

初次再结晶退火对模拟 CSP 含 Cu Hi-B 硅钢组织和织构的影响

黄明柱 赵 刚 曹靖威 胡致铨 陈佳丽 李海龙 肖 欢
(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 在实验室用模拟 CSP 工艺试制 Hi-B 高磁感取向硅钢薄板(/% : 0.07C, 3.02Si, 0.13Mn, 0.020P, 0.006S, 0.21Cu, 0.025Cr, 0.016Al, 0.004Sn), 该钢经 25 kg 真空感应炉熔炼, 铸成 41 mm × 120 mm 板坯-热轧成 2 mm 板-1 120 ℃ 常化-冷轧成 0.27 mm 薄板。研究了 830 ~ 870 ℃, 3 ~ 7 min 退火对再结晶组织和织构的影响。结果表明, 0.27 mm 含 Cu Hi-B 高磁感取向硅钢板的合适退火工艺为 830 ℃ 5 min, 其平均晶粒尺寸为 15.6 μm, 不利织构 {111} <110> 和 {001} <110> 含量较低, 有利织构 {111} <112> 分布合理, 有利于在二次再结晶退火过程形成良好的高斯组织。

关键词 含 Cu Hi-B 高磁感取向硅钢 模拟 CSP 工艺 初次再结晶退火 组织 织构

Effect of Primary Recrystallization Annealing on Structure and Texture of Cu-Bearing Hi-B Silicon Steel Produced by Simulating CSP Process

Huang Mingzhu, Zhao Gang, Cao Jingwei, Hu Zhiquan, Chen Jiali, Li Hailong and Xiao Huan
(Key Laboratory for Ferrous Metallurgy and Resources Utilization of Ministry of Education, Wuhan University of Science and Technology, Wuhan 430081)

Abstract The sheet of Hi-B high magnetic induction oriented silicon steel (/% : 0.07C, 3.02Si, 0.13Mn, 0.020P, 0.006S, 0.21Cu, 0.025Cr, 0.016Al, 0.004Sn) is produced by simulating CSP process in laboratory, the steel is melted by a 25 kg vacuum induction furnace, cast to 41 mm × 120 mm slab, hot-rolled to 2 mm plate, normalized at 1 120 ℃ and cold rolled to 0.27 mm sheet. The effect of annealing at 830 ~ 870 ℃ for 3 ~ 7 min on recrystallized structure and texture of steel has been studied. Results show that the suitable annealing process for 0.27 mm sheet of Cu-bearing Hi-B high magnetic induction oriented silicon steel is at 850 ℃ for 5min, its average grain size is 15.6 μm, the relative level of adverse texture {111} <110> and {001} <111> is lower and the distribution of favorable texture {111} <112> is reasonable that is available to form favorable Goss texture in secondary recrystallization annealing process.

Material Index Cu-Bearing Hi-B High Magnetic Induction Oriented Silicon Steel, Simulating CSP Process, Primary Recrystallization Annealing, Structure, Texture

Hi-B 钢是应用最多的软磁合金。CSP 技术由于省去了轧件的冷却以及加热过程, 节省了能源, 同时提高了生产效率^[1]。Hi-B 钢之所以具有良好的磁性能与其抑制剂控制下的晶粒异常长大有关^[2]。但是, 由于 CSP 设备条件限制, 在均热阶段温度不够, 使得原有的 MnS、AlN 抑制剂无法充分固溶。因此, 同样具有抑制剂作用的 Cu₂S 在 CSP 工艺生产 Hi-B 钢上存在可行性。初次再结晶过程是 Hi-B 钢生产过程中的一个重要环节, 起到将冷轧样品进行再结晶让高斯织构重新形成并且除去多余碳元素的作用^[3]。

