

高温退火气氛 N_2 含量对低温加热取向硅钢薄板磁性能的影响

谢 力¹ 林 媛² 张文康³ 侯鹏飞² 马 光⁴ 杨富尧⁴

(1 山西太钢不锈钢股份有限公司, 太原 030003; 山西太钢不锈钢股份有限公司 2 技术中心;

3 冷轧硅钢厂, 太原 030003; 4 国网智能电网研究院, 北京 102211)

摘 要 试验的取向硅钢冷轧板 ($\% : 0.050C, 3.20Si, 0.15Mn, 0.003S, 0.023Al, 0.009ON$) 的轧制流程为 220 mm 连铸板坯-热轧至 1.8 mm 板-1 120 $^{\circ}C$ 2.4 min 常化-冷轧至 0.23 mm 和 0.18 mm 板, 再经 850 $^{\circ}C$ 5 min 脱碳和 700 $^{\circ}C$ 2 min 渗氮处理, 处理后钢板 C 含量为 0.002 0%, N 含量为 0.018 0%。试验研究了 600 ~ 1 200 $^{\circ}C$, 17 $^{\circ}C/h$ 退火升温过程中, 气氛中 N_2 比例 (25%, 50%, 75%, 90%) 对 0.23 mm 和 0.18 mm 冷轧薄板低温加热取向硅钢磁性能的影响。结果表明, 600 ~ 1 200 $^{\circ}C$ 升温区间, 采用 50% N_2 和 75% N_2 时, 0.23 mm 薄板低温加热取向硅钢具有较好的磁性能, 其铁损为 0.9 W/kg; 采用 75% N_2 时, 0.18 mm 薄板低温加热取向硅钢磁性能最佳, 其铁损为 0.8 W/kg, 采用 25% N_2 时, 0.18 mm 薄板铁损为 1.63 W/kg, 磁性能最差。

关键词 低温加热取向硅钢 冷轧薄板 高温退火气氛 磁性能

Effect of N_2 Content in High-Temperature Annealing Atmosphere on Magnetic Properties of Low-Temperature Heating Oriented Silicon Steel Sheet

Xie Li¹, Lin Yuan², Zhang Wenkang³, Hou Pengfei², Ma Guang⁴ and Yang Furao⁴

(1 Shanxi Taiyuan Iron and Steel (Group) Co Ltd, Taiyuan 030003; 2 Technical Center, 3 Cold-Rolled Electrical Factory, Shanxi Taiyuan Iron and Steel (Group) Co Ltd, Taiyuan 030003; 4 National Electric Network Intelligent Network Institute, Beijing 102211)

Abstract The rolling flow sheet for tested oriented silicon steel cold-rolled sheet ($\% : 0.050C, 3.20Si, 0.15Mn, 0.003S, 0.023Al, 0.009ON$) is 220 mm cast slab-hot rolled to 1.8 mm plate- normalized at 1 120 $^{\circ}C$ for 2.4 min- cold-rolled to 0.23 mm and 0.18 mm sheet, then decarburized at 850 $^{\circ}C$ for 5 min and nitriding at 700 $^{\circ}C$ for 2 min, after treated the C content in sheet is 0.002 0% and the N content in sheet is 0.018 0%. The effect of N_2 content (25%, 50%, 75% and 90%) in atmosphere during 17 $^{\circ}C/h$ annealing heating up period at 600 ~ 1 200 $^{\circ}C$ on magnetic performance of 0.23 mm and 0.18 mm cold-rolled sheet of low-temperature heating oriented silicon steel has been tested and studied. Results show that during 600 ~ 1 200 $^{\circ}C$ heating up period with using 50% N_2 and 75% N_2 atmosphere the 0.23 mm sheet of low-temperature heating oriented silicon steel has better magnetic performance, its iron loss is 0.9 W/kg, and with using 75% N_2 atmosphere the 0.18 mm sheet of low-temperature heating oriented silicon steel has optimum magnetic performance, its iron loss is 0.8 W/kg, and with using 25% N_2 the magnetic performance of 0.18 mm sheet is poorest i. e. iron loss 1.63 W/kg.

