

# “Über einige Eigenschaften dünner Folien aus Werkstoff Fe-3,4 % Si”

Von

Natsuo HATTA\* und Christoph PAVLIDIS\*\*

(Received December 28, 1974)

## Inhaltsangabe

Gegenstand der vorliegenden Arbeit ist die Ermittlung des Zusammenhanges zwischen Foliendicke und Eigenschaften einer Dynamogüte. In erster Linie wird hier dem Probendickeneffekt und Gefügeausbildung sowie deren Einfluß auf die Festigkeitskennwerte und E-Modul das Augenmerk gewidmet. Die Ergebnisse können wie folgt zusammengefaßt werden.

1) Dünne Folien aus dem Werkstoff Fe-3,4% Si haben, unabhängig von den Herstellungsbedingungen, eine mit der Dicke stetig abnehmende Korngröße. Ab einer Foliendicke von etwa 40  $\mu\text{m}$  entspricht der Korndurchmesser annähernd der Probendicke bei gleichzeitig fallender Tendenz der Korngröße.

2) Die Wahl unterschiedlicher Schlußglühbehandlungen unterhalb der Foliendicke von etwa 30  $\mu\text{m}$  keinen nennwerten Einfluß mehr.

3) Streckgrenze, Zugfestigkeit und Bruchdehnung fallen mit fallender Foliendicke und Korngröße ab. Der Abfall dieser Kennwerte ist bei Foliendicke < 150  $\mu\text{m}$  besonders stark ausgeprägt.

4) Die Folien mit einer Dicke von über 100  $\mu\text{m}$  weisen eine mehr oder weniger deutlich ausgeprägte Goß-Textur auf ((100) [001]). Mit abnehmender Foliendicke unterhalb dieser Grenze nimmt der Anteil der (111) [112] ab und der (112) [110] Walztextur immer mehr zu.

5) Mit zunehmender Foliendicke steigt bei den kaltgewalzten Proben der E-Modul an, während bei den weichgeglühten ein umgekehrter Verlauf vorliegt. Nahezu gleiche Werte wurden für beide Behandlungen bei Dicken unter 50  $\mu\text{m}$  ermittelt.

## 1. Einleitung

Über das Verhalten der Eisen-Silizium-Legierungen beim Walzen und rekristallisierenden Glühen wurde verschiedentlich berichtet<sup>1-6</sup>). Insbesondere die Ausbildung von Texturen und deren Einfluß auf die magnetischen Eigenschaften wurden dabei untersucht. Es wurden allerdings hauptsächlich warm- und kaltge-

\* Institut für Wissenschaft und Technologie von Mineralien.

\*\* Amtliche Materialprüfanstalt für Verformungskunde und Walzwerkswesen, Clausthal/Deutschland.

walzte Bänder verwendet, deren Dicke wesentlich größer als bei Folien war.

Bei der Herstellung von Folien ist durch die hohe Gesamtformänderung mit einem entsprechend starken Einfluß der Verformung selbst zu rechnen<sup>7)</sup>. Mit steigender Kaltverformung bildet sich dabei immer stärker eine Kaltwalztextur (111) [112] aus<sup>8)</sup>.

Die Texturausbildung bei Folien ist davon abhängig, ob bei der Herstellung mit oder ohne Zwischenglühungen verformt wird.

Neben den Einflüssen von Verformung und rekristallisierendem Glühen ist weiterhin der Probendickeneffekt zu beachten, da bei Folien die Blechdicke sich den Korngrößenabmessungen annähert. Die Blechdicke beeinflusst die Rekristallisation derart, daß die Sekundärrekristallisation infolge von Kornwachstumshemmung durch den Probendickeneffekt und zudem durch Wachstumsektion durch Oberflächenspannungsunterschiede erfolgt<sup>9)</sup>. In weiteren Arbeiten<sup>10~12)</sup> wird der Probendickeneffekt erwähnt. Nach W. Köster und M. O. Speidel ergibt sich bei sehr dünnen Proben eine Grenze für die Gültigkeit der Hall-Petch-Beziehung, da sich im Querschnitt nur noch wenige Körner befinden. Als Grenze werden 20 Körner im Probenquerschnitt angegeben.

