

· 工艺技术 ·

普通取向硅钢生产工艺和磁性的研究

董爱锋 张文康

(太钢不锈钢股份有限公司技术中心,太原 030003)

摘要 研究了普通取向硅钢(/% : 0.03 ~ 0.05C, 3.0Si, 0.065 ~ 0.080Mn, 0.004 ~ 0.007P, 0.018 ~ 0.025S, 0.02Cu) 2.20 ~ 2.30 mm 热轧板经二次冷轧和中间退火生产 0.30 mm 板的工艺过程。重点分析了化学成分(C、Mn、S、P)、加热温度(1350 ~ 1400 ℃, 1200 ~ 1320 ℃)、常化工艺、二次冷轧压下率(56% ~ 62%)和二次再结晶温度(900 ~ 1000 ℃)对普通取向硅钢铁损 P_{17} 和磁感应强度 B_8 的影响。结果表明,化学成分,加热温度和二次再结晶温度对普通取向硅钢的磁性能影响较大,常化工艺和中间板厚对钢的磁性影响不显著;普通取向硅钢合适的主要成分的范围为(/%) : 0.03 ~ 0.05C, 2.9 ~ 3.1Si, 0.05 ~ 0.10Mn, 0.015 ~ 0.03S, 热轧加热温度 ~ 1380 ℃, 终轧 930 ~ 960 ℃, 二次再结晶温度 ~ 950 ℃。

关键词 普通取向硅钢 化学成分 二次再结晶温度 磁性能

A Study on Production Process and Magnetic Properties of Conventional Grain-Oriented Silicon Steel

Dong Aifeng and Zhang Wenkang

(Technical Center, Taiyuan Iron and Steel (Group) Co Ltd, Taiyuan 030003)

Abstract The process for 0.30 mm sheet of conventional grain-oriented silicon steel (/% : 0.03 ~ 0.05C, 3.0Si, 0.065 ~ 0.080Mn, 0.004 ~ 0.007P, 0.018 ~ 0.025S, 0.02Cu) produced by two-stage cold rolling and interannealing from 2.20 ~ 2.30 mm hot rolled plate has been studied to focus analysis on the effect of chemical composition (C, Mn, S, P), heating temperature (1350 ~ 1400 ℃ and 1200 ~ 1320 ℃), use of normalizing process, second cold rolling reduction (56% ~ 62%) and secondary recrystallization temperature (900 ~ 1000 ℃) on iron loss P_{17} and magnetic induction B_8 of conventional grain-oriented silicon steel. Results show that the effect of chemical composition, heating temperature and secondary recrystallization temperature on magnetic properties of conventional grain-oriented silicon steel is obvious, and the normalization process and cold rolling process plate thickness on magnetic properties of steel is not appreciable; for conventional grain-oriented silicon steel the suitable range of chemical composition is (/%) : 0.03 ~ 0.05C, 2.9 ~ 3.1Si, 0.05 ~ 0.10Mn, 0.015 ~ 0.03S, the heating temperature for hot rolling is ~ 1380 ℃, finishing rolling at 930 ~ 960 ℃, secondary recrystallization temperature ~ 950 ℃.

Material Index Conventional Grain-Oriented Silicon Steel, Chemical Composition, Secondary Recrystallization Temperature, Magnetic Properties

研究了用 2.20 ~ 2.30 mm 厚热轧带钢,经二次中等压下率冷轧和中间退火生产 0.30 mm 厚普通取向硅钢片的工艺。同时,通过研究化学成分、加热温度、常化工艺、二次冷轧压下率、二次再结晶温度对取向硅钢磁性的影响,确定了最佳工艺参数。

1 试验材料和过程

试验材料为采用高温(中温)板坯加热工艺生产的取向硅钢热轧板,厚度为 2.20 ~ 2.30 mm,即采用试验车间 100 kg 真空感应炉冶炼,将钢锭锻成 (mm)30 × 130 × 130 的板坯,锻造加热温度 1150 ℃,均热时间 2 h,一次锻造成型。试验研究材料有两种,分别是炉号 6 和炉号 7 试验料,设计以 MnS 为抑制剂,其化学成分如表 1。根据实验室设备能力,制定了如下的工艺流程:

真空冶炼 → 锻造 → 高温(中温)加热 → 热轧 →

表 1 以 MnS 为抑制剂的普通取向硅钢的化学成分 /%

Table 1 Chemical composition of conventional grain-oriented silicon steel with MnS inhibitor /%

炉号	C	Si	Mn	P	S	Cu
6	0.03	3.0	0.065	0.007	0.018	0.02
7	0.05	3.0	0.080	0.004	0.025	0.02

酸洗 → 一次冷轧 → 中间退火 → 二次冷轧 → 脱碳退火 → 涂 MgO → 取样进行二次再结晶温度试验 → 高温退火 → 涂绝缘涂层 + 热平整。

为了分析加热温度对普通取向硅钢磁性的影响,设计了两种加热温度:(1)高温加热,加热温度在 1350 ~ 1400 ℃;(2)中温加热,加热温度在 1220 ~ 1320 ℃。热轧开轧温度控制在 1100 ~ 1200 ℃,终轧温度控制在 910 ~ 960 ℃,模拟卷取温度 570 ℃,热轧板厚度控制在 2.20 ~ 2.30 mm。热

轧硅钢经 2% ~ 5% 稀盐酸酸洗浸泡, 温度在 50 ~ 60 °C, 酸洗时间约 1.5 h。

为了分析常化工艺对普通取向硅钢磁性的影响, 对部分热轧板进行了常化处理, 采取两段式常化; 热轧板在 N₂ 保护下经 1 200 °C, 3.5 min 第 1 段常化后, 以 ≤ 15 s 空冷, 再经 930 °C, 3 min 第 2 段常化, 之后空冷到 900 °C 淬在开水中。

热轧板(或常化板)从 2.20 ~ 2.30 mm 厚一次冷轧后的中间厚度设定为 0.65 mm 和 0.75 mm 两个厚度, 一次冷轧总压下率(ϵ) 在 60% ~ 80%。中间退火主要采用再结晶式的软化退火, 为第 2 次冷轧作塑性变形和部分脱碳准备, 使碳含量控制在 $(120 \sim 400) \times 10^{-6}$ 内, 目标为 250×10^{-6} 。第 2 次

冷轧总压下率(ϵ) 在 50% ~ 65%, 成品厚度控制在 0.28 ~ 0.29 mm。冷轧到成品厚度的钢带在箱式退火炉内进行脱碳退火, 脱碳后碳含量 $< 50 \times 10^{-6}$ 。高温退火在管式氢气保护炉中进行, 炉温 1 200 °C, 保温时间 8 h。

2 结果与讨论

将高温退火后的样品用酸清洗后在 TYU-2000A 型软磁材料测试仪上进行磁性能测试。磁性能采用单片试验测量方法测试, 试样尺寸 30 mm × 300 mm, 在 1.7 T 和 50 Hz 条件下测量铁损 P_{17} , 在磁场强度为 800 A/m 条件下测量磁感应强度 B_8 , 磁性能测量结果如图 1 和表 2 所示。

