

· 组织和性能 ·

真空预热处理对氮气保护高温退火取向硅钢 30Q140 冷轧板组织和磁性能的影响

张 辉^{1,2} 付勇军¹ 杨 玲³ 张 静⁴ 李 莉⁴

(1 湖北理工学院材料科学与工程学院,黄石 435000;2 昆明理工大学冶金与能源工程学院,昆明 650093;
3 黄石市产品质量监督检验所,黄石 435000;4 鞍钢股份有限公司技术中心,鞍山 114021)

摘 要 研究了真空预热处理温度(800、825、850、875、900 ℃)对取向硅钢 30Q140(∕%:0.035C,3.25Si,0.08Mn,0.010P,0.025S,0.023Al,0.006 5N)0.3 mm 冷轧板初次再结晶组织、二次再结晶组织及磁性能的影响。结果表明,真空预热处理采用快速升温方式时,利用涂覆在钢板表面 MgO 涂层中 Mg(OH)₂ 的分解水可以实现取向硅钢部分脱 C 的目的。真空预热处理温度增加,真空预热处理+1 200 ℃高温退火 30Q140 钢平均晶粒直径先变大后变小,磁性能先变好后变差。二次再结晶组织最完善且磁性能最优的真空预热处理温度为 850 ℃。

关键词 取向硅钢 30Q140 金相组织 再结晶 磁性能

Effect of Vacuum Conditioning Heat Treatment on Structure and Magnetic Properties of High Temperature Annealing Oriented Silicon Steel 30Q140 Cold Rolled Sheet by Nitrogen Protection

Zhang Hui^{1,2}, Fu Yongjun¹, Yang Ling³, Zhang Jing⁴ and Li Li⁴

(1 School of Materials Science and Engineering, Hubei Polytechnic University, Huangshi 435000; 2 Faculty of Metallurgical and Energy Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093;
3 Huangshi Product Quality Supervision and Inspection Institute, Huangshi 435000;
4 Technology Center Angang Steel Company Limited, Anshan 114021)

Abstract The effect of vacuum conditioning heat treatment temperature (800, 825, 850, 875, 900 ℃) on the primary recrystallization microstructure, secondary recrystallization structure and magnetic properties of 0.3 mm cold-rolled sheet of grain-oriented silicon steel 30Q140 (∕%:0.035C, 3.25Si, 0.08Mn, 0.010P, 0.025S, 0.023Al, 0.006 5N) is studied. The results show that the partial decarburization of grain-oriented silicon steel can be achieved by using the decomposition water of Mg(OH)₂ in MgO coating on the steel sheet surface in rapid heating in vacuum conditioning heat treatment. With increasing vacuum conditioning heat treatment temperature, the average grain diameter of vacuum conditioning heat treatment temperature + 1 200 ℃ high-temperature annealing steel 30Q140 first increases and then decreases, and the magnetic properties first become better and then worse. The vacuum conditioning heat treatment temperature of the most perfect secondary recrystallization structure and the best magnetic property of steel is 850 ℃.

Material Index Oriented Silicon Steel 30Q140, Microstructure, Recrystallization, Magnetic Properties

取向硅钢是唯一采用二次再结晶现象生产的钢铁产品,主要用于制造变压器铁芯。取向硅钢初次再结晶组织和织构决定了最终产品的锋锐 Goss 织构和优异磁性能^[1-2]。

脱 C 退火是影响初次再结晶组织和织构的主要工序之一^[3-6]。其作用主要包括三个方面:一是脱 C,使基体中 C 含量降低到 0.0030% 以下,防止产品使用时产生磁时效;二是形成有利于二次再结晶的初次再结晶组织;三是在带钢表面形成致密且均匀的 SiO₂

薄膜,为高温退火过程形成有利于提高磁性能的硅酸镁玻璃膜底层做准备^[7]。脱 C 退火主要控制退火温度、时间和保护气氛,通常在湿氮氢混合气氛条件下进行加热处理^[8-9]。

本试验尝试在真空条件下进行取向硅钢的脱 C 退火处理,研究真空预热处理温度对初次再结晶组织、二次再结晶组织及磁性能的影响,为取向硅钢的制造摸索新的生产工艺。

表1 取向硅钢30Q140二次冷轧样品化学成分/%
Table 1 Main chemical composition of secondary cold rolling sample of grain-oriented silicon steel 30Q140/%