Bei der Zerstörung verformter Proben gehen die Gittereigendehnungsverteilungen an der jeweils freigelegten Probenoberfläche mit gegen Null gehendem Probenquerschnitt gleichfalls gegen Null. Daraus lassen sich dann die Eigenspannungsverteilungen über den Probenquerschnitt ermitteln.

Gegenstand des vorliegenden Beitrages ist die Ermittlung des Zusammenhanges zwischen Foliendicke und Eigenschaften einer Dynamogüte. In erster Linie wird hier dem probendickeneffekt und der Gefügeausbildung sowie deren Einfluß auf die Festigkeitskennwerte und E-Modul das Augenmerk gewidmet. Über die Veränderung der sonstigen physikalischen Eigenschaften wird an anderer Stelle berichtet.

Bevor auf einige Versuchsergebnisse eingegangen wird, sollen nachfolgend die werkstoffspezifischen Größen, die die Festigkeit des Werkstoffes beschreiben, kurz erläutert werden.

Neben Korngröße  $d$  sind die Gitterreibspannung  $\sigma_i$  und die der Beweglichkeit der Versetzungen entgegenwirkende Kraft Faktoren, die die Streckgrenze  $\sigma_s$  eines vielkristallinen Metalls bestimmen. Aufgrund umfangreicher Untersuchungen ist die Gültigkeit der Beziehung

$$\sigma_s = \sigma_i + k \cdot d^{-1/2} \quad (1)$$

weitgehend gesichert, wobei  $k$  eine Konstante ist, mit der die Beweglichkeit der Versetzungen erfaßt wird. Segregationen an Versetzungen und Korngrenzenausbildung schlagen sich hauptsächlich auf diese Konstante nieder. Daher gilt

$$k = \sigma_d \cdot l^{1/2} \quad (2)$$

wobei  $\sigma_d$  die Loslösespannung einer Versetzung von Verunreinigungen und  $l$  der Abstand einer Korngrenze zur nächsten Versetzungsquelle im Nachbarkorn sind.

Hieraus kann eine starke Temperaturabhängigkeit dieser Konstanten bei zweiphasigen Werkstoffen abgeleitet werden.

Einen zusätzlichen Verfestigungsbeitrag liefern die Korngrenzen, indem sie ein Hindernis für die Versetzungen bilden. Wenn eine Korngrenzenverfestigung durch Anhäufung der Versetzungen am Ende eines Gleitbandes verursacht wird, kann für  $k$  auch geschrieben werden<sup>13~15)</sup>:

$$k = m \cdot \sigma_c \cdot l^{1/2} \quad (3)$$

mit  $\sigma_c$  als die Spannung zur Aktivierung der Versetzungsquelle und  $m$  als den Orientierungsfaktor.

Andererseits ist der E-Modul in erster Linie von den Orientierungsverhältnissen abhängig<sup>16)</sup>.

## 2. Versuche

Ausgehend von einem Eisen-Silizium-Band mit 0,5 mm Dicke, das bei 1100°C rekristallisierend gegläht war, wurden Folien unterschiedlicher Dicke hergestellt. Das Auswalzen erfolgte auf einem 20-Rollen-Walzwerk, das an anderer Stelle<sup>17)</sup> ausführlich beschrieben wurde.

Wie die Darstellung des Versuchsplans im Bild 1 zeigt, wurden Dicken zwischen 300 und 15  $\mu\text{m}$  gewalzt, wobei einmal nach jedem Stich zwischengeglüht