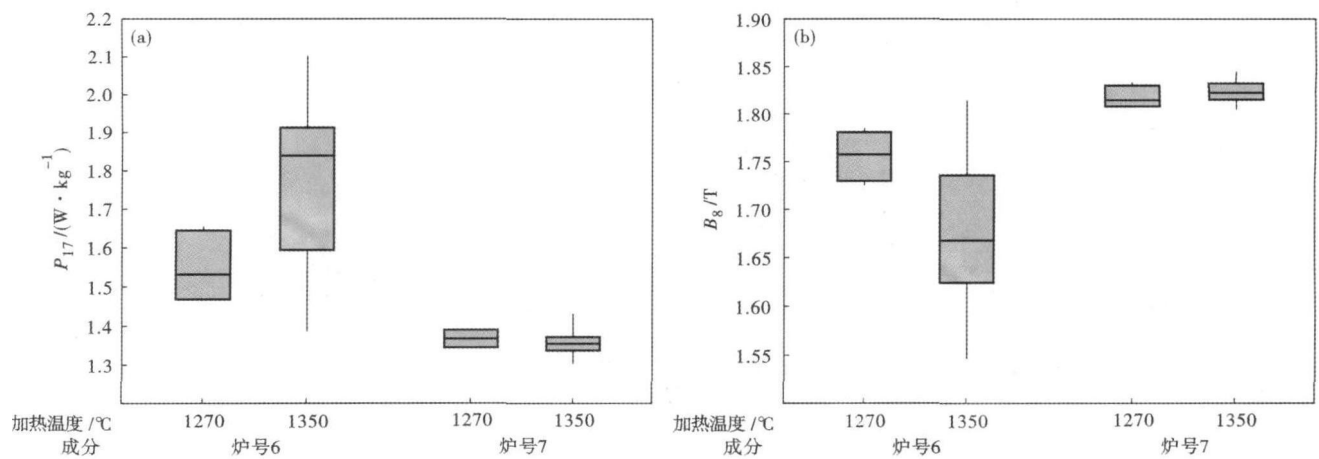


图 1 化学成分、加热温度对普通取向硅钢磁性的影响:(a)铁损 P_{17} ; (b)磁感应强度 B_8

Fig. 1 Effect of chemical composition and heat temperature on magnetic properties of conventional grain-oriented silicon steel: (a) iron loss P_{17} ; (b) magnetic induction B_8

2.1 化学成分对磁性的影响

取向硅钢化学成分的要求极严格, 规定的成分范围很窄, 成分略有波动对产品性能就有很大影响。

本试验共设计了两种不同的普通取向硅钢冶炼化学成分(表 1), 经过一系列相同的工艺处理后, 通过测量磁感应强度 B_8 和铁损 P_{17} 值, 确定最佳的化学成分, 测量结果如图 1 和表 2 所示。

从图 1 可以看到, 炉号 7 的绝大部分样品经过一系列相同的工艺处理后最终制成了 $P_{17} \leq 1.4$ W/kg, $B_8 \geq 1.8$ T 的取向硅钢, 而炉号 6 的样品以失败告终。

从表 1 可以看到, 炉号 6 样品的 C、Mn、S 含量都较炉号 7 样品偏低, 而 P 含量较炉号 7 样品偏高。

碳是扩大 γ 相区的元素, 它使热轧时 γ -相数量增多, 在保证 γ -相数量为 20% ~ 30% 时, 热轧板组

织细化并为层状分布的细形变晶粒和小的再结晶晶粒, 初次晶粒细小均匀^[1-3]。在取向硅钢中碳含量与硅含量有密切关系。硅含量提高, 碳含量也要相应提高, 以保证热轧过程中有 20% ~ 30% 数量的 γ -相。若 γ -相数量不在此范围内, 易出现线晶或小晶粒, 如图 2(a, b) 所示, 这都使二次再结晶不完善。炉号 6 样品碳含量偏低, 而 Si 含量却与炉号 7 样品相当, 这可能是造成炉号 6 样品二次再结晶不完善, 磁性较差的原因之一。

另外, 原始碳含量过低, 也容易造成中间退火后碳含量偏低。从表 2 可以看到, 中间退火后取样检测, 炉号 6 样品的碳含量均脱至 0.01% 左右, 造成碳含量过低。碳含量太低时细小碳化物数量减少, 初次晶粒不均匀, (110) 组分减弱, 二次晶粒大且位向不准。这也可能是造成炉号 6 样品二次再结晶不

表2 中间退火、脱碳退火后普通取向硅钢的碳含量及磁性能
Table 2 Carbon content and magnetic properties of conventional grain-oriented silicon steel after interannealing and decarburizing annealing

