

热轧板常化工工艺对取向硅钢冷轧板退火组织和性能的影响

唐刚 赵刚 鲍思前 王锋 李黎 李方方

(武汉科技大学钢铁冶金及资源利用省部共建教育部重点实验室, 武汉 430081)

摘要 试验研究了取向硅钢(成分: 0.046C, 3.07Si, 0.09Mn, 0.029P, 0.004S, 0.005Al, 0.001Ti, 0.0014O, 0.0096N) 2.66 mm 热轧板1 100 °C 2 min 空冷 10 s 至 960 °C 3min 空冷常化后, 经一次冷轧, 中间退火, 二次冷轧 0.3 mm 板, 820 °C 5 min 空冷初次再结晶退火, 并经1 050 °C 空冷二次再结晶退火后的组织、织构和磁性能。通过对比常化和无常化样品的初次再结晶退火后试样以及二次再结晶退火后试样的组织和性能, 得出常化工工艺对退火过程的影响。结果表明, 热轧板常化处理可以降低冷轧板初次退火后的初次再结晶晶粒尺寸, 使 Σ_9 晶界和大角度晶界百分含量增加, 高斯取向晶粒含量增加, 还可以使二次再结晶晶粒增大, 提高磁感应强度、降低铁损。

关键词 取向硅钢 常化 冷轧板 初次再结晶退火 二次再结晶退火 组织 织构 磁性能

Effect of Hot-Rolled Plate Normalization Process on Structure and Properties of Annealed Cold-Rolled Sheet of Oriented Silicon Steel

Tang Gang, Zhao Gang, Bao Siqian, Wang Feng, Li Li and Li Fangfang

(Key Laboratory for Ferrous Metallurgy and Resources Utilization of Ministry of Education, Wuhan University of Science and Technology, Wuhan 430081)

Abstract The structure, texture and magnetic performance of annealed cold-rolled sheet of oriented silicon steel (成分: 0.046C, 3.07Si, 0.09Mn, 0.029P, 0.004S, 0.005Al, 0.001Ti, 0.0014O, 0.0096N) from 2.66 mm hot-rolled plate normalizing at 1 100 °C for 2 min, air cooling for 10 s to 960 °C for 3 min, air cooling, then first cold-rolling, process annealing and second cold-rolling to 0.3 mm sheet, and through primary recrystallizing annealing at 820 °C for 5 min, air cooling and secondary recrystallizing annealing at 1 050 °C, air cooling have been tested and studied. As contrasted to the structure and properties of primary recrystallizing annealed samples and secondary recrystallizing annealed samples without via hot-rolled plate normalizing process, the effect of normalizing process on annealing process is obtained. Results show that the normalizing treatment of hot-rolled plate may decrease the primary recrystallizing grain size of the primary annealed cold-rolled sheet, increases the percentage of Σ_9 grain boundaries and high-angle grain boundaries, improves the content of Goss orientation grains, and can coarsen the secondary recrystallizing grains, enhance the magnetic induction and decrease the iron loss.

Material Index Oriented Silicon Steel, Normalizing, Cold-Rolled Sheet, Primary Recrystallization Annealing, Secondary Recrystallization Annealing, Structure, Texture, Magnetic Performance

常化工工艺是生产取向硅钢过程中非常重要的一个环节, 热轧硅钢板的常化工工艺是为了使板坯软化, 便于冷轧; 同时还可以使抑制剂重新固溶, 细化抑制剂颗粒, 对后续冷轧、初次再结晶和二次再结晶的织构有重大影响, 也决定了最终的组织 and 磁性能; 本文的主要研究内容是通过对比常化和无常化硅钢板的初次再结晶退火和二次再结晶退火后的组织、织构以及磁性能的对比, 研究常化对初次再结晶退火和二次再结晶退火的影响。

1 试验方法

本次试验所用样品来自实验室自制取向硅钢热轧板, 其化学成分如表 1。

表 1 试验用取向硅钢化学成分 / %

Table 1 Analysis of test oriented silicon steel / %

C	Si	Mn	P	S	Al	Ti	O	N
0.046	3.07	0.09	0.029	0.004 4	0.005	0.001 2	0.001 4	0.006 9