C	Si	Mn	P	S	Al	N
0.035	3.25	0.08	0.010	0.025	0.023	0.0065

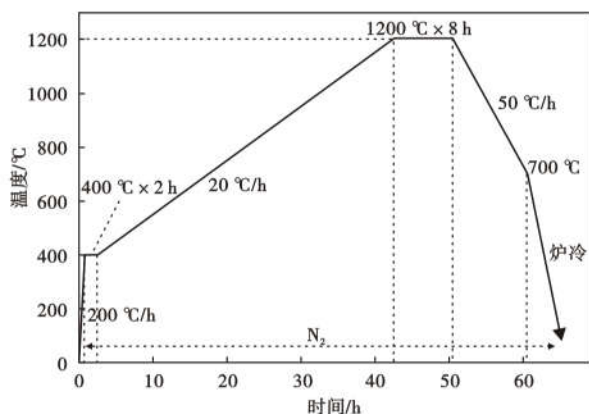


图1 30Q140钢高温退火工艺

Fig. 1 High temperature annealing process of steel 30Q140

1 试验方法

以普通取向硅钢30Q140二次冷轧样品作为研究原料,样品厚度为0.30 mm,主要化学成分见表1所示。样品表面涂覆MgO涂层液并在200 °C烘干后,放入上海钜晶STGL 2000/9型真空碳管炉中,在真空条件下以1.0 °C/s快速升温到800、825、850、875、900 °C,均热1 min。将真空预热处理样品放入高温气氛炉中,在纯N₂保护气氛下进行图1所示高温退

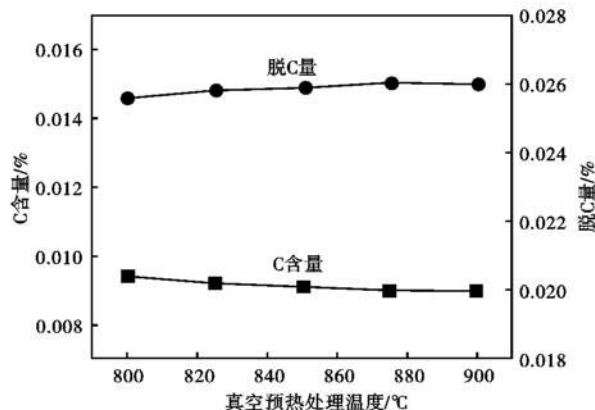


图2 不同温度真空预热处理后30Q140钢脱C量和C含量
Fig. 2 Decarburization amount and carbon content of steel 30Q140 vacuum conditioning heat treated at different temperatures

火处理。冷却到常温后,用水清洗掉表面MgO涂层。

利用OLYMPUS金相显微镜检测真空预热处理样品纵截面金相组织;使用LECO-CS600碳硫分析仪测量真空预热处理样品C含量。用浓盐酸侵蚀高温退火样品,水洗及酒精溶液清洗后扫描得到高温退火样品轧面金相组织;利用联众科技的MATS-3000M硅钢材料测量装置检测高温退火样品磁性能。