炉号	试样号	中间退火后 C含量/%	脱碳退火后 C含量/%	$P_{17}/$ ($W \cdot kg^{-1}$)	$B_8/$ T
6	611	0.008	0.003	1.990	1.603
	611	0.008	0.003	2.107	1.545
	622	0.011	0.004	1.887	1.606
	622	0.011	0.004	1.852	1.660
7	751	0.018	0.004	1.348	1.833
	751	0.018	0.004	1.344	1.841
	0751	0.018	0.004	1.365	1.830
	0751	0.018	0.004	1.416	1.816
	752	0.021	0.005	1.309	1.833
	752	0.021	0.005	1.406	1.805
	0752	0.021	0.005	1.355	1.838
	0752	0.021	0.005	1.357	1.820

注:每个编号在高温退火时都任意选取了两片前工艺参数相同的 $30\text{ mm} \times 300\text{ mm}$ 试样同时进行高温退火。试样号首位数字“0”代表该样品经过常化处理,末位数字为“1”、“2”分别代表中间厚度为 0.65 mm 、 0.75 mm 。

完善,磁性较差的另外一个原因。

MnS 是普通取向硅钢的重要抑制剂,炉号 6 样品成分中 S 和 Mn 含量都偏低,这可能会造成抑制剂数量不足,抑制力不强,导致二次再结晶不完善,进而引发磁性较差。

此外,较低的磷含量可以使热轧板中 MnS 分布更均匀,磁性好且稳定。而炉号 6 样品中 P 含量偏高,这也可能是导致最终磁性较差的原因之一。

2.2 加热温度对磁性的影响

共设计了两种加热温度,一种是高温加热,加热温度在 $1\ 350 \sim 1\ 400\text{ }^\circ\text{C}$;一种是中温加热,加热温度在 $1\ 220 \sim 1\ 320\text{ }^\circ\text{C}$ 。

排除化学成分设计不合适的炉号 6 样品,结合图 1 中炉号 7 样品的磁性能结果可以看到,采用中温加热 ($1\ 220 \sim 1\ 320\text{ }^\circ\text{C}$) 法生产的普通取向硅钢较高

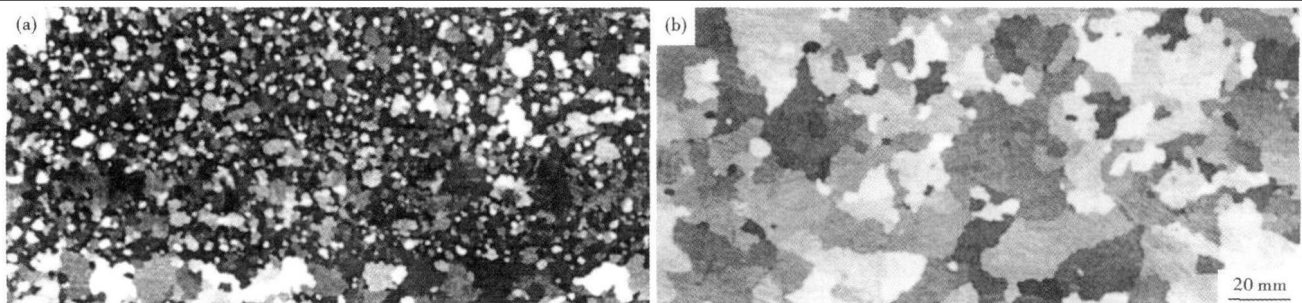


图2 未经常化处理普通取向硅钢典型成品低倍组织形貌:(a)炉号6,中间轧板厚度 0.65 mm ; (b)炉号7,中间轧板厚度 0.75 mm
Fig. 2 Typical macrostructure morphology of conventional grain-oriented silicon steel, non-normalizing: (a) heat No.6, intermediate rolled sheet thickness 0.65 mm ; (b) heat No.7, intermediate rolled sheet thickness 0.75 mm