实验室自制取向硅钢热轧板, 终轧温度 950 °C, 空冷至室温, 其金相组织如图 1(a)。

研究表明, 取向硅钢初次再结晶退火的温度为 820 °C, 时间 5 min 时, 退火后晶粒大小、织构含量等数据较为理想, 二次再结晶退火的升温速度为 50 °C/h, 升温到 1 050 °C 时, 二次再结晶基本完成^[1]。因此, 制定试验方案如下:

将一块厚度为 2.66 mm 的实验室自制取向硅钢热轧板经过二段式常化, 具体过程: 第 1 步, 1 100 °C

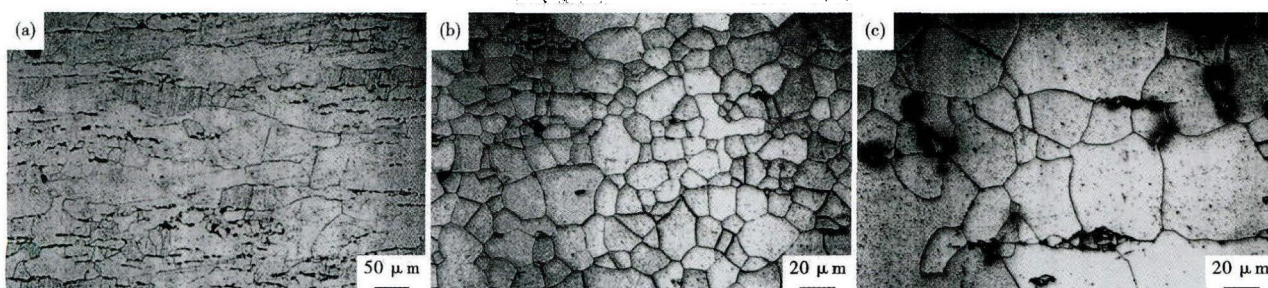


图1 3.07% Si取向硅钢的组织形貌:2.66 mm热轧板(a);常化处理的热轧板轧成的0.3 mm冷轧板初次再结晶退火后(常化样品)(b);由未经常化处理的热轧板轧成0.3 mm冷轧板初次再结晶退火后(无常化样品)(c)

Fig.1 Morphology of structure of 3.07% Si oriented silicon steel: 2.66 mm hot-rolled plate (a); primary recrystallization annealed 0.3 mm cold-rolled sheet from hot-rolled plate via normalizing process (normalized sample) (b) and primary recrystallization annealed 0.3 mm cold-rolled sheet from hot-rolled plate without via normalizing process (non-normalized sample) (c)

保温2 min,第2步,空冷10 s,降温至960 ℃,3 min,空冷;然后依次经过一次冷轧、中间退火、二次冷轧至0.3 mm厚、在820 ℃ 5 min初次再结晶退火、空冷并取样、二次再结晶退火(升温速度50 ℃/h,经21 h升温至1 050 ℃)、空冷并取样。

再另取一块厚度为2.66 mm的实验室自制取向硅钢热轧板,不经常化,直接依次进行一次冷轧、中间退火、二次冷轧至0.3 mm厚、在820 ℃ 5 min初次再结晶退火、空冷并取样、二次再结晶退火(升温速度50 ℃/h,经21 h升温至1 050 ℃)、空冷并取样。

以上4个样品,分别用水磨砂纸打磨,并进行机械抛光,再进行金相组织观察,最后电解抛光,并进行EBSD试验。

2 金相及晶粒大小分析

图1(a)为热轧板组织形貌,图1(b)和(c)为常化和无常化样品的820 ℃ 5 min初次再结晶退火以及二次再结晶退火1 050 ℃时的组织形貌。

先看初次再结晶退火时的金相组织,对比图1(b)和(c)可以发现,常化后初次再结晶退火的样品晶粒细小均匀,而无常化初次再结晶退火的样品晶粒粗大,且大小不均,这是由于没有经过常化工艺,抑制剂没有充分固溶,导致抑制剂不足,且抑制剂分布不均造成的;再对比1 050 ℃时的金相组织(图2a和b),发现经过常化后的样品二次再结晶晶粒尺寸明显比无常化工艺的样品大;可见,常化工艺对初次再结晶退火和二次再结晶退火后的晶粒大小影响较大。

