

· 试验研究 ·

热轧冷却工艺对含铜 Hi-B 钢抑制剂的影响

徐永 赵刚 肖欢 高建文 熊韬

(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 模拟 CSP 工艺试制的含铜 Hi-B 取向硅钢 (/% : 0.06C, 3.38Si, 0.14Mn, 0.013P, 0.003S, 0.37Cu, 0.019Als, 0.0087N) 由实验室 15 kg 真空感应炉熔炼铸成 60 mm × 120 mm 板坯经 5 道次热轧成 3.95 mm 板, 终轧温度 870 °C。研究了 (轧后 870 °C 水冷) 直接水淬和 (870 °C 水冷至 580 °C 空冷) 阶梯冷却工艺对热轧板表层和心部抑制剂析出的影响。结果表明, 热轧板中析出的主要抑制剂为 Cu₂S 球形颗粒, 和析出一些 MnS 等; 在热轧板表层析出的抑制剂比中心层少, 但平均尺寸比中心层大; 阶梯冷却钢中的析出抑制剂尺寸大于直接水淬钢中的析出抑制剂尺寸。

关键词 热轧板 含铜高磁感取向硅钢 组织 抑制剂 冷却工艺

Effect of Hot Rolling and Cooling Process on Inhibitor in Cu-Bearing Hi-B Steel

Xu Yong, Zhao Gang, Xiao Huan, Gao Jianwen and Xiong Tao

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

Abstract The simulated CSP process tested Cu-bearing high magnetic induction oriented (Hi-B) steel (/% : 0.06C, 3.38Si, 0.14Mn, 0.013P, 0.003S, 0.37Cu, 0.019Als, 0.0087N) is melted by laboratory 15 kg vacuum induction furnace, cast to 60 mm × 120 mm slab and hot-rolled by 5 passes to 3.95 mm plate with finishing rolling temperature 870 °C. The effect of direct water-quenching (after rolling water-quenching at 870 °C) and stepped cooling (after rolling water-quenching at 870 °C to 580 °C then air-cooling) process on precipitation of inhibitors at surface layer and center of hot-rolled plate has been studied. Results show that the main inhibitors precipitated in hot-rolled plate are Cu₂S spherical particles with some MnS etc; the amount of inhibitors precipitated at surface layer of hot-rolled plate is less than that precipitated at center of plate, but the average size of inhibitors is larger than that at center; and the size of precipitated inhibitors in steel plate by stepped cooling process is larger than the size of precipitated inhibitors in steel plate by direct water quenching process.

Material Index Hot-Rolled Plate, Cu-Bearing High Magnetic Induction Oriented Silicon Steel, Structure, Inhibitors, Cooling Process

取向硅钢是一种高需求、节能、生产技术高的特殊钢材料, 20 世纪 60 年代后期新日铁完成了 Hi-B 的试制, 后来经过不断的改进得到很好的发展。传统方法制备 Hi-B 取向硅钢具有高能耗、成品率低、生产成本高等缺点^[1]。传统生产高磁感取向硅钢 (Hi-B) 的获取抑制剂主要是通过高温加热使 AlN 和 MnS 固溶, 并在后续的热轧和常化过程中弥散析出^[2-3]。由于抑制剂固溶温度均比较高, 对加热炉的要求也相对较高。起初有人想利用普通步进式加热炉结合高频感应炉高温短时间加热来替代高温加热, 但依然不能解决根本性问题。后来为缩短工艺流程, 选择采用薄板坯连铸连轧技术配合低温板坯

工艺进行生产。未来生产取向硅钢的趋势是向节能环保的工艺发展, 基于 CSP 技术的低温板坯工艺制备 Hi-B 取向硅钢已经成为重要的发展方向之一。而抑制剂在生产取向硅钢中的意义重大, 抑制剂的作用主要是通过钉扎或晶界偏聚作用, 抑制初次晶粒生长, 进而促进二次再结晶的发展, 从而使取向硅钢获得 {110} <001> 织构并具有良好的磁性能。尽管生产 Hi-B 钢的技术已经很成熟, 但是为了更好的节能减排, 解决抑制剂固溶温度高以及 CSP 工艺对于板坯加热温度也有一定的限制问题, 国内外学者的目光开始关注用固溶温度较低的 Cu₂S 作为抑制剂来生产 Hi-B 钢, 并为此展开了广泛研究^[4-7]。