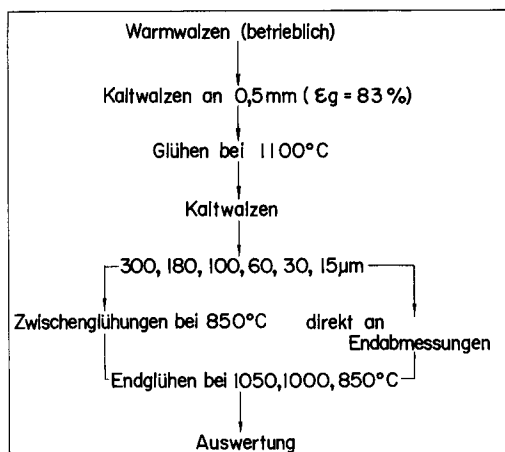
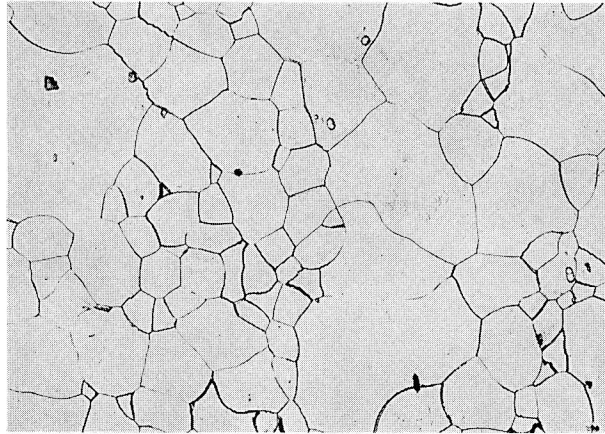


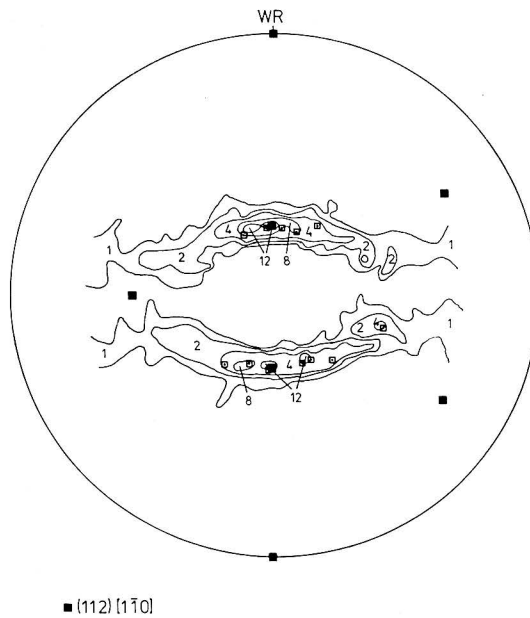
Bild 1. Versuchsplan.

Tafel 1. Chemische Zusammensetzung des Versuchswerkstoffes in Gew.-%.

C	Si	Mn	P	S	Al
0,002	3,28	0,27	0,014	0,004	0,31



a)



b)

Bild 2. a) Das Gefüge und b) die  $\{110\}$ -Polfigur des bei  $1100^{\circ}\text{C}$  geglühten,  $0,5\text{ mm}$  dicken Kaltbandes.

und zum anderen ohne Zwischenglühung an die jeweilige Enddicke ausgewalzt wurde. Damit sollte die Voraussetzung gegeben sein, sowohl den Einfluß des Verformungsgrades als auch den der Foliendicke auf die Werkstoffkenngrößen nach der Schlußglüfung zu ermitteln. Die Auswahl unterschiedlicher Schlußglühbedingungen ist mit Rücksicht auf die Einstellung unterschiedlicher Texturen und Korngrößen getroffen worden. Neben den lichtoptischen Gefügeuntersuchungen

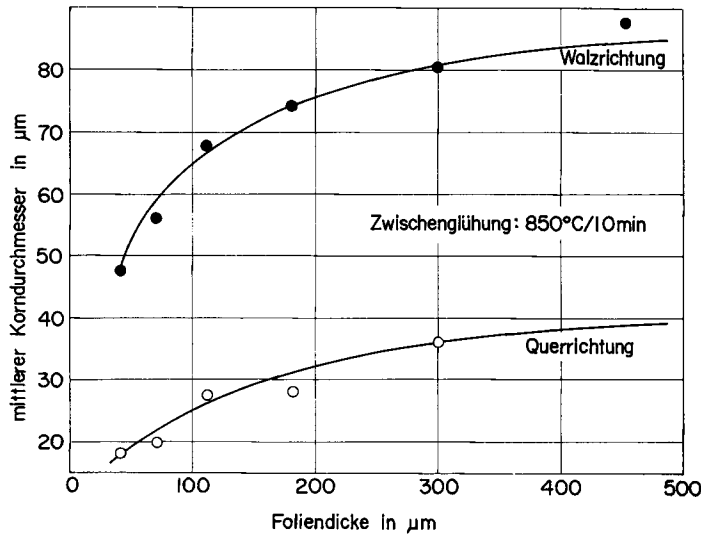


Bild 3. Zusammenhang zwischen Foliendicke und Korngröße der bei 1050°C/10 min schlußgeglühten Proben. Zwischenglüfung : 850°C/10 min.