表2为EBSD试验得出的平均晶粒尺寸及再结晶百分比。

从表2中可以得出,常化后初次再结晶退火晶粒尺寸是无常化初次再结晶退火晶粒尺寸的1.7

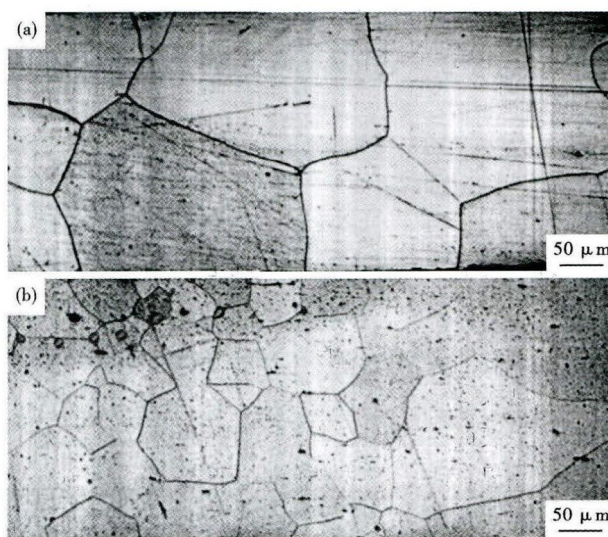


图2 常化样品(a)和无常化样品(b)1 050 ℃二次再结晶退火后的组织形貌

Fig.2 Structure morphology of normalized sample (a) and non-normalized sample (b) secondary recrystallizing-annealed at 1 050 ℃

表2 经常化和未经常化工艺的冷轧板初次、二次再结晶退火的晶粒尺寸及再结晶率

Table 2 Grain size and recrystallization rate of primary and secondary recrystallizing annealed cold-rolled sheet from hot-rolled plate via and without via normalizing process

工艺	再结晶退火/ μm		再结晶率/%
	初次	二次	
常化	14.50	986.68	92.25
无常化	24.67	464.54	97.30

倍,到二次再结晶退火时,常化后样品的晶粒尺寸反而是无常化样品晶粒尺寸的2.1倍,这是由于无常化样品的抑制剂数量不足,初次再结晶晶粒尺寸过大,储能不足,导致二次再结晶时动力不足造成的;因此,常化作用对初次再结晶和二次再结晶的有利作用显而易见;再从再结晶率来看,常化和无常化样

品的再结晶率都在 90% 以上,且相差不大,说明常化对再结晶率影响不大。

3 重合位置点阵(CSL)

如果有两个点阵(L1 和 L2)互相穿插,一般把 L1 点阵作为参考点阵,而获得两晶粒取向的其他所有转换都由 L2 来完成,当两个点阵的相对取向确定以后,L2 点阵就可以由 L1 点阵绕公共轴[uvw]旋转 θ 角度而获得互相穿插的 L1 和 L2 点阵,如果有点阵重合,这些点阵将构成周期性的相对于 L1 点阵和 L2 点阵的超点阵,这个超点阵就是 CSL,超点阵晶胞与实际点阵单胞体积之比记为 Σ (它只取奇数);当 $\Sigma = \infty$ 时,表示两个穿插的点阵之间完全不相符;当 $\Sigma = 1$ 时,则两个点阵的点阵全部相符,也就是两个点阵是同一点阵。如果晶粒之间的晶界通过两个晶粒之间的 CSL 的密排或较密排面,则两个晶粒在晶界处的原子有较好的匹配,晶界的核心能就较低,并且晶界长程应变场的作用范围和晶界结构的周期相近,这样,晶界的弹性应变能随 Σ 减小和随晶界周期缩短而降低,这就是研究 CSL 的意义^[2]。

由 EBSD 试验得出的 CSL 晶界分布图和具体分布数据见表 3。

研究表明, Σ_9 晶界是最利于高斯晶粒长大的易活动晶界,而 Σ_5 晶界则仅次于 Σ_9 ,也十分利于高斯晶粒长大,同时,在二次再结晶过程中, Σ_3 晶界具有很高的迁移率,十分有利于二次晶粒的长大。

表 3 经常化和未经常化的样品 CSL 分布数据

Table 3 CSL distribution data for sample via and without via normalizing process

工艺	Σ_1	Σ_3	Σ_5	Σ_7	Σ_9	Σ_{11}
常化	0.62	3.91	0.57	1.13	0.96	0
无常化	0.98	0.10	0.10	0	0	0