1 实验方法

本实验采用武汉科技大学高精度轧制重点实验

室模拟 CSP 试制的含 Cu 高磁感取向硅钢为实验基板, 其化学成分为(/%): 0.07C, 3.02Si, 0.13Mn, 0.020P, 0.006S, 0.21Cu, 0.025Cr, 0.004Sn, 0.016Al。冶炼过程采用 ZGJL0.025-100-2.5P 真空感应炉, 容量为 25 kg。热轧板铸坯样品尺寸(mm)为 210 × 120 × 41(长 × 宽 × 高), 实验板坯在 1 120 ℃ 下均热, 经过(mm)41 → 28 → 18 → 10 → 5.5 → 3.5 → 2 共计 7 道次热轧, 终轧温度为 900 ℃。经 1 120 ℃ 的常化退火、酸洗、压下率为 87% 的冷轧后得到厚度为 0.27 mm 的冷轧样品。采用正交实验的方法进行初次再结晶退火工艺的探索, 实验的保护气体为氮气, 设定退火温度分别为 830、850、870 ℃, 退火时间分别设为 3、5、7 min。将退火后的样品切割成(mm)10 × 10 × 0.27 的样品, 经导电型镶嵌、机械抛光、去

应力腐蚀后得到 EBSD 数据采集样品。在耐火材料与冶金国家重点实验室采用 NOVA400 NanoSEM 场发射扫描电子显微镜进行 EBSD 数据采集。

2 实验结果与分析

不同退火工艺下样品的编号、退火工艺参数和平均晶粒尺寸如表 1 所示。再结晶退火工艺是连接冷轧和高温退火之间重要的工艺,其主要是利用冷轧时储存了高能量的变形组织,热激活转变为稳定的,能量储存低的再结晶组织,其目的主要是均匀组织,使晶粒在一个合理的尺寸范围,使冷轧时暂时消失的高斯晶粒织构再次转变出现,为高温退火时提供良好的基体^[4]。

由表 1 可看出,在相同退火温度的条件下,晶粒尺寸随着退火时间的延长呈增大的趋势;在退火时间相同时,随退火温度的增高,平均晶粒尺寸显著增大。

影响取向硅钢磁性的主要因素是晶粒尺寸^[5]。获得较大晶粒的硅钢由于晶界减少,磁化阻力就减少,矫顽力也较小,因而磁滞损失也会降低,但是当晶粒过大时,则可能磁畴结构的改变造成的附加损失要比磁滞损失的降低更显著,结果使总的铁损增大。因此为了获得较理想的取向硅钢,希望二次再结晶退火后获得晶粒尺寸较大且结构比较均匀的组织^[6]。而为了能有效地促进高斯晶粒在二次再结晶时异常长大,初次再结晶退火之后的样品应该具有相对细小的晶粒尺寸、相对均匀的组织,这样更利于高温退火时二次再结晶的进行,形成良好的高斯织构组织^[7]。据研究,初次再结晶晶粒尺寸与二次再结晶晶粒长大的驱动力成反比,初次再结晶晶粒尺寸越小,其二次再结晶晶粒异常长大的驱动力越大,越有利于得到完善的高斯晶粒,成品的磁性能就越好^[8]。

在本实验所得样品中,T9 样品虽然组织较为均

匀,但是晶粒尺寸过大,在后续的高温退火工艺中,不利于高斯织构吞并其他的非高斯织构。T6、T7、T8 样品晶粒也较大,且晶粒大小不一,组织不均匀,不利于形成良好的二次再结晶组织。综上分析,T6、T7、T8、T9 四种工艺都不符合本实验钢种形成良好的二次再结晶组织的需求,下面将从织构方面对于 T1 ~ T5 样品作进一步比较分析。

取向硅钢的制造流程设计和工艺调控的核心目标是在高温退火中通过二次再结晶过程形成全高斯织构 $\{110\} \langle 001 \rangle$,据研究^[9],获得良好的二次再结晶组织需要 3 个前提条件:(1)初次再结晶中有足够强度的高斯取向晶粒,作为二次再结晶晶核;(2)具有可促进高斯晶粒异常长大的环境,如细小的初次再结晶晶粒,有利的初次再结晶织构(特别是高斯晶粒毗邻的晶粒取向,如 $\{111\} \langle 112 \rangle$ 织构等);(3)具有合适数量和尺寸的弥散分布的抑制剂。