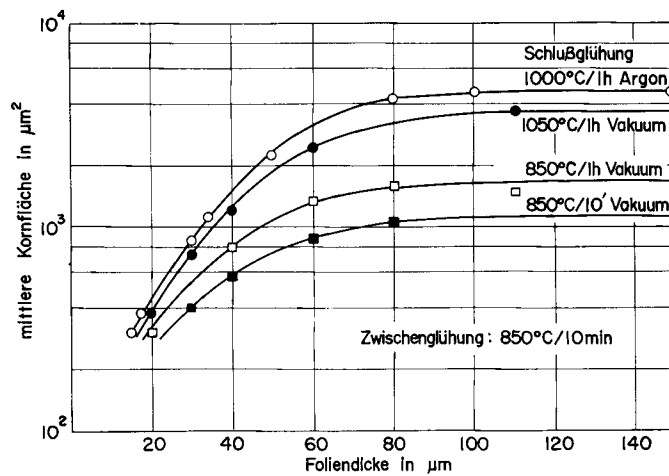


Bild 4. Einfluß der Glühbedingungen auf den Zusammenhang zwischen Foliendicke und Korngröße.

zur Ermittlung der Korngrößenverhältnisse erfolgten Texturbestimmungen.

In der Tafel 1 ist die chemische Analyse des untersuchten Werkstoffes angegeben. Bild 2 zeigt das Gefüge und die  $\{110\}$ -Polfigur der verwendeten Legierung im Ausgangszustand.

### 3. Versuchsergebnisse

Abnehmende Foliendicke hat eine stetig abfallende Korngröße zur Folge, wie dies aus den Bildern 3 und 4 hervorgeht. Diese Erscheinung ist unabhängig davon, ob beim Herstellen der Proben nach jedem Stich eine Zwischenglühung erfolgte oder nicht. Wie im Bild 4 weiter zu erkennen ist, hat die Wahl unterschiedlicher Schlußglühbehandlungen unterhalb der Foliendicke von etwa  $30\ \mu\text{m}$