Material Index Low-Temperature Heating Oriented Silicon Steel, Cold-Rolled Sheet, Atmosphere of High-Temperature Annealing, Magnetic Performance

取向硅钢主要用于制作变压器铁芯, 随着节能意识的提高, 薄板低温加热取向硅钢成为各大特钢厂的开发热点。取向硅钢高温退火共有 3 个目的: 二次再结晶的完成, 底层的形成和杂质净化。其中, 二次再结晶的完善与否, 直接决定着取向硅钢成品磁性能的优劣。取向硅钢二次再结晶是在高温退火升温阶段进行的, 除了二次再结晶前钢板本身的氮含量, 高温退火升温过程中的气氛对以 AlN 为主的低温加热高磁感取向硅钢的二次再结晶发展和磁性有很大影响^[1]。本文利用中试连续退火渗氮线生产出的脱碳渗氮试验卷, 涂敷氧化镁后, 通过调节高

温退火升温阶段气氛, 研究 2 种薄板低温加热高磁感取向硅钢磁性能的变化规律, 为工业化生产提供科学依据。

1 试验材料和方法

低温加热取向硅钢薄板生产工艺流程为冶炼→热轧→常化→一次冷轧 (0.23 mm, 0.18 mm)→脱碳渗氮退火+涂氧化镁→高温退火→平整拉伸→激光刻痕。

试料为在中试连续脱碳渗氮线完成脱碳渗氮, 并涂敷氧化镁后的薄板低温加热高磁感取向硅钢卷。化学成分 ($\%$) 为 0.050C、3.20Si、0.15Mn、

0.003S、0.023Als 和 0.009 0 N。铸坯加热温度为 1 200 ℃,铸坯宽 1 200 mm,厚 220 mm,加热时间 300 min,热轧板厚度 1.8 mm。常化温度 1 120 ℃,常化时间 2.4 min。常化后分别一次冷轧至 0.23 mm 和 0.18 mm 薄板,脱碳温度 850 ℃,脱碳时间 5 min,渗氮温度 700 ℃,渗氮时间 2 min,脱碳渗氮后薄板 C 含量 20×10^{-6} ,N 含量 180×10^{-6} 。

将 0.23 mm 和 0.18 mm 厚度的低温加热高磁感取向硅钢卷置于中试小型高温罩式退火炉中,分别进行升温阶段不同比例保护气氛时的高温退火试验,高温退火升温阶段气氛如表 1 所示,高温退火工艺如图 1 所示,快速升温至 600 ℃ 进行低温保温 10 h,以 17 ℃/h 速率缓慢升温至 1 200 ℃,高温保温 25 h,然后进行常规冷却,升温阶段是指 600 ℃ 低温保温开始至 1 200 ℃ 高温保温前的部分。高温退火结束后,将退火后的 8 个小钢卷进行平整拉伸和激光刻痕。平整拉伸退火温度为 850 ℃,保温时间 1 min,气氛为 5% H₂。

试验结束后在每套钢卷上各取试样 1 套,裁成 30 mm×300 mm 规格的试料,每套试料 44 片,均为纵向。采用爱波斯坦方圈检测每套试样的磁性能,采用光学显微镜观察每个钢卷的低倍组织。

2 试验结果

2.1 磁性能

图 2 显示,采用图 1 高温退火工艺退火后,高温退火升温阶段气氛对低温加热取向硅钢 0.23 mm 成品铁损和磁感应强度的影响。从图 2 中可以看出,随着升温阶段 N₂ 比例的增加,50 Hz 下,铁损 $P_{1.7/50}$ 先降低后升高,磁感 B_8 先增加后降低,当 N₂ 比例为 50% 和 75% 时,铁损最低,磁感最高,性能最优;当 N₂ 比例为 25% 时,磁性能最差,对应铁损 $P_{1.7/50}$ 为 1.25 W/kg,磁感 B_8 为 1.85 T;N₂ 比例为 90% 时,铁损 $P_{1.7/50}$ 也超过 1.0 W/kg,磁性能变差。