2 试验结果

2.1 不同温度真空预热处理后样品C含量和脱C量

图2为不同温度真空预热处理后样品C含量和脱C量。可看出,经真空预热处理后,样品C含量由原始的0.035 0%降低到0.009 0%~0.009 4%,样品

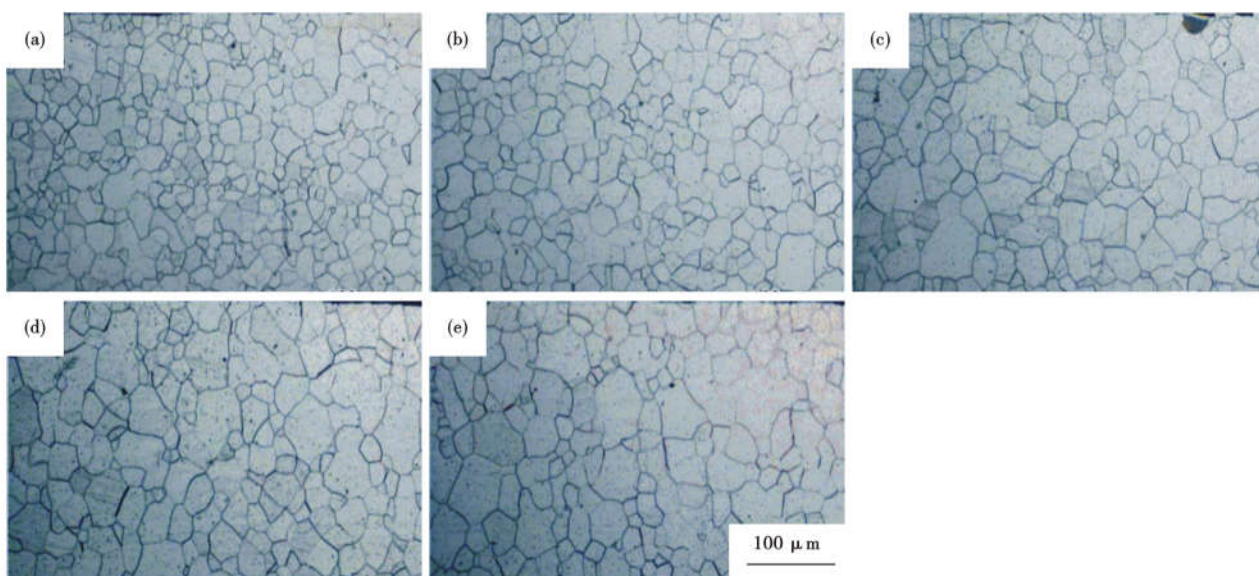


图3 800 °C (a), 825 °C (b), 850 °C (c), 875 °C (d) 和 900 °C (e) 真空预热处理后30Q140钢组织

Fig. 3 Microstructure of steel 30Q140 vacuum conditioning heat treated at (a) 800 °C, (b) 825 °C, (c) 850 °C, (d) 875 °C and (e) 900 °C

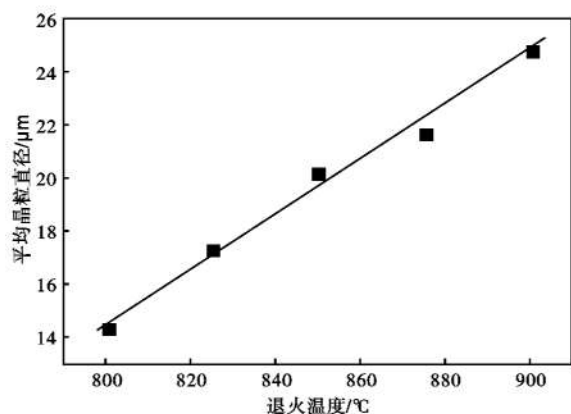


图 4 真空预热处理温度对 30Q140 钢平均晶粒直径的影响
Fig. 4 Effect of vacuum conditioning-heat treated temperature on average grain diameter of steel 30Q140

中减少的 C 含量为 0.025 6% ~ 0.026 0%。随真空预热处理温度升高,样品的 C 含量有减少趋势,但减少幅度很小。根据文献[10]可知,C 含量 $\leq 0.020 0\%$ 时为单相 α 铁素体组织,最终样品可以形成完善的二次再结晶组织,磁性能较好。

2.2 不同温度真空预热处理后样品金相组织

图 3 为不同温度真空预热处理后样品金相组织,图 4 为真空预热处理温度对样品平均晶粒直径的影响。可看出,在真空条件下,取向硅钢经 800 ~ 900 °C 退火 1 min 时,初次再结晶样品金相组织均为等轴状晶粒,再结晶完全。随均热温度升高,真空预热处理样品平均晶粒直径逐渐增大,均热温度每升高 10 °C,