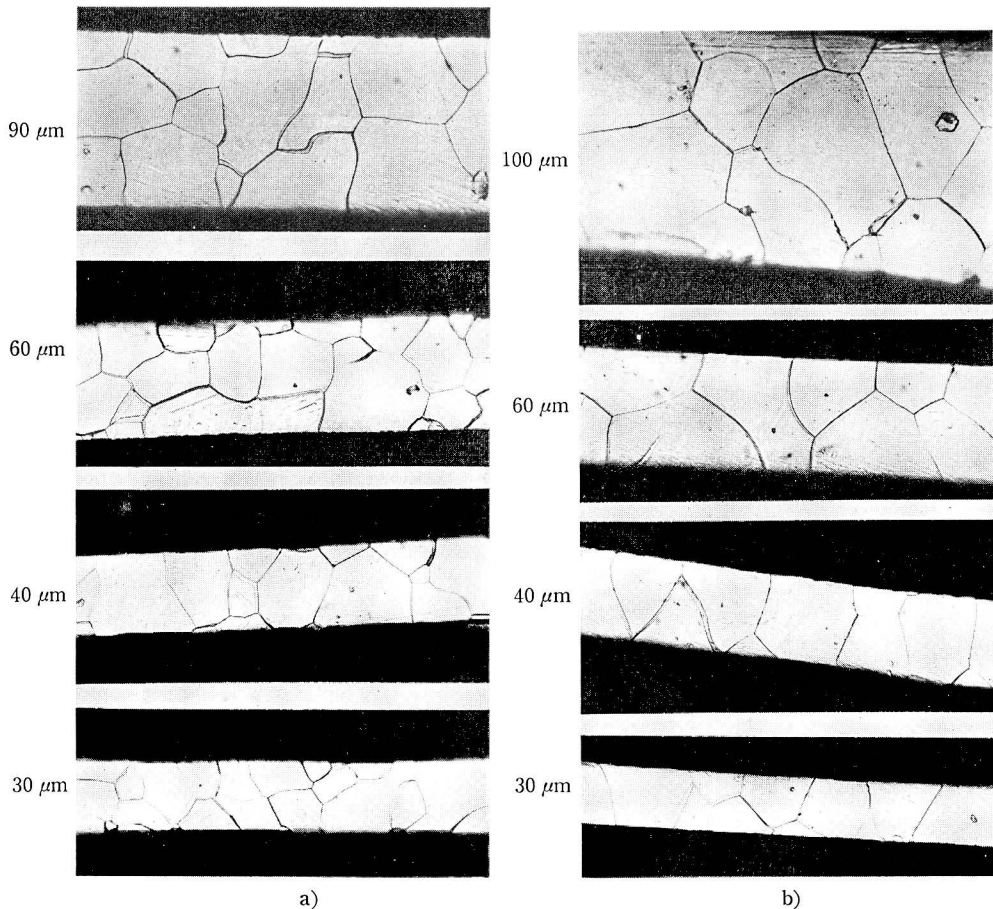


Bild 5. Lichtoptische Gefügeaufnahmen der bei a)  $850^{\circ}\text{C}/1\text{ h}$  und b)  $1050^{\circ}\text{C}/1\text{ h}$  geblühten Folien.

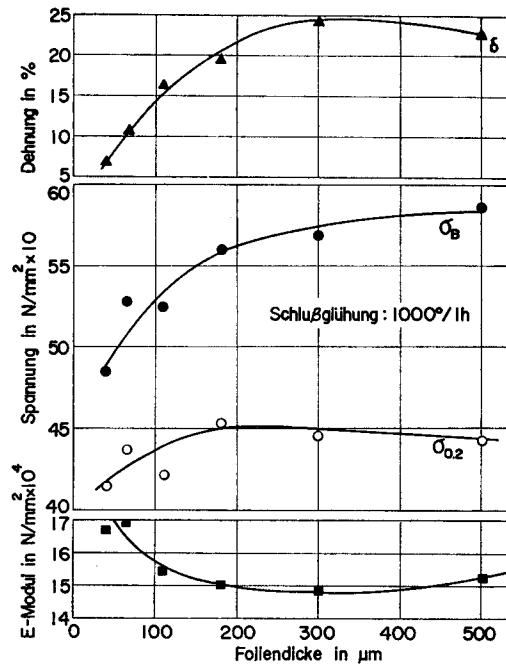


Bild 6. Einfluß der Foliendicke auf die Festigkeitskennwerte und den E-Modul der ohne Zwischenglühung gefertigten Folien.

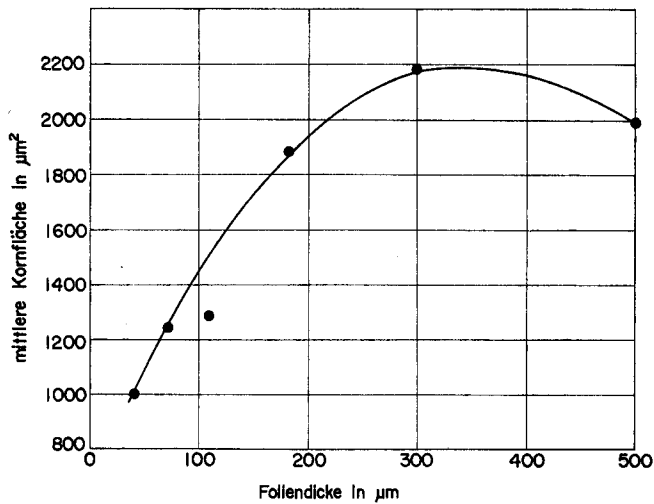


Bild 7. Zusammenhang zwischen Foliendicke und Korngröße der ohne Zwischenglühung gefertigten Folien.

