

· 工艺材料进展 ·

冷轧取向电工钢生产技术的进展

夏兆所¹ 康永林¹ 王全礼²

(1 北京科技大学新金属材料国家重点实验室,北京 100083; 2 首钢总公司技术研究院,北京 100041)

摘要 介绍了(%)0.03~0.05C、2.80~3.40Si冷轧取向电工钢的主要进展:(1)通过织构度改善、厚度减薄和细化磁畴技术显著改善磁性能;(2)二次再结晶织构选择性生长和高斯织构形成的机理研究;(3)板坯低温加热技术和短流程生产等工艺技术。

关键词 冷轧 取向电工钢 磁性能 生产技术 进展

Advance in Production Technology of Cold Rolled Grain-Oriented Electrical Steels

Xia Zhaosuo¹, Kang Yonglin¹ and Wang Quanli²

(1 University of Science and Technology, Beijing 100083; 2 Shougang Research Institute, Beijing 100041)

Abstract Main advances in 0.03~0.05C, 2.80~3.40Si cold rolled grain-oriented electrical steels are presented including obvious improvement of magnetic properties by improving texture, decreasing thickness of sheet and using magnetism domain refining techniques; research on mechanism of secondary recrystallization texture selecting growth and Goss texture forming; and low temperature reheating technology for slab and compact flow sheet process etc.

Material Index Cold Rolling, Grain-Oriented Electrical Steel, Magnetic Properties, Production Technology, Advance

冷轧取向电工钢是一种含硅3%的合金,作为一种软磁材料,由于具有强的{110}<001>高斯织构,从而沿轧向具有低铁损和高磁感应强度,主要用于变压器铁芯。冷轧取向电工钢分普通取向电工钢与高磁感取向电工钢两种,主要牌号分别为30Q150~130、27Q140~120与30QG130~110、27QG110、100。它是钢铁工业中唯一运用二次再结晶现象生产的产品,是织构控制技术在工业化生产中较为成功的应用。

1934年,Goss发明了冷轧取向电工钢及其生产技术。次年,美国ARMCO公司首先将其应用于工业化大生产,即以MnS为抑制剂,采用二次冷轧法生产普通取向电工钢(化学成分如表1)。此后,各国纷纷购买ARMCO技术生产取向电工钢,并各自进行了深入研究,使取向电工钢的产品质量与生产

工艺得到了较大的发展。

普通取向电工钢生产工艺流程为:铁水脱锰→LD转炉→RH真空处理→连铸+电磁搅拌→铸坯加热→粗轧→精轧→酸洗→冷轧→中间退火→二次冷轧→脱碳退火、涂MgO隔离层→罩式炉高温退火→拉伸平整退火、涂绝缘层→剪切、包装。

1 磁性能的改善

以铁损与磁感应强度为代表的磁性能是冷轧取向电工钢的最主要性能指标。70多年来,人们通过改善{110}<001>织构、减薄产品厚度与改善磁畴结构3种主要技术的开发,使磁性能得到了极大的改善。到20世纪90年代,当时世界先进的冷轧取向钢生产企业——新日铁取向电工钢的铁损水平不足1953年开始生产时的1/3^[1]。目前实验室已试制出厚度为0.15mm,800A/m磁场下的磁感应强度 B_{800} 达1.97T,磁感强度为1.7T,频率为50Hz时的铁损 $P_{1.7/50}$ 仅0.35W/kg的产品^[2]。

1.1 织构

1.1.1 机理研究

人们首先利用X射线衍射仪发现,冷轧取向电工钢之所以具有如此优良的磁性能,是由于形成了强的{110}<001>织构。织构的改善可同时提高磁

表1 普通取向和高磁感取向电工钢的化学成分/%
Table 1 Chemical compositions of conventional grain oriented and high permeability grain oriented electrical steel /%

类型	C	Si	Mn	S	P	Al	N
普通取向型	0.03~0.05	2.80~3.40	0.05~0.10	0.015~0.030	≤0.010	-	-
高磁感取向型	0.04~0.08	2.80~3.40	0.06~0.12	0.020~0.030	≤0.010	0.02~0.03	0.006~0.009

感应强度、降低铁损。通过进一步研究,人们认识到二次再结晶是形成 $\{110\}\langle 001\rangle$ 有利织构的根本原因。后来的研究发现,二次再结晶发生的条件是,由于第二相颗粒的抑制或强的初次再结晶织构的出现,使得初次再结晶晶粒细小。