通讯作者: 赵刚, 教授, 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
E-mail: 853916470@qq.com

本文基于模拟 CSP 工艺试制含铜 Hi-B 钢,以 $\text{Cu}_2\text{S} + \text{AlN}$ 为主抑制剂(其中 AlN 为获得抑制剂,在渗氮过程中产生),重点分析在热轧阶段不同厚度方向上抑制剂的析出规律以及冷却速度对于抑制剂析出的影响,为利用 CSP 工艺生产含铜 Hi-B 钢提供理论基础。

1 实验材料及方法

本实验材料采用模拟 CSP 工艺试制的含铜 Hi-B 钢热轧板,其主要化学成分见表 1。冶炼部分采用武汉科技大学耐火材料与冶金国家重点实验室 15 kg 真空感应电炉冶炼,然后浇注到铸模中,将脱模后得到 $(\text{mm})210 \times 120 \times 60$ 的方坯放至加热炉中均热 3 h 左右,脱模温度为 $1030\text{ }^\circ\text{C}$,铸坯入炉温度为 $1000\text{ }^\circ\text{C}$,均热至 $1250\text{ }^\circ\text{C}$ 并保温 60 min,然后在孔型轧机进行可逆道次轧制,开轧温度为 $1060\text{ }^\circ\text{C}$,先轧成厚度为 60 mm 的方坯,接着经过 5 道次 $60\text{ mm} \rightarrow 40\text{ mm} \rightarrow 20\text{ mm} \rightarrow 8\text{ mm} \rightarrow 5.5\text{ mm} \rightarrow 3.95\text{ mm}$ 大压下热轧,热轧用武汉科技大学高精度轧制实验室二辊可逆轧机,辊径为 $\Phi 180\text{ mm}/200\text{ mm}$,轧制速度为 25 r/min。最终得到的热轧板厚度为 3.95 mm,终轧温度控制在 $870\text{ }^\circ\text{C}$ 左右。

将轧后热轧板分别以不同方式进行冷却:(1)轧后 $870\text{ }^\circ\text{C}$ 直接快速水冷到室温(直接水淬);(2)轧后 $870\text{ }^\circ\text{C}$ 水冷至 $580\text{ }^\circ\text{C}$ 后空冷到室温(阶梯冷却)。然后利用线切割机从两种热轧板上分别取规格 (mm) 为 $10 \times 10 \times 3.95$ 的样品各两块,样品观察面为轧面(Rd-Td 面),经镶嵌、打磨、抛光后得到两种冷却方式下的表层和中心层的样品。

样品经 4% 的硝酸酒精溶液腐蚀后,采用 Zeiss Axioplan 万能金相光学显微镜分别观察样品的显微组织;采用二次萃取复型法制样,即先用 10% 的硝酸酒精溶液腐蚀样品,使其金属中的析出相部分突出,然后在试样表面滴几滴丙酮并贴上自制的醋酸纤维膜,待干燥后将醋酸纤维膜揭起并放入到真空镀膜仪中喷碳,得到二次复型膜,并放入丙酮溶液中浸泡溶解掉醋酸纤维膜,得到含有析出相的萃取碳膜。然后通

表 1 试验钢的化学成分 / %

Table 1 Chemical composition of tested steel / %							
C	Si	Mn	P	S	Als	Cu	N
0.06	3.38	0.14	0.013	0.003	0.019	0.37	0.0087

