4/ Oțeluri electrotehnice-Centrul de documentare și publicații
tehnice al Industriei Metalurgice 1971
- /5/ B.V. Molotilov - Julful în oțelurile electrotehnice
- /6/ Austin J - "New Thoughts on Crystallization"
Metal Progress, mai 1963
- /7/ Cahn R - Recrystallization, Grain Growth and Coarsure, AEM
Seminar Series
- /8/ Dotert E, Zolb J - Trans AEM, 233, 1(1961)
- /9/ Bailey J, Hirsch P - Proc Roy Soc 267, A 11(1962)
- /10/ Cahn J, Li - Jour Appl.Phys, 33, 2950 (1962)
- /11/ Hurley, Turnbull D - "Recrystallization and Grain Growth in
Metals" Prog.in Metal Phys,3,220 (1958)
- /12/ Aust H, Dunn G.G.-Journal of Metals 1957, v.9 Nr.4, p.472
- /13/ Nielsen L.P.-Trans AEM, 1954, v.200 Nr.8, p.1084
- /14. Decher B, Hoster D - J.Appl Phys 1951, v.22 p.900
- /15/ Dunn G - Cold working Metals AEM, 1949 v.2 p.113
Acta Metall (1953) v.1 p.163 (1954) v.2 p.173
- /16/ Hoster I, Aust K.T. - Trans AEM 1960 p.215 p.602
- /17/ Fizicosec metalogenie Pod red. R.Cana, t.34, IIR 1968
(lb.ruc)
- /18/ Ort E , Rotor Dj, V. ob. "Sverhoistic metali", I-Metalurgia
1966, n.105, n.123 (lb.ruc)
- /19/ Kohara J, Bock P - J.Appl Phys.1960 v.29. p.1125
- /20/ Aust K.F., Rutter J- Trans AEM, 1962, v.224 p.111
- /21/ Dotert E - J of Metals, 1960, Nr.1 p.32
- /22/ Bocolov B.L. i drg.-Coardioves, Crijnac iedstaliotvo, 1968,
n.74 (lb.ruc)
- /23/ Briuhator H.L., Lagida R.M.-Fizica metalov i metalogenie
1960, t.26, nr.4, n.664 (lb.ruc)
- /24/ Avramov In.,C i drg.-DAN JURN, 1965, t.165, nr.2 n.316
(lb.ruc)
- /25/ Brown J.R.-J.Appl Phys, 1960, v. 9. p.399
- /26/ Matsumoto Akiochi-Trans. I.IJ 1967, v.7. nr.5 p.238

- /27/ Dorodkina M.M. - *Zavodskaya laboratoria*, 1962, t.28 nr.6
s.608 (ib.rusd)
- /28/ Vanerman G., Jerven I - *Tecsturi metaliceestih materialov*,
M.Metallurgia, 1966 s.654 (ib.rusd)
- /29/ Schulz L.G - *J.Appl. Phys.* 1949, v.20 Hall, p.1030-1033
- /30/ Dragg R.H., Peckar C.L. - *J.Appl Phys* 1964, v.35 nr.5, p.1322
- /31/ Spector E.N. - *Zavodskaya laboratoria*, 1970, t.36 nr.8
s.959 (ib.rusd)
- /32/ Dorodkina M.M., Pucin V.J. - *Zavodskaya laboratoria*, 1971,
t.37, nr.9 s.1105 (ib.rusd)
- /33/ R.L. Bosorth - *Physical Review*, vol. 50 p.1076
- /34/ R.L. Bosorth - *Physical Review*, vol.42 p.002
- /35/ R.L. Bosorth - *Electrical Engineering (AIEE)* vol.54 p.1251
- /36/ L.P.Taranov and P. Litter - *Physical Review*, vol.52 p.355
- /37/ L.P.Taranov - *Physical Review*, vol 96, p.1251
- /38/ J.L. Hay, D.Turnbull - *Cross. An Inst.Min.*, 212 (1958) p.709
- *J.Appl. Phys.* Suppl. 30 (1959) p.2205
- /39/ J.O.Flowers, J.P.Earns - *J.Appl. Phys.* 38 (1967), p.1065
- /40/ B.V.Kolotilov, T.N.Lanochkina - *Jur.Akad.Nauk SSSR*, seria
Fiz.34 (1970) p.356