随着透射电镜的发明,人们对织构与二次再结晶又有了更深的理解。在最核心的二次再结晶退火过程中,Goss 织构选择性发展原因的探索方面,至今已发展出 4 种主要理论:(1)尺寸优势理论^[3];(2)重合点阵 CSL(coincident site lattice boundaries)理论^[4];(3)高能晶界 HE(high energy boundaries)理论^[5,6];(4)取向钉扎 OP(orientation pinning)理论^[7]。

目前最著名的是重合点阵 CSL 理论与高能晶界 HE 理论,但仍存在许多争议。一般认为,重合点阵 CSL 理论同时适用于“固有”抑制剂和“获得”抑制剂法;高能晶界 HE 理论仅适用于“固有”抑制剂法。但它们均不能单独地完全解释二次再结晶现象。因此,对二次再结晶机理还需要进一步研究。

1.1.2 生产工艺

人们对改善织构进行了大量工艺研究,内容涉及取向电工钢生产的各环节。

最具标志性的是 1968 年新日铁发明的高磁感应取向电工钢生产技术的应用。该技术(化学成分如表 1)以 AlN 为主、MnS 为辅助抑制剂,采用一次冷轧法生产更高磁感应强度和更低铁损的冷轧取向电工钢,即高磁感取向电工钢。

高磁感取向电工钢生产工艺流程为:铁水脱锰→LD 转炉→RH 真空处理→连铸+电磁搅拌→铸坯加热→粗轧→精轧→常化+酸洗→冷轧→脱碳退火、涂 MgO 隔离层→罩式炉高温退火→拉伸平整退火、涂绝缘层→剪切、包装。

采用该技术生产的高磁感应产品,其最易磁化方向 $\langle 001\rangle$ 轴与轧向的平均偏离角由普通取向电工钢的约 7° 减小到约 3° ;晶粒尺寸由 $3\sim 5\text{ mm}$ 增大到约 10 mm ,产品的磁感应强度 B_{800} 由 1.82 T 提高到 1.92 T ,磁滞损耗降低 0.19 W/kg 。自此,取向电工钢分为两类:普通取向电工钢与高磁感应取向电工钢。

目前有 3 种生产方法(表 2)^[8],第一种是应用最多的新日铁法,不同于普通取向电工钢在于:(1)以 AlN 为主、MnS 为辅助抑制剂;(2)采用大压下一次冷轧。川崎代表的第二种方法的特点是:(1)添加 Sb 或 Mo 与 MnSe 或 MnS 作为抑制剂;(2)采用二次冷轧法,但第二次冷轧压下率为 70% ,而非普

表 2 冷轧取向电工钢生产工艺

Table 2 Production process of cold rolled grain oriented electrical steels

工序	普通取向 电工钢	高磁感应强度取向电工钢		
		方法 I	方法 II	方法 III
炼钢: 微合金化	MnS 或 MnSe	AlN + MnS	MnSe + Sb, Mo	B + N + S 或 Se
热轧: 加热温度/ $^\circ\text{C}$	1 320	1 360	1 320	1 250
常化/ $^\circ\text{C}$	不常化或 800 ~ 1 000	1 100	900	875 ~ 1 025
冷轧/ $\%$	70	87	60 ~ 70	80
中间退火/ $^\circ\text{C}$	800 ~ 1 000	-	800 ~ 1 000	-
冷轧/ $\%$	50 ~ 55	-	60 ~ 70	-
800 ~ 850 $^\circ\text{C}$ 脱碳退火	湿 $\text{H}_2 + \text{N}_2$	湿 $\text{H}_2 + \text{N}_2$	湿 $\text{H}_2 + \text{N}_2$	湿 $\text{H}_2 + \text{N}_2$
1 200 $^\circ\text{C}$ 箱式退火	干 H_2	干 H_2	干 H_2	干 H_2

通取向电工钢的 50% 。第三种方法以美国为代表,它以 B、N 与 MnSe 或 MnS 一起作为抑制剂。

1.2 产品厚度的减薄

铁损由磁滞损耗、涡流损耗与异常损耗组成,但前两者存在矛盾关系,虽然 $\{110\}\langle 001\rangle$ 织构的改善,可以从总体上降低铁损,但涡流损耗却由于织构改善引起的磁畴壁间距的增大而增加。