图 3 显示,采用图 1 高温退火工艺退火后,高温退火升温阶段气氛对低温加热取向硅钢 0.18 mm 成品铁损和磁感应强度的影响。从图 3 中可以看出,随着升温阶段 N₂ 比例的增加,50 Hz 下铁损 $P_{1.7/50}$ 先迅速降低,然后趋于平缓,磁感 B_8 先迅速增大,后来随着 N₂ 比例的增加趋于

表 1 试验取向硅钢冷轧薄板高温退火升温阶段的炉内气氛
Table 1 Ingredient of atmosphere in high-annealing heating up period of tested oriented silicon steel cold-rolled sheet

气氛	1	25% N ₂ + 75% H ₂
	2	50% N ₂ + 50% H ₂
	3	75% N ₂ + 25% H ₂
	4	90% N ₂ + 10% H ₂

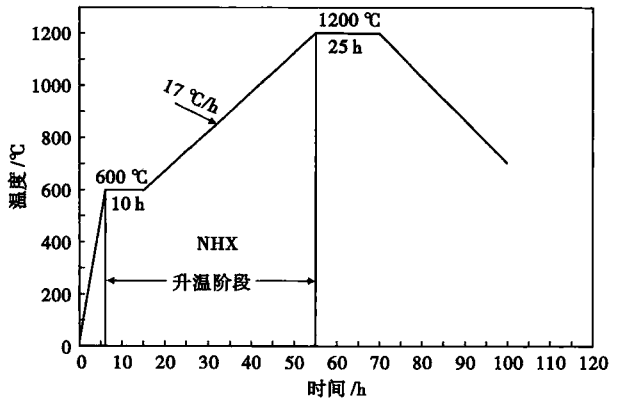


图 1 试验取向硅钢冷轧薄板高温退火工艺曲线
Fig. 1 High-annealing process curve for tested oriented silicon steel cold-rolled sheet

平缓,当 N₂ 比例为 75% 时,铁损最低,磁感最高,性能最优;当 N₂ 比例为 25% 时,性能最差,对应铁损 $P_{1.7/50}$ 为 1.63 W/kg,磁感 B_8 为 1.77 T;当 N₂ 比例升至 90% 时,铁损没有随着 N₂ 比例的增加而降低,反而略有增加。

2.2 低倍组织

图 4(a₁,b₁,c₁,d₁) 为 0.23 mm 钢卷在高温退火升温阶段采用不同 N₂ 比例时成品的低倍组织。图 4(a₁) 的组织分布很不均匀,晶粒边界处分布许多小直径晶粒,这些小直径晶粒直径均小于 1 mm;图 4(b₁,

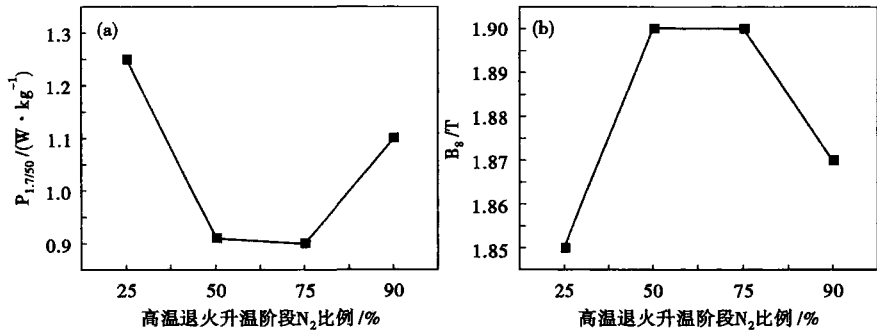


图 2 高温退火升温阶段气氛 N₂ 含量对低温加热取向硅钢 0.23 mm 冷轧薄板 (a) 铁损 $P_{1.7/50}$ 和 (b) 磁感应强度 B_8 的影响