过耐火材料与冶金国家重点实验室 JEM-2100 透射电子显微镜(TEM)及能谱仪(EDS)观察各样品中抑制剂的大小、形态及分布状况。

2 实验结果及分析

2.1 热轧板金相组织分析

图 1 中所示为两种热轧板样品的轧面不同厚度方向上的金相显微组织。由于热轧过程中表面脱碳、部分相变以及不同厚度的温度和应变的不同,导致热轧板沿厚度方向上的组织存在很大的差异。从图 1 中可以看出, $870\text{ }^\circ\text{C}$ 水冷(图 1 中 a_1 -表层, a_2 -心部)和 $870\text{ }^\circ\text{C}$ 水冷至 $580\text{ }^\circ\text{C}$ 空冷(图 1 中 b_1 -表层, b_2 -心部)的组织均为铁素体和少量珠光体。图 1(a_1)为晶粒细小且形状不规则的铁素体晶粒,平均尺寸约为 $20.52\text{ }\mu\text{m}$;图 1(a_2)为形变组织,晶粒大小混乱,出现拉长的晶粒,平均尺寸约为 $68.96\text{ }\mu\text{m}$;图 1(b_1)则与图 1(a_1)相似,晶粒大小均匀,但晶粒

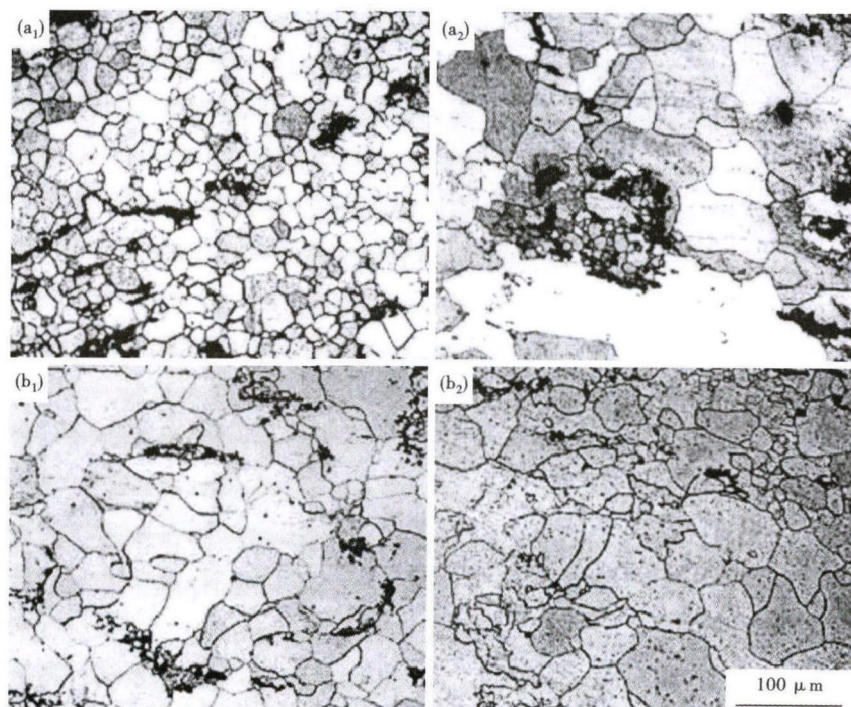


图 1 轧后冷却工艺对含铜 Hi-B 钢 3.95 mm 热轧板组织形貌的影响,工艺(1): $870\text{ }^\circ\text{C}$ 水淬,钢板表层(a_1),心部(a_2);工艺(2): $870\text{ }^\circ\text{C}$ 水淬至 $580\text{ }^\circ\text{C}$ 空冷,钢板表层(b_1),心部(b_2)

Fig. 1 Effect of cooling process after rolling on morphology of structure in 3.95 mm hot-rolled plate of Cu-bearing Hi-B steel, process (1): water quenching at $870\text{ }^\circ\text{C}$, plate surface layer (a_1) and center (a_2); process (2): water quenching at $870\text{ }^\circ\text{C}$ to $580\text{ }^\circ\text{C}$ air cooling, plate surface layer (b_1) and center (b_2)

尺寸比图 1(a₁)大,约为 40.05 μm;图 1(b₂)也有部分变形组织,与图 1(a₂)相比,变形组织减少,平均晶粒尺寸也小些,约为 53.81 μm。

显然,两种冷却工艺的表层组织[图 1(a₁)与(b₁)]出现了再结晶现象,形成大量的细小的晶粒。发生再结晶的条件是达到再结晶温度和一定的变形度^[8]。热轧板表层由于变形度较大,晶粒储存的畸变能较高,当温度达到再结晶温度范围时,便开始发生再结晶,晶粒变得细小。因而表层组织[图 1(a₁)与(b₁)]的晶粒相对较小,心部组织[图 1(a₂)、(b₂)]的晶粒较大。对比[图 1(a₁)、(b₁)]可以看出,阶梯冷却表层[图 1(b₁)]晶粒平均尺寸比直接冷却表层晶粒平均尺寸[图 1(a₁)]要大,这可能是由于图 1(b₁)580 ℃以下冷速较慢,而图 1(a₁)为轧后直接水冷,冷速较快,在高温区停留时间相对较短,晶粒长大对比图 1(b₁)不明显。与此同时,两种冷却工艺的心部组织图 1(a₂、b₂)无显著差异。