根据涡流损耗与产品厚度的平方成正比这一规律,减薄产品厚度可降低涡流损耗,人们克服厚度减薄带来的二次再结晶不稳定的困难,在最早的 0.35 mm 规格的基础上不断减薄产品厚度,开发出了可用于大生产的 0.23 mm 产品,使铁损大幅度降低。而且,新日铁还曾生产过 0.15 mm 规格产品。

1.3 磁畴

1.3.1 人工细化磁畴

20 世纪 30 年代,人们第一次观察到磁畴^[9]。取向电工钢由于晶粒尺寸大,磁畴也大。在交变场作用下,由于畴壁前后移动,大的磁畴产生较大的损耗。若磁畴尺寸小,则畴壁移动距离小,从而能量损失小,这是细化磁畴的原理。1924 年 Haynes 与 Wolford^[10]第一次证明沿垂直于轧向以一定间距采用机械方法划线可降低铁损。之后,人们开发出了机械划痕、等离子照射、激光刻痕等技术。

这表明:通过使表面缺陷沿垂直于易磁化方向排列可降低铁损。原因在于表面缺陷细化了磁畴,使动态损耗大幅降低,且降低幅度超过了表面缺陷引起的磁滞损耗增加的程度。其中,20 世纪 80 年新日铁开发的激光刻痕技术,由于效率高、易操作、不接触及对表面涂层的低损坏而最具吸引力,并很快应用于工业生产,使铁损 $P_{1.7/50}$ 降低 10% 。Helmut

Pfützner 认为^[11],激光刻痕细化磁畴来自于不完整表面将作为“人工晶界”出现,从而降低了平均晶粒尺寸。

激光刻痕细化磁畴技术有其局限性,仅适用于迭片铁芯,而不宜用于卷铁芯,因后者需退火以去除绕组与弯曲应力。

1.3.2 磁畴结构

磁化过程中磁畴壁的移动是不一致的,并受磁缺陷构造的影响;磁缺陷构造的影响主要有 90° 表面闭合畴的产生与消失和表面粗糙、非金属夹杂等对 180° 畴壁移动的钉扎两部分。相应的改善途径:一是通过生产工艺的改善,提高 $\{110\}\langle 001\rangle$ 的取向度,从而减少 90° 表面闭合畴的数量;二是通过改变退火隔离剂、脱碳退火条件等抑制表面氧化,得到光滑的表面,减少对 180° 畴壁移动的钉扎。另外, 180° 畴壁移动对 $\{100\}$ 方向的伸长没有影响,磁滞伸缩现象是由 90° 闭合畴体积的变化决定的,因此表面改善也可使磁滞伸缩现象减轻。

1.3.3 应力涂层

试验发现沿轧向施加拉应力,可细化磁畴,降低铁损;相反,若为压应力,则会增加铁损。由此,新日铁于1973年开发出了应力涂层。其热膨胀系数很低,约为 $4 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$,而取向电工钢的为 $13 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ 。这样,涂层经烘干、烧结冷却后便在钢中产生3~5 MPa拉力,使磁畴得以细化。由于高磁感取向电工钢的晶粒更粗大,故均采用应力涂层,现在普通取向电工钢也多用应力涂层以降低其铁损。

2 生产工艺的改进

传统取向电工钢的生产存在两大弱点:板坯高温加热与工艺路线长。

传统工艺的关键是必须将板坯加热到近 1400°C ,以使粗化了的硫化物与氮化物完全再固溶。在随后的热轧或热轧板退火阶段,使其以细小弥散状态析出,并保持到二次再结晶开始。这存在许多缺点:(1)板坯与空气反应生成 1300°C 低熔点的铁橄榄石($2\text{FeO} \cdot \text{SiO}_2$),在表面形成液渣,降低了成材率;液渣在炉内沉积,增加了停炉维修的频率,从而增加了成本、降低了生产效率。(2)晶粒粗化,导致裂纹的产生。(3)板坯温度与组织不均匀性增加。

长期以来,人们一直尝试新的工艺以避免传统生产工艺的弊端。目前开发出两类新工艺、技术:低温板坯加热技术与短流程取向电工钢生产工艺。

2.1 低温板坯加热技术^[12]

由于 AlN 、 Cu_2S 的固溶与析出温度较 MnS 低,为降低板坯加热温度,人们均以其代替 MnS 或 $\text{AlN} + \text{MnS}$ 。目前主要有两种低温板坯加热技术:第一种是正常加入抑制元素,并调整其含量。由于抑制剂已存在于钢中,故称为“固有”抑制剂法。第二种方法的抑制剂是通过冷轧板(卷)氮化得到的,故称为“获得”抑制剂法。即在脱碳退火后期往炉内通入氨气,生成的低温氮化产物(Si, Al) N 等在最终退火的升温阶段可转变成 AlN ,从而使抑制力得到加强。