- /41/ W.L.Swift - *Metal. Trans.* nr.4 (1973), p.153
- /42/ G.L. Greenwood - *Acta Met.* nr.4 (1956), p.293
- /43/ V.Ya. Goldstein, R.D.Gerschman, G.A. Jurevich - *Jur. Akad.Nauk*,
SSSR, seria Fiz.43 (1979) p.1407
- /44/ W.L.Swift - *Metal. Trans.* nr.4 (1973), p. 841
- /45/ J. Flowers - *JEEB Trans. of Mag et. Mag.* 19 (1979), p.1601
- /46/ J.Svejcar, E.Dorosil, P.Pall, P.Hasty - *Jour. Mag. and Mag.*
Materials 19 (1980) p.45
- /47/ O Aasel, G.Bonan - *Dislocatiile si frecarea interfaei la metale*
Ed. Pina 1974
- /48/ Deool Hall, - *Introduction to Dislocations*
- /49/ *Teoria obrabotki teostur v metalah i oplavah*
- Moskva 1979 (ib.rusd)
- /50/ J.L. Altor, E.F. Koch - *Acta Metallurgica*, vol.10, 1962
- /51/ C.J.Barret - *Trans. Amer Inst Min. (Metall) Engre* 135
(1939), 137 (1940), 147 (1942)
- /52/ Hoon In - *Acta Metallurgica* vol.10 (1962) p.1212
- 53/ Bi-ichi Furubayashi - *Transactions JIIS*, vol.2 (1909) p.222
- /54/ H.Dujita - *J. Phys. Soc. Japan*, 16 (1961) p.597
- /55/ J.L. Baylay - *Electron Microscopy and Strength of Crystals*
(1963) p.535
- /56/

- /56/ K. P. Andrews - Interpretation of Electron Diffraction Patterns
- /57/ J. P. Binington - Practical Electron Microscopy in Materials
- /58/ S. Amelinckx - The Direct Observation of Dislocations
- /59/ Takashi Hatano - Transactions JIJ, vol.7 (1967) p.19
- /60/ H. C. Pridler - Transactions of the Metallurgical Society of AIME, vol.230 (1964) p.95
- /61/ Sadami Saito, Ei-ichi Furubayashi, Shin Ichinashi - Transactions JIJ, vol.7 (1967) p.95, vol.6 (1966) p.290
- /62/ Yuzio Inohara, Chisako Masuda, Yo Ito Hiroshi Shiozaki - Transactions JIJ vol.23 (1963) p.440
- /63/ Koh Hatamura, Akio Kurada - Transactions JIJ vol.13 (1973) p.174
- /64/ Takashi Hatano - Transactions JIJ vol.8 (1968) p.410
- /65/ E. V. Phillip, R. E. Loebart - Transactions of the Metallurgical Society of AIME, vol.221 (1961) p.439
- /66/ W. R. Hubbard Jr. W. R. Fully - Transactions of the Metallurgical Society of AIME, vol.221 (1961) p.356
- /67/ L. N. Stetskoilov 1 Arg. - P.M.E. (1972), nr.1 p.196 (ib. read)
- /68/ H. B. Firlin - P.M.E. (1972) 3.34 p.361 (ib. read)
- /69/ A. V. Saybolt - Transactions of the Metallurgical Society of AIME (1959), vol.215, p.756
- /70/ C. G. Dunn, J. L. Walter - Journal of Applied Physics vol.30 (1959) p.1067
- /71/ C. G. Dunn - Journal of Applied Physics - vol.30 (1959) p.850
- /72/ P. K. Koh - Transactions of the Metallurgical Society of AIME vol.215 (1959) p.1043
- /73/ J. L. Walter, C. G. Dunn - Transactions of the Metallurgical Society of AIME vol.215 (1959) p.465, vol.218 (1960) p.1033
- /74/ P. K. Koh, C. G. Dunn - Transactions of the Metallurgical Society of AIME vol.218 (1960) p.68