2.2 热轧板不同层的析出相分析

由于实验钢中氮含量较少,因而在热轧过程中几乎没有 AlN 的析出。由文献[9]可知,在连铸及热轧过程中无 AlN 的析出,而 MnS 则在均热过程中由于固溶温度高于 Cu₂S 而优先析出。加上均热阶段温度为 1 250 ℃,因而 MnS 不能完全固溶析出。另外由于 Cu₂S 与铁素体具有更低的比界面能而更易形核^[10],Cu₂S 的析出峰值温度比 MnS 高 100 ℃以上,因而在轧制过程中 Cu₂S 优先析出并抑制 MnS 的析出。故在热轧时 MnS 则析出较少,大量析出 Cu₂S。

通过对大量 TEM 析出相图片分析可知,析出的抑制剂大部分为球形或椭球形的 Cu₂S 颗粒,少量为 MnS 颗粒。析出的抑制剂颗粒有的弥散分布,有的聚集在一起,有的甚至形成复合物,如 Cu₂S 与 MnS 复合析出,中心部分为 MnS,外层被 Cu₂S 包裹。图 2(a₁、a₂)中质点经能谱分析可知,该质点含有大量的 Cu 和 S,以及含有极少的 Mn,因而最可能为 Cu₂S,并含有极少 MnS,可能是 Cu₂S 与 MnS 复合析出。图 2(b₁、b₂)中质点明显为 Cu₂S 颗粒。经能谱分析,含有 Al,说明 Al 以其他形式存在。

图 2 所示分别为与图 1 中相对应 4 种样品的析出相的分布图。其中 870 ℃直接水冷表层组织中图 2(a₁)析出相较多,大部分尺寸在 30 ~ 100 nm;其心部组织中图 2(a₂)析出相与表层相比更多,大部分尺寸为 30 ~ 60 nm,有少量较大抑制剂颗粒;870 ℃水冷至 580 ℃空冷的表层组织中图 2(b₁)析出物比直接水冷少,大部分析出相尺寸为 30 ~ 100 nm;阶梯冷却心部组织中图 2(b₂)与直接水冷心部组织图 2(a₂)相比则析出物同样较少,60 ~ 100 nm 约占 60%,但 100 nm 以上占 40%。如图 3 所示为 4 种样品的主要抑制剂不同尺寸的比例分布。可见,热轧板在不同厚度方向上抑制剂析出分布和大小均存在不均匀性。

从两种冷却工艺的表层组织和心部组织的对比中可以看出,热轧板中心层析出相的数目要比表层析出的多。热轧板中的析出物大部分均沿轧制方向析出,且大部分都或聚集或弥散分布在晶界周围。理论上,热轧板表层晶粒细小,表层晶界比中心层较多,析出的抑制剂应该比中心层多,但是表层发生动态再结晶导致晶粒储存形变能减少,析出的形核点减少,进而析出的抑制剂相对较少;而中心层晶粒储存形变能相对较低,但几乎未发生再结晶,析出物较多^[11]。同时中心层温度较高,发生 γ→α 相变,使得大量的 Cu₂S 析出,因而中心层析出最多。从析出物