2.1.1 “固有”抑制剂法低温板坯加热技术

主要有俄罗斯系与德国蒂森系两种:

(1)俄罗斯系低温板坯加热技术^[13-15]。主要特点:①以 AlN 为主, Cu_2S 和 MnS 为辅助抑制剂。将 S 控制在最低限,通过加 Cu ,使钢中不可避免的 S 以 Cu_2S 的形式析出,从而避免 AlN 以 MnS 为核心析出,使 AlN 析出细小、均匀,进而有效地抑制晶粒长大。板坯加热温度为 $1250 \sim 1300^\circ\text{C}$;②在中间厚度进行全脱碳退火;③省去了初次再结晶退火。

(2)德国蒂森系低温板坯加热技术^[16]。以硫化铜为抑制剂;为增强抑制力在最终退火的升温阶段采用低氢气氛。

2.1.2 “获得”抑制剂法低温板坯加热技术

“获得”抑制剂法是通过后部渗氮实现的,用于高磁感取向电工钢的生产。最常用的是脱碳后在可氮化的气氛中形成 AlN 或 $(\text{Al}, \text{Si})\text{N}$,介质为分解氨。

(1)新日铁技术。1995年新日铁宣布了降低板坯加热温度到 1150°C ,通过初次再结晶退火后渗氮生产高磁感取向电工钢的方法。即对板坯进行 1150°C 的超低温加热,在初次再结晶退火炉后段进行工艺为 $750^\circ\text{C} 30\text{s}$ 的渗氮。

(2)韩国浦项与德国蒂森技术。韩国浦项技术的特点:板坯加热温度为 $1250 \sim 1300^\circ\text{C}$;加入一定量的 B , B 在钢中以固溶态存在,但在氮化时与控制气氛中的 N 生成 BN 沉淀相,起抑制作用。

德国蒂森技术特点:板坯加热温度 $1250 \sim 1300^\circ\text{C}$;渗氮工艺 $870^\circ\text{C} 15\text{s}$ 。

以新日铁“获得”抑制剂法与传统方法比较,“获得”抑制剂法具有以下几个显著特点(表3):板坯加热温度可降到 1150°C ;不用 MnS 作辅助抑制剂;抑制能力更强,因而二次再结晶更稳定;可生产的产品范围更广。

2.2 短流程生产工艺

表 3 生产高磁取向电工钢的传统法与“获得”抑制剂法特点的比较

Table 3 Comparison of characteristics between conventional method and "acquired" inhibitor method for manufacturing high permeability grain oriented electrical steel

项目	传统高温法	“获得”抑制剂法
抑制剂	AlN, MnS(Sn)	AlN(Sn)
抑制剂制备	自炼钢至热轧板退火的加热处理	脱碳退火后充入 NH ₃ 气渗 N ₂
板坯加热温度/℃	1 350 ~ 1 400	1 150

短流程是一种极具潜力的生产工艺。由于投资少、能耗低、成材率高及不同于传统铸坯组织等特点^[17],短流程工艺也被应用于冷轧取向电工钢生产中。

2.2.1 薄板坯连铸连轧

1989年7月首次应用薄板坯连铸连轧技术以来,由于巨大的成本优势与性能特点,该工艺得到了迅速发展。在冷轧取向电工钢生产上,目前已有两条生产线,一是蒂森位于德国的 Duisburg 工厂,另一个是位于意大利的 Terni 工厂^[18]。

除工序缩短外,薄板坯连铸连轧生产冷轧取向电工钢,具有抑制剂均匀、有效,铸坯表层与中心温差小,从而轧向、宽度方向性能波动小的优点。

由于传统冷轧电工钢企业多具有一定的生产历

史,出于成本等方面考虑,薄板坯连铸连轧生产工艺推广较少,意大利的 Terni 工厂也已停止其传统工艺的取向电工钢生产。

2.2.2 薄带铸轧

薄带铸轧由钢液直接浇铸出厚度 2~6 mm 的带(卷),完全省去热轧工序。与薄板坯连铸技术相比,投资更少,工艺流程更短^[19]。

20多年来世界各国均对其进行了研究、开发。早在 10 年以前,蒂森、新日铁等已试验出了普通取向电工钢^[20,21]。

但由于控制系统的复杂性,在铸带的质量和工艺稳定性方面还不够理想,产量也不大^[22,23]。因此,目前还没有应用于大生产。

3 结论

冷轧取向电工钢经过 70 多年的发展,在工艺、质量方面取得了巨大的进步,已形成成熟的生产工艺,产品性能稳定,并已逼近理论极限。但仍有一些问题需要解决:一是二次再结晶晶粒选择性长大的机理的研究,为磁性能的进一步提高提供理论基础;二是适应可持续发展的要求,不断节能降耗,这更具实际意义。