表 2 为 T1 ~ T5 样品的主要典型织构具体含量。首先,要保证完善的二次再结晶,升温过程中必须有一定数量的高斯取向晶粒作为二次再结晶的晶核^[10]。在 T1 ~ T5 样品中,高斯织构含量由高到低依次为 T5、T4、T2、T3、T1。其中,T1、T3 的高斯织构含量过低,不利于二次再结晶获得良好的高斯组织。其次,较小偏差的高斯晶粒数目和较强的 $\{111\} \langle 112 \rangle$ 织构更有利于二次再结晶后强高斯织构的形成。强烈削弱二次再结晶后高斯织构强度的主要是 $\{111\} \langle 110 \rangle$ 取向晶粒^[11],且反高斯织构 $\{001\} \langle 110 \rangle$ 也会消散高斯晶粒织构的强度。纵观 T1 ~ T5 样品的相关织构,对于有利织构 $\{111\} \langle 112 \rangle$,T3 样品含量最多,T2 样品含量最少。对于不利织构 $\{111\} \langle 110 \rangle$,T5 样品含量最多,T2 样品含量最少。对于反高斯织构 $\{001\} \langle 110 \rangle$,T1 样品含量最高,其余 4 个样品含量相差无几。整体比较,T1、T3 样品由于高斯织构较少,且不利织构数量较多,不利于二次再结晶形成良好的高斯组织。T2、T4、T5 样品在各织构含量上各有利弊,因此需要从织构分布上进行进一步的分析讨论。

表 1 含 Cu Hi-B 钢冷轧薄板退火工艺和平均晶粒尺寸
Table 1 Annealing process and average grain size of cold-rolled sheet of Cu bearing Hi-B steel

编号	温度/℃	时间/min	晶粒尺寸/μm
T1	830	3	13.1
T2	830	5	15.6
T3	830	7	17.9
T4	850	3	22.8
T5	850	5	26.7
T6	850	7	30.6
T7	870	3	35.8
T8	870	5	50.2
T9	870	7	45.6

表 2 退火含 Cu Hi-B 钢冷轧薄板中主要织构含量/%
Table 2 Levels of main texture in annealed cold-rolled sheet of Cu-bearing Hi-B steel/%

编号	温度/℃	时间/min	$\{110\} \langle 001 \rangle$	$\{111\} \langle 112 \rangle$	$\{111\} \langle 110 \rangle$	$\{001\} \langle 110 \rangle$
T1	830	3	3.6	11.7	9.5	7.3
T2	830	5	10.9	10.6	7.9	3.9
T3	830	7	3.8	24.3	16.9	3.1
T4	850	3	11.8	16.1	12.1	3.6
T5	850	5	14.7	15.7	18.2	4.5

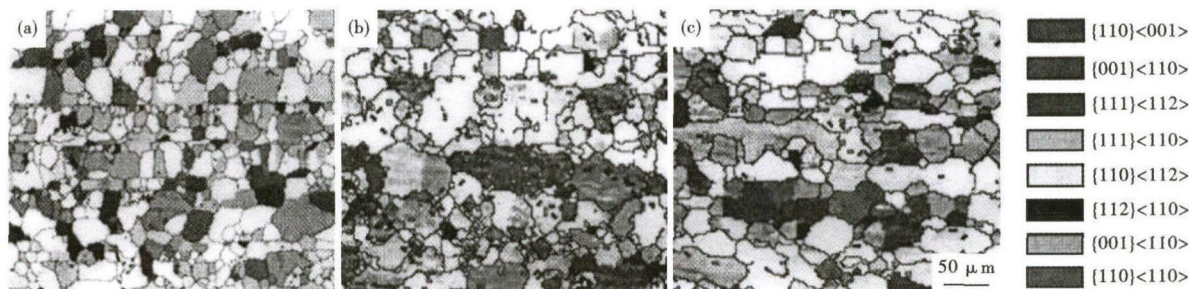


图 1 T2,830 ℃ 5 min(a),T4,850 ℃ 3 min(b)和 T5,850 ℃ 5 min(c)退火后含 Cu Hi-B 冷轧薄板的织构分布图

Fig. 1 Distribution diagram of texture in annealed cold-rolled sheet of Cu-bearing Hi-B steel annealing at 830 ℃ for 5 min, T2 (a), at 850 ℃ for 3 min, T4 (b) and at 850 ℃ for 5 min, T5 (c)