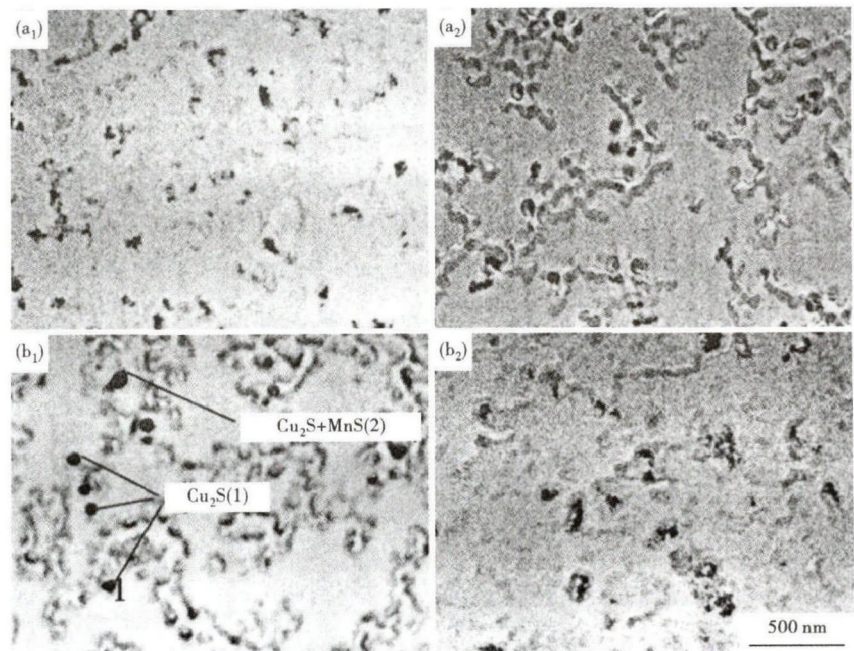


图 2 含铜 Hi-B 钢 3.95 mm 热轧板析出抑制剂的分布,工艺(1):870 ℃水淬,钢板表层(a₁),心部(a₂);工艺(2):870 ℃水淬至 580 ℃空冷,钢板表层(b₁),心部(b₂)

Fig.2 Distribution of precipitated inhibitors in 3.95 mm hot-rolled plate of Cu-bearing Hi-B steel, process (1): water quenching at 870 ℃, plate surface layer (a₁) and center (a₂); process (2): water quenching at 870 ℃ to 580 ℃ air cooling, plate surface layer (b₁) and center (b₂)

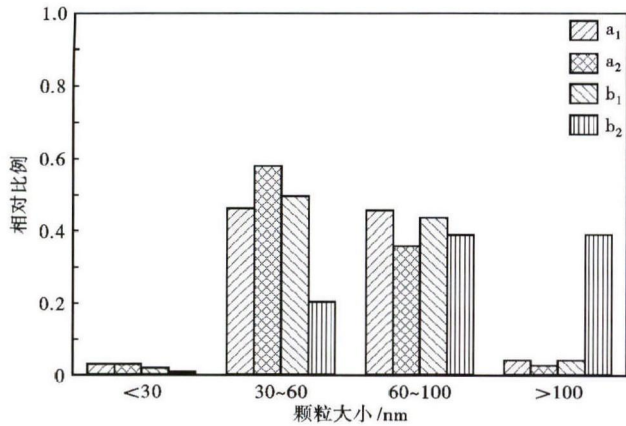


图3 冷却工艺对3.95 mm含铜Hi-B钢热轧板抑制剂 Cu_2S 尺寸分布的影响,工艺(1):870℃水淬,钢板表层(a_1),心部(a_2);工艺(2):870℃水淬至580℃空冷,钢板表层(b_1),心部(b_2)

Fig.3 Effect of cooling process on distribution of size of precipitated inhibitors Cu_2S in 3.95 mm hot-rolled plate of Cu-bearing Hi-B steel, process (1): water quenching at 870℃, plate surface layer (a_1) and center (a_2); process (2): water quenching at 870℃ to 580℃ air cooling; plate surface layer (b_1) and center (b_2)

尺寸上来看,热轧板中心层析出相的尺寸要比表层析出的小,这是由于热轧板表层散热快温度较低,受到的剪切应力大,利于抑制剂析出并长大;而中心层则散热慢温度相对较高,处于平面应力状态且含有取向较强的旋转立方织构,使得析出物尺寸较小^[12]。

与此同时,对比水冷(直接水淬)样品图2(a_1 , a_2)与空冷(阶梯冷却)样品图2(b_1 , b_2)的析出相可以明显发现冷却速度快的样品析出物较多。这是由