- /75/ Huan Hu - Transactions of the Metallurgical Society of AIME vol.215 (1959) p.330
- /76/ H. C. Pridler - Journal of Applied Physics vol.39 (1959) p.361
- /77/ R. D. Apples - Transactions of the Metallurgical Society of AIME vol.215 (1959) p.986
- /78/ H. F. Ash, R. F. Koch, C. G. Dunn - Transactions of the Metallurgical Society of AIME vol.215 (1959) p.90
- /79/ D. Bally, Gh. Pirva, I. Popired, J. Constantinescu - Metalurgia nr.6 (1961) p.253
- /80/ G. D. Rieck - Metallurgical Transactions vol.2 (1971) p.349

- /81/ J. J. Millins - Acta Metallurgica vol.6 (1958) p.414
- /82/ P. Rowland - J. Inst. Metals, vol.12 (1974) p.455
- /83/ L. E. Jetter, R. O. Williams - J. Appl. Phys., vol.29 (1956) p.368
- /84/ S. S. Goralik - Recrystallization of metals i splavov, M. Metallurgia (1967) (ib. russ)
- /85/ A. V. Gurlov, M. Replitski - Temperaturnaia microscopia metallov i splavov, M. Nauka (1974) (ib. russ)
- /86/ J. T. Beaman, J. A. Charles - Iron and Steel Institute vol.210 (1972) p.76
- /87/ J. T. Beaman - Acta Metallurgica vol.5 (1967) p.101
- /88/ A. Clouet, G. Durand - J. Appl. Crystallogr., vol.8 (1975) p.589
- /89/ Recovery and Recrystallization of Metals" Ed. by H. Medalia New York, Interscience Publ., (1963)
- /90/ J. H. Paoletti - "Recrystallization of Metallic Materials (1978) p.40
- /91/ Bagita, J. - J of Metals, vol.9 (1971) p.17
- /92/ Inogaki H, Tada S - "Texture", 1, 1972, p.129
- /93/ Kotcharova J. K. - Fizika metallov i metallovedenie 1968 p.14
- /94/ Matsushita T - Transactions JIM, vol.8 1968, p.409
- /95/ Aronson B, Granbo L - Metallurgical Transactions, vol.2 (1971) p.1087
- /96/ Entenman B. H., Kavada I, - Trans. JIM vol.13 (1973) p.174
- /97/ Michre S, Berman G, Ilich R - Acta Metallurgica, vol.32 (1984) p.2115
- /98/ Goralik S S - "Recrystallization" in Metals Alloys (1978) p.383
- /99/ Gorbachev V, Molotilov B, Sosnits V, - Fizika metallov i metallovedenie, 1970, p.29 (ib. russ)
- /100/ Lifshits B. G., Novikov V, Roschina S. V. - Fizika metallov i metallovedenie (1972) p.34
- 101/ R. J. Malinaia i drg. - "Ciorniaia metallurgia" t.11 (1978) s.147 (ib. russ)
- /102/ R. J. Malinaia - "Ciorniaia metallurgia" t.1 (1981) s.83 (ib. russ)
- /103/ D. G. Lisovits, R. J. Malinova - "Ciorniaia metallurgia" t.5 (1978) s.106 (ib. russ)
- /104/ B. G. Lisovits i drg. - "Ciorniaia metallurgia" t.2 (1978) s.129 (ib. russ)
- /105/ B. H. Malandina i drg. - Fizika metallov i metallovedenie, t.49 (198) s.590 (ib. russ)

- /106/ L. Graf - Ciencia metalurgica 4.5 (1981) n.104 (1b.rus1)
- /107/ J.S. Kirkaldy, P.H. Smith, R.C. Shuman - Metallurgical Transactions vol.4 (1973) p.629
- /108/ L. Graf - Ciencia metalurgica 4.51 (1981) n.352 (1b.rus1)