参考文献

- Ushigami Y, Masui H, Okazaki Y, et al. Development of Low-loss Grain-oriented Silicon Steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 1996, 5:310
- Nozawa T, Mizokami M, Mogi H, et al. Magnetic Properties and Dynamic Domain Behavior in Grain-oriented 3% Si-Fe. *IEEE Transactions. Magnetics*, 1996, 32:572
- Hillert M. On the Theory of Normal and Abnormal Grain Growth. *Acta Metallurgica*, 1965, 13:227
- Shimizu R, Harase J. Coincidence Grain Boundary and Texture Evolution in Fe-3% Si. *Acta Metallurgica*, 1989, 37(4):1241
- Hayakawa Y, Szpunar J A, Palumbo G, et al. The Role of Grain Boundary Character Distribution in Goss Texture Development in Electrical Steels. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1996, 160:143
- Hayakawa Y, Szpunar J A. A New Model of Goss Texture Development during Secondary Recrystallization of Electrical Steel. *Acta. Mater.*, 1997, 45(11):4713
- Engler O. On the Influence of Orientation Pinning on Growth Selection of Recrystallization. *Acta Mat.r.*, 1998, 46(5):1555
- Munetsugu Matsuo. Texture Control in the Production of Grain Oriented Silicon Steels. *ISIJ International*, 1989, 29(10):809
- Moses A J, Williams P I, Hoshtanar O A. Real Time Dynamic Domain Observation in Bulk Materials. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2006, 304:150
- Ponnaluri S V, Cherukuri R, Moliom P A, Core Loss Reduction in Grain-oriented Silicon Steels by Excimer Laser Scribing. *Journal of Materials Processing Technology*, 2001, 112:199
- Helmut Pfützner. Nondestructive Rapid Investigation of Domain and Grain Boundaries of Grain Oriented Silicon Steel. *ISIJ International*, 1989, 29(10):828
- Woo J S, Han C H, Hong B D, et al. The Onset Temperature of Secondary Recrystallization and the Sharpness of Goss Secondary Recrystallization Texture in the Nitrided Fe-3% Si Alloy. *Acta Mater.*, 1998, 14(46):4905
- Gyu Seung Choi, Chung San Lee, Jong Soo Woo, et al. US Patent No. 5653821, 1997
- 黎世德. 俄罗斯的电工钢. *电工钢*, 2000, 39(1):10
- 黎世德, 牛琳霞. 俄罗斯电工钢降低成本工艺措施分析. *电工钢*, 2000, 40(2):23
- Manfred Espenhahn, Andreas Böttcher, Klaus Gütcher. US Patent No. 6153019, 2000
- Zambrano P C, Guerrero M P, Cola'sa R. Microstructural Analysis of Hot-rolled, Low-carbon Steel Strips. *Materials Characterization*, 2001(47):275
- Klaus Günther, Giuseppe Abbruzzese, Stefano Fortunati, et al. Recent Technology Developments in the Production of Grain-oriented Electrical Steel. *Steel Research International*, 2005, 76(6):413
- Park C M, Kim W S, Park G J. Thermal Analysis of Roll in the Strip Casting Process. *Mechanics Research Communications*, 2003(30):297
- 朱 铮. 带钢连铸技术的发展和现状. *上海金属*, 2000, 22(5):3
- 邸洪双. 薄带连铸技术发展现状与展望. *河南冶金*, 2005, 13(1):3
- 杨明波, 潘复生. 双辊薄带连铸技术的研究现状及进展. *铸造技术*, 2001(5):42
- Edmonds D V. Innovation in the Processing of Tonnage Materials: Examples From the Steel and Aluminium Industries. *Journal of Materials Process Technology*, 1998(83):1

夏兆所(1966-),男,高级工程师,1987年华东冶金学院毕业,冷轧电工钢研究。

收稿日期:2007-05-30