于空冷样品,冷却速度慢,停留在高温区时间较长,而温度对析出相有一定的影响,温度越高,析出相数量减少且随着时间的延长,析出相尺寸变大^[13]。通过观察也可以看出阶梯冷却样品图2(b_1 , b_2)析出相尺寸大于直接水冷样品图2(a_1 , a_2)。

析出相的体积分数及尺寸影响晶粒尺寸,即抑制剂的存在,会对晶界产生钉扎作用,阻碍晶粒长大且抑制剂尺寸越小,对晶粒的钉扎作用越明显^[13]。从前面的分析可以得出热轧板空冷样品的表层析出的抑制剂比水冷样品表层少[图1(a_1)与(b_1)],而空冷的平均晶粒尺寸比水冷的大,可能是由于抑制剂的作用。对于中心层则是空冷样品晶粒尺寸小于水冷样品,这可能是中心层为形变组织,晶粒被拉长,造成抑制剂的阻碍作用相对较小。

3 结论

(1)在实验室模拟CSP工艺试制含铜Hi-B钢中,热轧板中析出的抑制剂颗粒主要是 Cu_2S 球形颗粒,同时还存在少量的MnS等析出物。

(2)热轧板中心层析出的抑制剂较多,表层析出较少;但析出抑制剂的平均尺寸则是表层较大,中心层较小。

(3)热轧板的冷却工艺对析出的抑制剂有一定影响,空冷样品析出的抑制剂较水冷样品少。在实际生产过程中可以考虑适当控制冷速。

国家自然科学基金项目资助(51274755)

参考文献

- [1] 孙颖. 低温板坯加热工艺制备取向硅钢的研究[D]. 沈阳: 东北大学, 2009.
- [2] Tetsuo T, Michiro K T, Atsuhito H, et al. Grain-Oriented Electromagnetic Steel Sheet and Process for Producing the Same; US, 6039818 [P]. 2000-03-21.
- [3] Takeshi Kubota, Masahiro Fujikura, Yoshiyuki Ushigami. Recent Progress and Future Trend on Grain-Oriented Silicon Steel [J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2000, 20(1): 69-73.
- [4] Gyu Seung Choi, Chung San Lee, Jong Soo Woo, et al. Method for Manufacturing Oriented Electrical Steel Sheet by Heating Slab at Low Temperature; US Patent, 1997-5653821 [P]. 1997.
- [5] 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.
- [6] Klaus G, Giuseppe A, Stefano F. Recent Technology Developments in Production of Grain-Oriented Electrical Steel [J]. Steel Research International, 2005, 76(6): 413-417.
- [7] 李军, 孙颖, 赵宇, 等. 取向硅钢低温铸坯加热技术的研发进展[J]. 钢铁, 2007, 42(10): 72-75.
- [8] 崔忠圻, 覃耀春. 金属学与热处理[M]. 北京: 机械工业出版社, 2007.
- [9] 颜建新, 付兵, 项利, 等. 低温高磁感取向硅钢连铸与均热过程 AlN 与 MnS 的热力学[J]. 钢铁研究学报, 2014, 26(10): 35-39.
- [10] Liu Zhong-zhu, Kobayashi Yoshinao, Nagai Kotobu. Crystallography and Precipitation Kinetics of Copper Sulfide in Strip Casting Low Carbon Steel [J]. ISIJ International, 2004, 44(9): 1560-1570.
- [11] 杨平, 郑国华, 王琳, 等. 第十一届中国电工钢专业学术年会论文集[C]. 武汉: 武汉出版社, 2010.
- [12] 汪玲玲, 杨平, 毛卫民. Hi-B 钢中抑制剂的析出行为[J]. 材料科学与工程学报, 2010, 28(2): 194-198.
- [13] 王若平, 黎世德, 方泽民, 等. 低温热轧高磁感取向硅钢板常化组织及析出相研究[J]. 金属热处理, 2009, 34(6): 9-14.

徐永(1990-), 男, 硕士研究生, 2014年武汉科技大学(本科)毕业, 轧制过程组织和性能控制。

E-mail: 358757441@qq.com

收稿日期: 2016-06-13