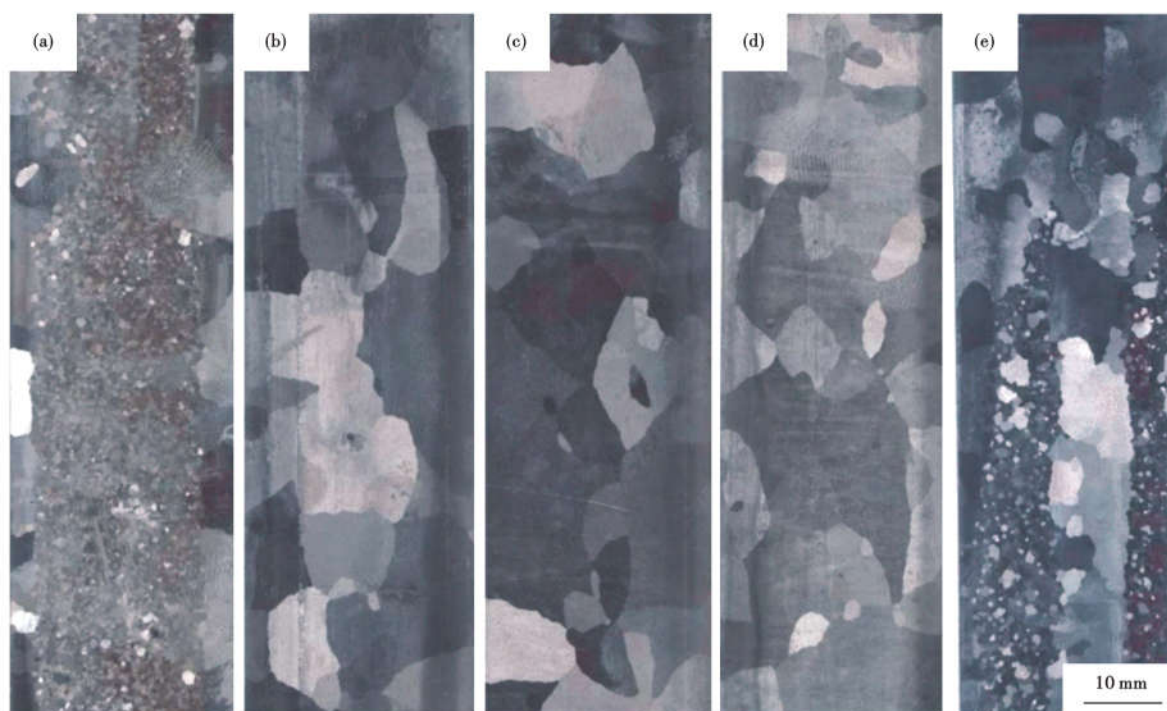


图 5 30Q140 钢(a) 800 °C,(b) 825 °C,(c) 850 °C,(d) 875 °C 和(e) 900 °C 真空预热处理 + 1200 °C 高温退火的组织
Fig. 5 Structure of steel 30Q140 vacuum conditioning-heat treated at 800 °C (a),825 °C (b),850 °C (c),875 °C (d) and 900 °C (e) + high temperature annealing at 1200 °C

平均晶粒直径约增大 1 μm 。

2.3 不同真空预热处理温度条件下高温退火样品金相组织及磁性能

图 5 为不同真空预热处理温度条件下高温退火样品金相组织。图 6 为真空预热处理温度对高温退火样品平均晶粒直径的影响。可看出,随着真空预热处理温度升高,对应的高温退火样品晶粒尺寸先增大后减小。真空预热处理温度为 825、850、875 °C 时,高温退火样品二次再结晶完善。真空预热处理温度为

800 °C、900 °C 时,高温退火样品中存在大量未发生异常长大的细晶组织,二次再结晶不完善。相对 900 °C 真空预热处理而言,800 °C 真空预热处理时对应的高温退火样品细晶组织更多。

图 7 为真空预热处理温度对取向硅钢高温退火样品磁性能的影响。可看出,随真空预热处理温度升高,对应高温退火样品的铁损 $P_{1.7}$ 先减小后增大,而对应的磁感 B_{800} 则先增大后减小。即,随初次再结晶退火温度升高,对应高温退火样品的磁性能先变好后变差,初次再结晶温度为 850 °C 时,磁性能最好。