温加热法生产的取向硅钢铁损值偏高,磁感值偏低。

普通取向硅钢的成分设计是在以 MnS 为抑制剂的基础上进行的。在平衡状态下 MnS 固溶温度约为 $1\ 320\text{ }^\circ\text{C}$, Cu_{18}S 约为 $1\ 250\text{ }^\circ\text{C}$ 。在中温加热条件下,部分粗大 MnS 难于固溶,在随后的热轧过程中析出的细小弥散状 MnS 数量相应减少,造成抑制力降低,二次再结晶不完善,磁性下降。

但加热温度太高对磁性也会造成不利影响。有关文献和实验证明,铸坯厚度方向中心区温度为 $1\ 360\text{ }^\circ\text{C}$ 时,晶粒 100% 长大,产品出现线晶; $1\ 345\text{ }^\circ\text{C}$ 时,72% 晶粒长大,产品无线晶^[1]。因此,控制中心区温度为 $1\ 310 \sim 1\ 340\text{ }^\circ\text{C}$,若加热温度过高,则会超出此温度范围,造成对成品磁性不利的线晶或混晶。

此外,加热温度也受碳含量的影响。综合表 1、表 2 及图 1 可以看到,虽然经上述化学成分对磁性影响的分析,得到结论炉号 6 的样品不适宜生产普

通取向硅钢,但少部分炉号 6 中温加热的样品还是制成了低品质的取向硅钢。这说明在普通取向硅钢生产过程中,当碳含量较低时,加热温度也应适当降低,以保证热轧后无粗大纤维状组织,因为这些粗大纤维状组织在后续的冷轧及中间退火和脱碳退火过程中很难彻底消除。

2.3 常化工艺对磁性的影响

对部分炉号 7 样品进行了常化处理,其结果见表 2 所示。从表 2 的磁性结果来看,常化处理对最终样品的磁性结果影响不是很明显。因此,从节能和提高效率的角度出发,在普通取向硅钢的大生产实践中,完全可以省去常化工艺。

2.4 不同中间厚度对磁性的影响

以 MnS 为主要抑制剂的普通取向硅钢第 1 次冷轧压下率通常为 $60\% \sim 70\%$,中间退火后再经 $50\% \sim 60\%$ 的压下率进行第 2 次冷轧。第 2 次冷轧压下率 $> 60\%$ 时,由于抑制能力不足,导致初次晶粒

长大,磁性降低^[4]。在本研究中,由于普通取向硅钢中添加了 Cu 元素,加强了抑制能力,因此任意选了 9 组 18 片化学成分和其他工艺参数均相同的炉号 7 样品试验了 0.65 mm 与 0.75 mm 两种中间板厚度,分别对应于冷轧压下率为 56% 和 62%,从磁性测量结果得出,这两种中间板厚度对最终磁性能影响的区别不是很明显,即在生产 0.30 mm 厚普通取向硅钢时,第 2 次冷轧总压下率(ε)在 50% ~ 65% 内均可。文献及试验亦表明^[5,6],当控制二次压下率为 55% 时,能保证得到均匀的一次晶粒和适量的高斯晶核,并能积累足够的(110)[001]组分,二次压下率控制不当会造成高斯晶粒的不足,甚至不能形成,从而使磁性下降。

2.5 二次再结晶温度对磁性的影响

取向硅钢的最大特点是二次再结晶,发生二次再结晶的驱动力是它的晶界能。高温退火时,初次再结晶基体中各种取向的晶粒具有不同的长大能力,随着温度的升高,长大能力都在增加,而不同取向的晶粒其长大能力的增加是不同的,其中以密勒指数(110)[001]的高斯取向的晶粒长大速度最快。加热时初次晶粒的长大因受晶界上呈网状分布的有利夹杂物抑制,只能缓慢长大,随着温度的提高,抑制能力下降,当温度达到某一值时,高斯晶核获得足够的能量迅速吞食其他取向的晶粒而长大,抑制力瓦解(即 MnS 开始固溶),这样就完成了二次再结晶,这时的温度称为二次再结晶温度。