Fig. 2 Effect of N₂ content in atmosphere during high-annealing heating up period on iron loss $P_{1.7/50}$ (a) and magnetic flux density B_8 (b) of low-temperature heating oriented silicon steel 0.23 mm cold-rolled sheet

c₁) 的晶粒直径为 3 ~ 5 mm, 边部呈现锯齿状, 其中图 4(c₁) 中也存在少量小直径晶粒; 图 4(d₁) 的晶粒尺寸较大, 直径为 10 ~ 20 mm, 几乎没有小尺寸晶粒, 晶界相对平整。

图 4(a₂, b₂, c₂, d₂) 为 0.18 mm 钢卷在高温退火升温阶段采用不同 N₂ 比例时成品的低倍组织。图 4(a₂) 组织内全部为细小的晶粒; 图 4(b₂) 与图 4(d₁) 相似, 晶粒尺寸大, 晶界平直; 图 4(c₂, d₂) 中的晶粒边界呈现锯齿状, 晶粒尺寸为 3 ~ 5 mm。

3 结果分析

取向硅钢高温退火工序要完成二次再结晶, 形成具有一定绝缘性能的硅酸镁底层和净化钢质等反应。这是取向硅钢获得优良磁性以及良好表面质量的关键^[2]。AlN 作为化合物抑制剂在生产低温高磁感取向硅钢的应用最早是 1964 年从日本开始的, 植野清等在研究 Hi-B 钢高温退火过程中发现, 在合适的退火气氛下又形成一批新的细小 AlN 析出物, 提高了钢的磁性^[3], 抑制剂通过钉轧或偏聚作用抑制脱碳退火中初次再结晶晶粒的

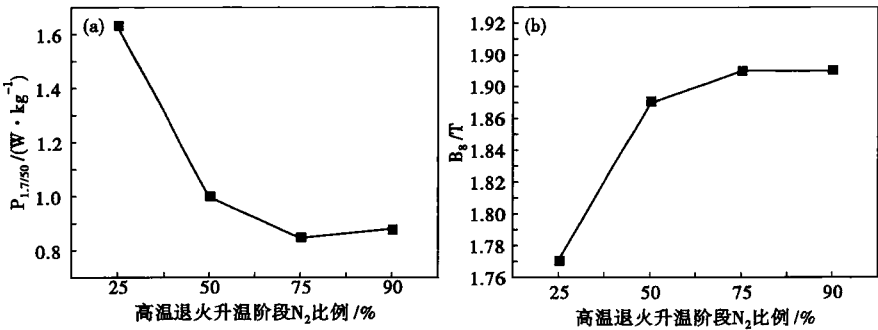


图 3 升温阶段高温退火气氛 N₂ 含量对低温加热取向硅钢 0.18 mm 冷轧板 (a) 铁损 $P_{1.7/50}$ 和 (b) 磁感应强度 B_8 的影响
Fig. 3 Effect of N₂ content in atmosphere during high-annealing heating up period on iron loss $P_{1.7/50}$ (a) and magnetic flux density B_8 (b) of low-temperature heating oriented silicon steel 0.18 mm cold-rolled sheet

长大, 并在高温退火中促使(110)[001]位向的初次晶粒吞并周围其他位向的晶粒实现二次再结晶的异常长大, 从而获得稳定均匀的高斯织构和良好的磁性能^[4]。

高温退火在罩式炉进行, 整个退火过程内均由氢气和氮气组成的混合气体作为保护气氛, 氮气比例过低时, 钢中残余的自由氮容易跑掉, 抑制力减弱。气氛中氮气比例合适时, 氮气和氢气首先吸附在钢板表面, 依靠铁作为媒介, 通过反应生成 NH₃, 经过再分解后, 在钢内渗氮, 生成一批新的细小