图 1 为 T2、T4、T5 样品的织构分布图。首先观察 T4 样品,中心区域依旧有粗大的变形晶粒,虽然高斯织构 $\{110\} \langle 001 \rangle$ 的尺寸较大,且占有一定比例,但是却出现在中心层区域。二次再结晶时,晶粒是从表层、次表层开始再结晶,逐渐向心部发展^[6]。如果次表层没能够拥有一定数量且具有尺寸优势的高斯织构,当再结晶发展到心部区域时并不能吞并其他非高斯晶粒,也不能形成良好的高斯晶粒组织结构,因此 T4 样品最终难以在二次再结晶中获得良好的高斯组织。再观察 T5 样品,高斯织构周围有很多不利织构 $\{001\} \langle 110 \rangle$ 、 $\{111\} \langle 110 \rangle$,不利于二次再结晶获得良好的高斯组织。再观察 T2 样品,高斯织构主要分布于次表层,有利织构 $\{111\} \langle 112 \rangle$ 主要分布于样品中心层,并且有一部分分布于高斯织构周围,有利于二次再结晶过程中高斯织构的异常长大。

综上所述,T2 样品组织均匀,晶粒细小;高斯织构和有利织构 $\{111\} \langle 112 \rangle$ 相对较多,而不利织构

$\{111\} \langle 110 \rangle$ 和反高斯织构 $\{001\} \langle 110 \rangle$ 含量也较少;高斯织构主要分布于次表层,有利织构 $\{111\} \langle 112 \rangle$ 主要分布于样品中心层,并且有一部分分布于高斯织构周围,最有利于二次再结晶过程中获得良好的高斯组织。因此对于本实验钢种,最佳的初次再结晶退火工艺为 830 ℃ 5 min。

3 结论

(1)在相同退火时间或相同温度时,随着退火温度和时间的增加,实验钢平均晶粒尺寸均增加。

(2)初次再结晶退火工艺制定中 830 ℃ 5 min 对应的样品具有更好的组织均匀性,细小的晶粒尺寸,一定比例的高斯织构等有利织构,相对低含量的不利织构,相对合理的织构分布,因此实验钢 830 ℃ 5 min 的初次再结晶退火工艺较为合理。

2012 年国家自然科学基金项目(51274155),2015 湖北省大学生创新创业训练计划项目(201510488020)资助

参考文献

- [1] Kang Yonglin, Yu Hao, Fu Jie. Morphology and Precipitation Kinetics of AlN in Hot Strip of Low Carbon Steel Produced by Compact Strip Production[J]. Materials Science and Engineering A, 2003, 351: 265-271.
- [2] 仇圣桃, 项利, 岳尔斌, 等. 薄板坯连铸连轧流程生产取向硅钢技术分析[J]. 钢铁, 2008, 43(9): 1-7.
- [3] Crwther D N. Influence of Elements on Surface Transverse Cracking[J]. Journal of the Iron and Steel Institute of Japan, 1987, 27(1): 132-136.
- [4] 赵志业. 金属塑性变形与轧制理论[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1982: 40-41.
- [5] 张文康, 毛卫民, 白志浩. 退火温度对冷轧无取向硅钢组织结构和磁性能的影响[J]. 特殊钢, 2006, 27(1): 15-17.
- [6] 俞文华, 费国星. 低硅电工钢二次再结晶组织及其电磁性能[J]. 物理测试, 1991, 4(1): 7-9.
- [7] Szpunar J A. Evolution of Recrystallization Texture in No-Oriented Electrical Steels[J]. Acta Mater, 2003, 51(6): 3037-3051.
- [8] Wang X D, Yang Q, Li F, et al. Design and Application of Variable Contact Roll Contout on Backup Roll of Finishing Stand at a Hot Strip Mill[C]. Proceedings of 2009 TMS Annual Meeting and Exhibition. San Francisco, 2009.
- [9] 董爱锋, 张文康. 取向硅钢生产工艺技术分析和发展趋势[J]. 特殊钢, 2013, 34(5): 20-24.
- [10] 樊立峰, 凌晨, 付兵, 等. 低温普通取向硅钢高温退火过程中高斯晶粒的演变[J]. 西安交通大学学报, 2013, 47(11): 20-24.
- [11] 金文旭, 邹阳, 崔凤娥, 等. Hi-B 钢中高斯织构形成过程的 EBSD 分析[J]. 中国体现学与图像分析, 2009, 14(1): 55-59.

黄明柱(1994-),男,本科生(武汉科技大学),Hi-B 高磁感取向硅钢初次再结晶织构研究。

E-mail:1423182779@qq.com

收稿日期:2016-03-07