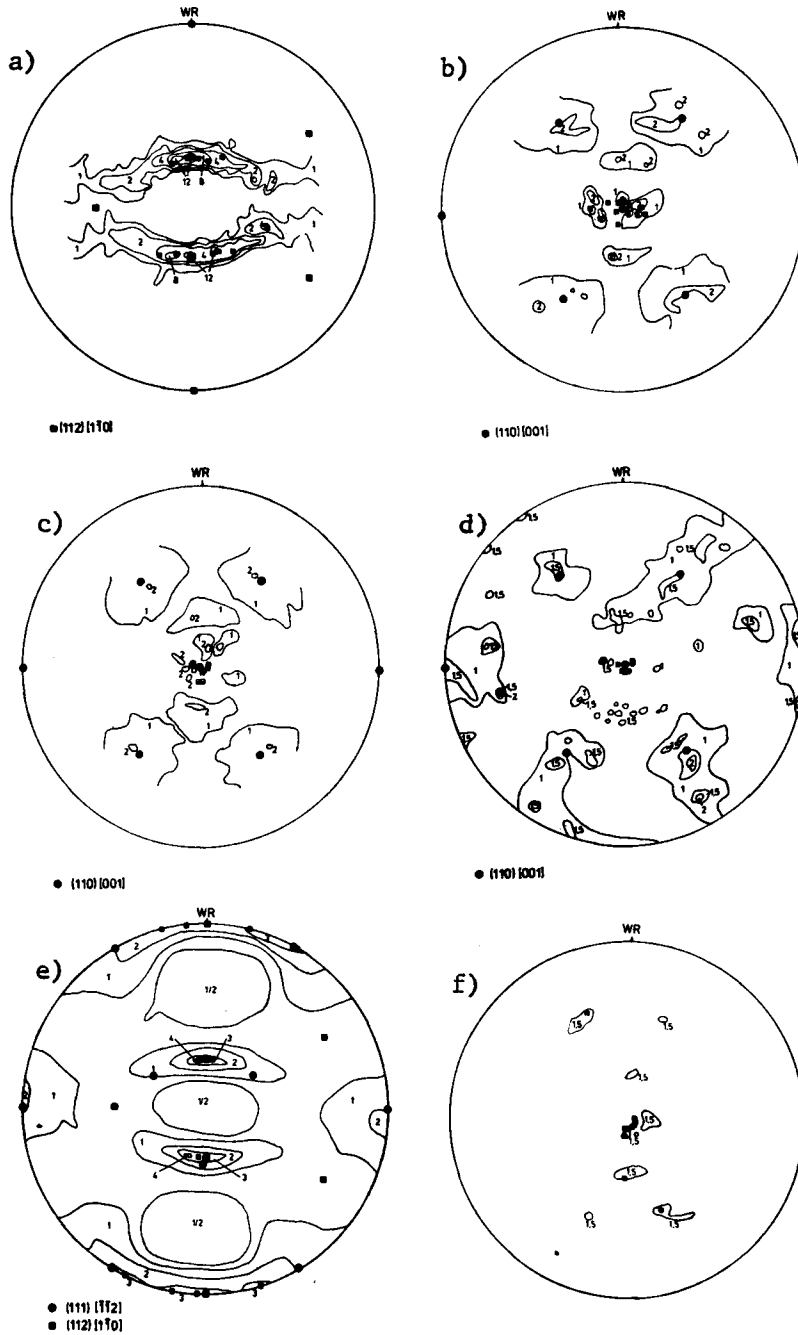


Fig. 8. Die  $\{110\}$ -Polfiguren einiger der untersuchten Folien.  
 a) 500  $\mu\text{m}$  kaltgewalzt, b) 300  $\mu\text{m}$  geglüht, c) 180  $\mu\text{m}$  geglüht,  
 d) 60  $\mu\text{m}$  geglüht, e) 60  $\mu\text{m}$  kaltgewalzt, f) 30  $\mu\text{m}$  geglüht.



keinen nennswerten Einfluß mehr. Oberhalb dieser Dicke zeigen sich unterschiedliche Korngrößen, die ab etwa  $100\ \mu\text{m}$  Foliendicke wieder konstant bleiben. Bei Betrachtung des Gefüges der schlußgeglühten Folien, die im Bild 5 gezeigt sind, fällt auf, daß mit abnehmender Foliendicke die Korngröße sich der Probendicke annähert. Ab einer Foliendicke von etwa  $40\ \mu\text{m}$  entspricht der Korndurchmesser annähernd der Probendicke bei gleichzeitig fallender Tendenz der Korngröße.