把握好二次再结晶温度对合理地控制高温退火工艺是非常关键的。为了确定合适的高温退火工艺,选取了部分样品进行了二次再结晶温度试验。将脱碳退火后的试样快升温到 900 °C 以上某一温度,在 30% H₂ + 70% N₂ 混合气氛保护下保温 1 h,到达时间后,在炉内冷却段停留 5 min 后取出,经酸

浸后观察其二次再结晶发生情况,试验条件及结果见表 3 所示。二次再结晶温度试验后样品晶粒形貌、大小、分布与高温退火后样品基本相同,可参见图 2(a,b) 所示。

二次再结晶温度试验结果表明,900 °C 均未发生二次再结晶,1 000 °C 二次再结晶状况欠佳,950 °C 发生二次再结晶状况最佳。1 000 °C 情况下二次再结晶发生情况之所以欠佳,是因为升温速率太快,在能够发生二次再结晶最佳温度区附近(试验表明为 950 °C 左右)没有足够的时间完成二次再结晶。

3 结论

(1) 在以 MnS 为抑制剂的普通取向硅钢化学成分设计中,各主要元素合适的成分范围为(%) : 0.03 ~ 0.05C、2.9 ~ 3.1Si、0.05 ~ 0.10Mn、0.015 ~ 0.030S。此外可添加 0.1% ~ 0.5% Cu。

(2) 含 Cu 普通取向硅钢合适的加热温度和热轧制度为:1 380 °C 左右加热,1 160 °C 左右开轧,终轧温度控制在 930 ~ 960 °C。

(3) 在生产 0.30 mm 普通取向硅钢时,第 2 次冷轧总压下率 ε 在 50% ~ 65% 均可。

(4) 中间退火后控制碳含量在 0.02% 左右,以免造成脱碳过量。

(5) 常化处理对含 Cu 普通取向硅钢磁性没有显著改善作用。因此,为降低成本,在实际生产过程中常化工艺可省去。

山西省科技攻关项目计划基金资助项目(编号 2007031123-01)

参考文献

- 何忠治. 电工钢,北京:冶金工业出版社,1997
- Im H B, Won D Y. Role of Carbon and Cold Work on the Secondary Recrystallization in Boron Silicon-Iron Alloys. IEEE Transactions on Magnetics, 1982, 18(6): 1490
- Yang H G, Lee H G, Won D Y, et al. Effects of Carbon Content on the Secondary Recrystallization in Boron-silicon Iron Alloys. IEEE Transactions on Magnetics, 1983, 19(5): 2018
- 何忠治,张信钰,周宗全. 冷轧晶粒取向硅钢片的研究. 金属学报, 1964, 7(2): 165
- 孙 斌,蒋漫文,黄雄源. 0.20 mm 取向硅钢薄带的工艺及磁性研究. 湖南冶金, 2004, 32(5): 24
- 王健安. 金属学与热处理. 北京:机械工业出版社,1987

董爱锋(1976-),女,博士(中国科学院物理研究所),高级工程师,1999 年北京科技大学毕业,取向硅钢新产品的开发。

收稿日期:2011-09-15

表 3 普通取向硅钢二次再结晶温度试验条件及结果
Table 3 Experiment conditions and results for secondary recrystallization temperature of conventional grain-oriented silicon steel

试样号	试验温度/°C		
	900	950	1 000
611	均未发生二次再结晶	发生了二次再结晶,但大小晶粒很杂乱,晶界不清晰,参见图 2(a)。	二次再结晶欠佳,晶粒细小、杂乱,晶界很不明显,试样中部沿轧向出现线晶状。
752	均未发生二次再结晶	发生了二次再结晶,晶粒较试样号 611 的大,参见图 2(b)。	二次再结晶欠佳,但晶界较试样号 611 清晰,晶粒尺寸较试样号 611 大。