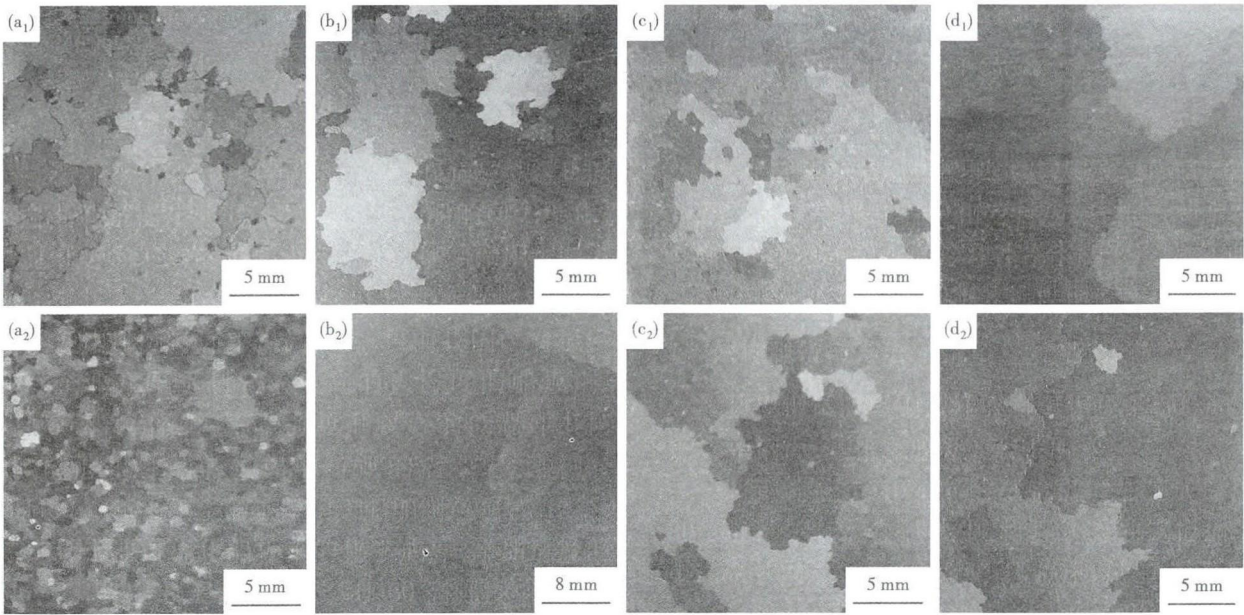


图 4 升温阶段高温退火气氛 N₂ 含量对低温加热取向硅钢 0.23 mm(a₁)(b₁)(c₁)(d₁) 和 0.18 mm(a₂)(b₂)(c₂)(d₂) 冷轧板低倍组织的影响: (a₁)(a₂)25% N₂; (b₁)(b₂)50% N₂; (c₁)(c₂)75% N₂; (d₁)(d₂)90% N₂
Fig. 4 Effect of N₂ content in atmosphere during high-temperature annealing heating up period on macrostructure of low-temperature heating oriented silicon steel 0.23 mm (a₁) (b₁) (c₁) (d₁) and 0.18 mm (a₂) (b₂) (c₂) (d₂) cold-rolled sheet: (a₁) (a₂) 25% N₂; (b₁) (b₂) 50% N₂; (c₁) (c₂) 75% N₂ and (d₁) (d₂) 90% N₂

AlN,加强了抑制力^[5]。二次再结晶退火时,钢卷表面氮原子的扩散是双向的,即向钢卷内部扩散也向钢卷外部扩散,其向钢卷内部扩散的能力取决于炉内氮势。当钢卷表面氮势低于炉内氮势时,炉内气氛中的氮原子会向钢卷内部扩散从而达到钢卷发生二次再结晶所需的氮含量。

因此,高温退火升温阶段气氛中氮气比例过低时,钢卷表面氮势高于炉内氮势,氮原子向外扩散,作为初次再结晶的抑制剂 AlN 的数量就会减少,抑制力不足,初次再结晶晶粒会优先长大,阻碍二次再结晶颗粒的长大,导致二次再结晶温度变高,再结晶不完善,性能变差。如图 4(a₁, a₂) 所示。当氮气比例较高时,炉内氮势高于钢卷内氮势,会向钢卷内渗氮,合适的氮气比例将有利于二次再结晶的形成和完善,但当氮气比例过高时,钢卷内渗入过量的氮,抑制剂能力过强,二次再结晶温度降低,二次再结晶颗粒过大,位向不准,性能同样会变差,但和抑制力不足时相比(图 4a₁, a₂),磁性能略好。