Streckgrenze, Zugfestigkeit und Bruchdehnung fallen mit fallender Foliendicke und Korngröße ab. Wie Bild 6 zeigt, ist der Abfall dieser Kennwerte bei Foliendicken im Bereich unterhalb  $150\ \mu\text{m}$  besonders stark ausgeprägt. Es handelt sich hierbei um Proben, die ohne Zwischenglühung fertiggewalzt wurden. Der entsprechende Verlauf der Korngröße ist im Bild 7 wiedergegeben. Es zeigt sich auch hier der deutliche Abfall bei Folien unterhalb  $150\ \mu\text{m}$  Dicke. Demgegenüber tritt diese Erscheinung bei Proben, die mit Zwischenglühung gewalzt wurden, erst ab ca.  $80\ \mu\text{m}$  Dicke auf, wie dies Bild 4 zeigt.

Im Bild 8 sind daher die  $\{110\}$ -Polfiguren einiger fertiggeglühter Proben dargestellt. Die Folien mit einer Dicke von über  $100\ \mu\text{m}$  weisen eine mehr oder weniger deutlich ausgeprägte Goß-Textur auf  $((110)\ [001])$ . Mit abnehmender Foliendicke unterhalb dieser Grenze nimmt der Anteil der  $(111)\ [112]$  ab und der  $(112)\ [110]$  Walztextur immer mehr zu.

Die Textur scheint demnach einen wesentlichen Einfluß auf die Werkstoffeigenschaften dieser Folien zu haben. Die Messungen des E-Moduls, in den Bildern

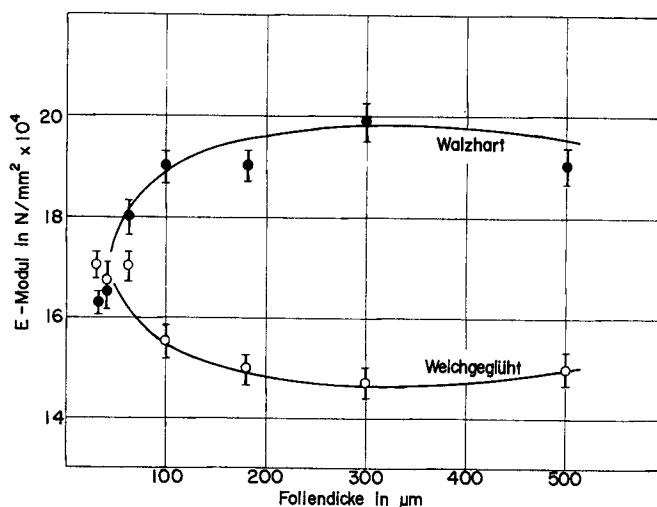


Bild 9. Zusammenhang zwischen Foliendicke und aus den Zerreißdiagrammen grafisch ermitteltem E-Modul.

6 und 9 dargestellt, bestätigt diese Annahme. Mit zunehmender Foliendicke steigt bei den kaltgewalzten Proben der E-Modul an (Bild 9), während bei den weichgeglühten ein umgekehrter Verlauf vorliegt. Nahezu gleiche Werte wurden für beide Behandlungen bei Dicken unter  $50 \mu\text{m}$  ermittelt.

#### 4. Diskussion

Dünne Folien aus dem Werkstoff Fe-3,4% Si haben, unabhängig von den Herstellungsbedingungen, eine mit der Dicke stetig abnehmende Korngröße zur Folge. Das Wachstum der Körner wird gehemmt. Dies ist auf die Behinderung der Wanderung der Großwinkelkorngrenzen durch Kristalldefekten in der Blechoberfläche zurückzuführen<sup>11,12</sup>. Danach bieten Bemühungen, das Kornwachstum bei sehr dünnen Folien zu fördern, keine großen Aussichten. Auch die Textur solcher Folien unterscheidet sich von diesen dickeren Abmessungen darin, daß sich eine Rekristallisationstextur einstellt, die in zunehmendem Maße der Kaltwalztextur entspricht. Offensichtlich wird die Kristalldrehung beim Glühen sehr dünner Folien behindert. Diese Erscheinung ist unabhängig vom Kaltverformungsgrad oder von den übrigen Herstellungsbedingungen. Bei dickeren Blechen  $>150 \mu\text{m}$ , die einer vergleichbaren Kaltverformung unterworfen werden, kann sich eine Goßtextur auf Kosten der Kaltwalztextur einstellen.