通过对比可以发现,无常化样品中 Σ_9 、 Σ_5 、 Σ_3 含量都远小于常化样品,这对高斯晶粒的长大十分不利^[3]。

4 晶粒取向差分析

根据大角度晶界理论,又称为高能晶界理论,认为取向差在 $20^\circ \sim 45^\circ$ 之间的高能晶界具有更多的缺陷,高斯晶粒更容易形核、长大^[4]。图 3 为常化与无常化样品初次再结晶退火后晶粒取向差比较。

从图 3(a)中可以发现,常化后样品初次再结晶晶粒取向差在 $20^\circ \sim 45^\circ$ 之间有一个明显的波峰,说明有大角度取向差晶界聚集,有利于高斯晶粒的形核和长大;而图 3(b)中无常化样品的初次再结晶晶粒取向差没有明显波峰, $20^\circ \sim 45^\circ$ 之间的取向差晶粒体积分数并不占优势,不利于高斯晶粒的形核和长大。

5 组织和磁性能

分析认为 $\{111\} \langle 11\bar{2} \rangle$ 取向晶粒跟高斯晶粒正好满足高迁移率晶界的取向关系,高斯取向晶粒会通过较快的晶界迁移而大量吞食 $\{111\} \langle 11\bar{2} \rangle$ 取向的晶粒,但是 $\{111\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$ 结构是一种强烈削弱二次再结晶高斯结构强度的结构^[5]。而 $\{012\} \langle 001 \rangle$ 结构是一种促进二次再结晶发展并最终有利于提高二次再结晶磁感和降低铁损的结构^[6]。

图 4 为常化和无常化样品的 ODF(取向分布函数 Orientation Distribution Function) 45° 截面图。

将图 4(a)和(b)与标准 ODF 45° 截面结构分布图对比发现,常化样品的结构在 γ 取向线附近聚集,且有 3 个聚集点,位于 $\{111\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$ 和 $\{111\} \langle 11\bar{2} \rangle$ 附近,还有少量高斯结构,但强度不高;无常化样品的结构分布较散漫;且常化后结构最高强度

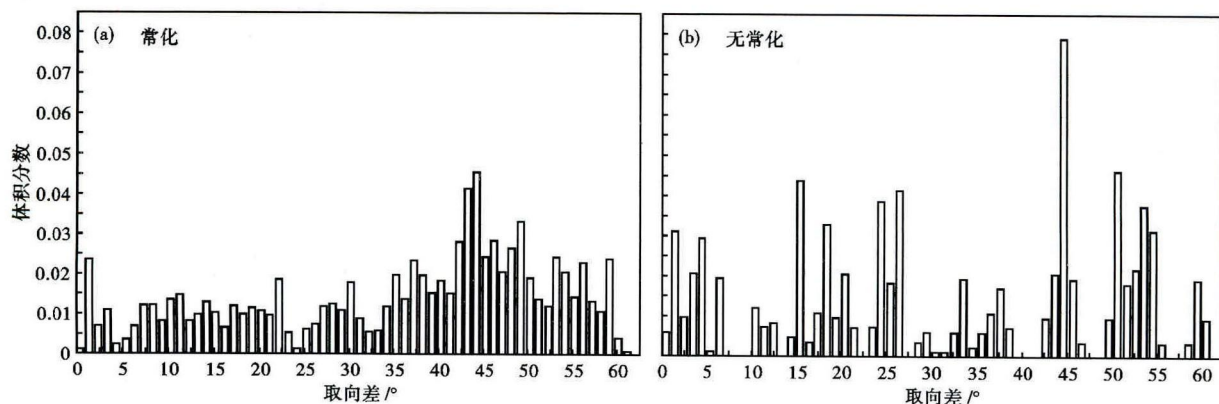


图 3 常化样品(a)和无常化样品(b)晶粒取向差分布

Fig. 3 Distribution of grain mis-orientation of normalized samples (a) and non-normalized samples (b)

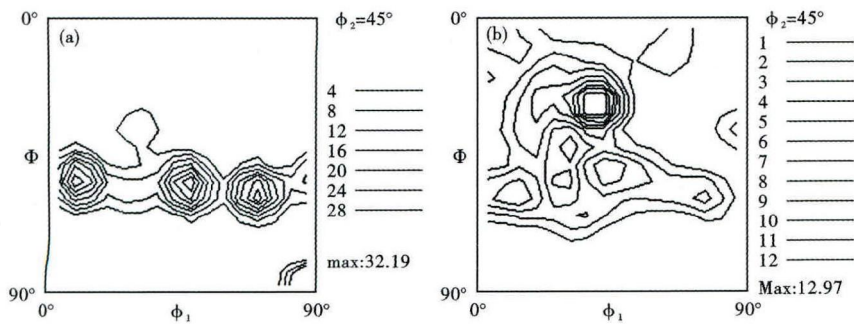


图 4 常化样品 (a) 和无常化样品 (b) 取向分布函数 (ODF) 45° 截面图

Fig. 4 Orientation distribution function 45° sectional view of normalized samples (a) and non-normalized samples (b)