和 0.23 mm 钢卷相比,0.18 mm 钢卷厚度更薄,高温退火升温过程中,钢卷内部的氮原子更容易从钢卷中向外扩散,因此,为了保证钢卷内有效的氮含量,要在 0.23 mm 产品适用的氮气含量基础上,适当增加氮气比例。这也是氮气比例为 25% 时,0.18 mm 产品磁性能比 0.23 mm 产品更差的原因;因此,为获得较好的磁性能,0.18 mm 产品高温退火过程中所需氮气比例也要适当提高,见图 4(b₁, c₂)。

4 结论

(1)随着高温退火升温阶段 N₂ 比例的增加,低

温取向硅钢冷轧薄板 0.23 mm 铁损 P_{1.7/50} 先降低后升高,磁感 B₈ 先增加后降低,当 N₂ 比例为 50% 和 75% 时,铁损最低,磁感最高,性能最优;当 N₂ 比例为 25% 时,磁性能最差。

(2)随着高温退火升温阶段 N₂ 比例的增加,低温取向硅钢冷轧薄板 0.18 mm 铁损 P_{1.7/50} 先迅速降低,然后趋于平缓,磁感 B₈ 先迅速增大,后来随着 N₂ 比例的增加趋于平缓,当 N₂ 比例为 75% 时,铁损最低,磁感最高,性能最优;当 N₂ 比例为 25% 时,性能最差,铁损 P_{1.7/50} 为 1.63 W/kg,磁感 B₈ 为 1.77 T;当 N₂ 比例升至 90% 时,铁损略有增加。

(3)随着取向硅钢冷轧薄板厚度的减薄,高温退火升温阶段 N₂ 气氛要适当提高。

国家电网公司科技项目资助(项目编号 SGRI-WD-71-13-002)

参考文献

- [1] 何忠治. 电工钢[M]. 北京:冶金工业出版社,2012:438-439.
- [2] 王 东. 缩短取向硅钢高温退火周期[J]. 节能技术,1998(4): 45-47.
- [3] 李建军,岳尔斌,项 利,等. 高磁感取向硅钢(Hi-B)中 AlN 抑制剂的固溶析出行为[J]. 金属功能材料,2009,16(5):55-58.
- [4] 朱诚意,陈先红,李光强,等. 高品质取向硅钢成分控制的新进展及其对钢磁性能的影响[J]. 材料导报,2015,29(1):6-14.
- [5] 杨佳欣,刘 静. 浅谈氮元素在高磁感取向硅钢生产中的作用[J]. 武钢技术,2007,45(5):38-41.

谢 力(1963-),男,工程师,副总经理,1983 年北京科技大学(本科)毕业,取向硅钢工艺开发。

收稿日期:2016-10-17

下 期 要 目

NS1402 合金 ESR 7.85 t 电极棒缩孔优化的数值模拟	谢 鑫等
2.3 t 电渣重熔过程电极插入深度的数学模型和应用	曲明磊等
100 t BOF-CAS-RH-230 mm 板坯连铸流程 2.66% Si 无取向电工钢 50W350 夹杂物分析	盛鹏飞等
平整对 2.12 mm 热轧搪瓷钢组织和贮氢性能影响的模拟试验	张淑娟等
70 t BOF-LF-VD-CC-HR 流程试制磨球钢 80MnCr 棒材的开发	刘发友等
60 t 转炉用含铬铁水冶炼 HRB400 钢的工艺实践	姚 娜等
铁水罐喷吹脱磷在 400 系不锈钢 70 t AOD 一步法冶炼工艺中的应用	黄 云等
Si 对半高速钢 5Cr5WMoSiV 冶金质量、组织和性能的影响	张占普等
100 t BOF-LF-RH-CC 流程冶炼 GCr15 轴承钢非金属夹杂的演变	刘佳伟等