Die Abnahme der Korngröße und die ungünstige Textur tragen zur Verschlechterung der magnetischen Kennwerte bei. Aus der Sicht werkstoffkundlicher Erkenntnisse weisen außerdem diese Folien ein anomales Verhalten, das mit Hilfe strukturmechanischer Überlegungen gedeutet werden kann. Die Ergebnisse in Bildern 6 stehen im großen Widerspruch zum Erkenntnis, daß mit abnehmender Korngröße die Festigkeit eines metallischen Werkstoffes zunimmt, während die Dehnung sich umgekehrt verhält. Wenn also sowohl Streckgrenze und Zugfestigkeit als auch Dehnung mit abnehmender Korngröße in kennzeichnender Weise abfallen, so haben die Beziehungen zur Berechnung der Festigkeit keine Gültigkeit mehr. Überprüfungen mit der Beziehung (1) haben ergeben, daß durch die Foliendicke die Gitterreibspannung  $\sigma_i$ , so stark verändert wird, daß der Korngrößeeinfluß nicht mehr zum Tragen kommt. Diese Größe ist von den inneren Spannungen stark abhängig. Die oberflächennahen Bereiche sind frei von solchen Spannungen, so daß bei sehr dünnen Folien der gesamte Querschnitt fast spannungsfrei ist. Die Erfüllung der Beziehung (1) für den vorliegenden Fall ist nur bei Kenntnis der  $\sigma_i$ -Werte gegeben.

Die Zunahme des E-Moduls bei Foliendicken unter  $80 \mu\text{m}$  ist mit der gleichzeitig bei den schlußgeglühten Proben vorkommenden (111) [112]-und (112) [110]-Textur verbunden. Dies ist darin begründet, daß die E-Modulwerte in der [111]-

Richtung um etwa 8000 Kp/cm<sup>2</sup> bzw 1500 Kp/mm<sup>2</sup> niedriger liegen können als in der [110]- oder [111]-Richtung<sup>16)</sup>.

#### Literaturverzeichnis

- 1) Stäblein, H. und H. Möller: Archiv Eisenhüttenwesen 29 (1958), S. 433/47.
- 2) Kanaer, A. T., B. G. Livshits und R. J. Malinina: Steel in the U.S.S.R. (1971), S. 909/10.
- 3) Walter, J. L. und W. R. Hibbard jr: Fr. Metall. Soc. of AIME vol. 212 (1958) 12, S. 731/37.
- 4) Dunn, C. G. und P. K. Koh: Fr. Metall. Soc. of AIME vol. 212 (1958) 2, S. 80/84.
- 5) Möbins, H. E. und F. Pawlek: Archiv Eisenhüttenwesen 29 (1958), S. 423/32.
- 6) Taoka, T., E. Furubazashi, S. Takeuchi: Fr. Nat. Res. Inst. Metals vol. 9 (1967) 4, S. 155/85 u. S. 187/207.
- 7) Funke, P., I. Piorko und A. El Nozahi: Z. Metallkunde 63 (1972) 12, S. 771/74.
- 8) Dunn, C. G.: Acta Metallurgica vol. 2 (1954), S. 173.
- 9) Wiesinger, H. D.: Neue Hütte 14 (1969) 6, S. 361/65
- 10) Armstrong, P. W.: J. Mech. Phys. Soc. 9 (1961), S. 169.
- 11) Köster, W. und M. O. Speidel: Z. Metallkunde 66 (1965) 9, S. 585/98.
- 12) Macherauch, E.: Z. Metallkunde 55 (1964), S. 60/82.
- 13) Evans, J. T. und R. Rawlings: Metal Science Journal 2 (1968), S. 221/23.
- 14) Armstrong, R., J. Codd, R. M. Douthwaite und N. J. Petch: Phil. Mag. 7 (1962), S. 45/58.
- 15) Mima, G. und Y. Tanaka: Transaction Japan Metal 12 (1971), S. 317/22.
- 16) Schmidt, E. und W. Boas: Kristallplastizität, Springer Verlag Berlin (1935).
- 17) Jung, H.: Diss. TU Clausthal 1970.