的磁感应强度 B_8 和铁损值 $P_{1.7}$ 分别为 0.42 T、2.93 W/kg。与常化样品相比,无常化样品的磁感应强度和铁损值不理想。可见,常化可以提高磁感应强度并降低铁损。

6 结论

(1) 常化对初次再结晶的影响体现为:降低了初次再结晶晶粒尺寸大小;有利于高斯晶粒长大的 Σ 晶界百分含量增加,高能晶界含量增加;高斯

织构含量增加,且对高斯织构生长有利的 $\{111\} <11\bar{2}>$ 织构含量增加。

(2) 常化对二次再结晶的影响体现为:可以使二次再结晶晶粒尺寸增大,且磁感应强度增加,降低铁损。

2012 国家自然科学基金项目 (51274155) 和 (51104109) 资助

参考文献

[1] 李志超,杨平,崔凤娥,等.取向硅钢二次再结晶行为分析[J].电子显微学报,2010,29(1):709-715.
 [2] 杨平.电子背散射衍射技术及其在应用[M].北京:冶金工业出版社,2007:43-44.
 [3] 朱业超.常化处理取向硅钢初次到二次再结晶织构变化[J].钢铁技术,2008,46(2):54-58.
 [4] 黄孝瑛,刘宗滨,陈佩兰.取向硅钢常化处理微观结构的 TEM 研究[J].电子显微学报,1990,33(3):204.
 [5] 金文旭,邹扬,崔凤娥,等. HiB 钢中高斯织构形成过程的 EBSD 分析[J].中国体视学与图像分析,2009,14(1):55-59.
 [6] 吴学亮,刘立华,史文,等.取向硅钢初次再结晶组织结构的的研究[J].上海金属,2010,32(3):28-33.

唐刚(1987-),男,硕士研究生(武汉科技大学),2011年武汉科技大学(本科)毕业,金属热处理及组织性能研究。E-mail:767665606@qq.com

收稿日期:2014-09-21

表 4 常化样品和无常化样品典型结构的含量(取向偏差为 20°) / %

Table 4 Content of typical texture in normalized sample and non-normalized sample, orientation deviation 20° / %

工艺	高斯			
	$\{110\} <001>$	$\{111\} <11\bar{2}>$	$\{111\} <1\bar{1}0>$	$\{012\} <001>$
常化	11.8	62.3	29.9	15.4
无常化	2.4	13.6	11.3	5.2

为 32.19,远高于无常化后织构最高强度 12.97。

表 4 根据初次再结晶试验的 EBSD 数据处理出来的对二次再结晶影响较大的几种织构的具体含量(取向偏差 20°)。

从表 4 数据中可以看出,常化样品中的高斯织构含量是无常化样品中高斯织构含量的将近 5 倍;而对高斯织构长大极为有利的 $\{111\} <11\bar{2}>$ 织构,常化样品中的含量是无常化样品中含量的 3 倍;另外 $\{012\} <001>$ 织构含量常化样品仍然是无常化样品的 4.5 倍;稍有不足的是不利 $\{111\} <1\bar{1}0>$ 织构,常化样品比无常化样品要高。综合看来,常化后样品对二次再结晶的有利织构占很大优势。

对常化和无常化二次再结晶 1050 °C 样品的磁性检测结果为:常化后样品的磁感应强度 B_8 (8 A/cm 的磁场下测定的磁感应强度值) 和铁损值 $P_{1.7}$ (磁感应强度在 1.7 T 和频率为 50 Hz 下测定的铁芯损耗值) 分别为 1.57 T、1.72 W/kg;无常化样品

欢迎订阅 2015 年《特殊钢》杂志

全国各地邮局均可订阅(可破订)

邮发代号:38-183

定价:16.00 元/期 96.00 元/年

邮编:435001

地址:湖北省黄石市黄石大道316号新冶钢-大冶特殊钢股份有限公司《特殊钢》杂志社