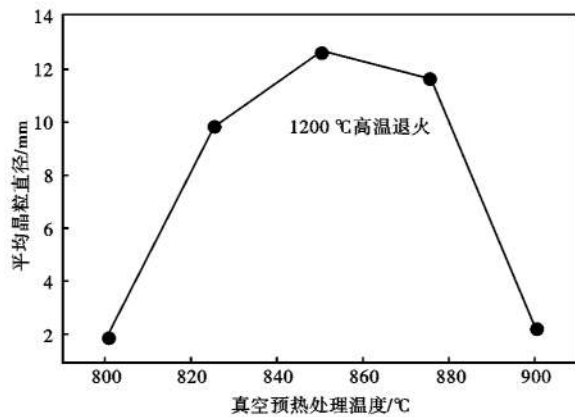


图6 真空预热处理温度对1200 °C高温退火30Q140钢平均晶粒直径的影响

Fig.6 Effect of vacuum conditioning heat treatment temperature on average grain diameter of high temperature annealing steel 30Q140 at 1200 °C

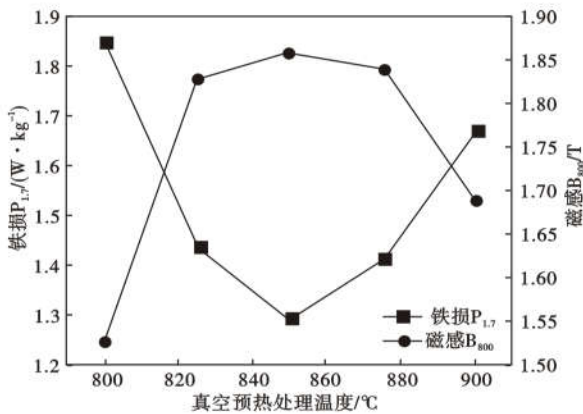


图7 真空预热处理温度对1200 °C高温退火取向硅钢30Q140磁性能的影响

Fig.7 Effect of vacuum conditioning heat treatment temperature on magnetic properties of grain-oriented silicon steel 30Q140 high temperature annealing at 1200 °C

3 讨论分析

3.1 真空条件下钢板的脱C原因分析

减少钢板C含量是取向硅钢脱C退火的目的之一。常规条件下,钢板表面的碳与湿氮氢混合保护气氛中的水蒸汽在800 °C以上发生 $C + H_2O \rightleftharpoons H_2 \uparrow + CO \uparrow$ 化学反应,导致钢板表面C含量显著降低,C原子浓度差使钢板中心层C原子向钢板表面扩散,从而维持脱碳反应的不断进行,直到基体平均C含量降低到0.0030%以下^[11]。本文采用真空预热处理代替脱碳退火,没有通入湿保护气氛,但在二次冷轧钢板的上下表面都涂覆一定厚度的MgO涂层,这与常规条件下钢板脱C退火以后再涂覆MgO涂层完全不同。

MgO涂层液的配制方法是:将工业硅钢专用粉状MgO与H₂O按约1:8比例混合后,在 0 ± 5 °C条件

下连续不断搅拌约2 h。配制过程中部分MgO与H₂O发生化学反应生成Mg(OH)₂,上下表面涂覆MgO涂层液的二次冷轧钢板经200 °C干燥处理后,涂层液中的自由H₂O几乎完全被蒸发。由于干燥温度远低于Mg(OH)₂的分解温度(约为397 °C)^[12],所以干燥后的MgO涂层中除了MgO外,还有部分Mg(OH)₂。

当真空预热处理温度超过397 °C时,Mg(OH)₂开始分解成H₂O和MgO。采用快速升温方式,可以确保炉温足够高时Mg(OH)₂不至于完全分解,从而利用剩余的Mg(OH)₂分解水与钢板表面碳反应,实现部分脱C的目的。同时,冷轧板基体内部较高的空位和位错密度有利于C从钢板中心层向表面扩散,从而加速脱C过程。但从图2可看出,真空预热处理条件下样品基体最终残余C含量没有降低到要求的0.0030%以下。主要原因是钢板表面MgO涂层中Mg(OH)₂过少所致,应进一步研究MgO涂层液的配制温度、涂覆量、干燥处理程度及升温速度等因素对钢板表面MgO涂层中Mg(OH)₂含量的影响,以获得最优的脱C工艺制度。

3.2 真空预热处理温度对取向硅钢再结晶组织的影响

从图3和图4可看出,800~900 °C真空预热处理1 min,取向硅钢的金相组织均为等轴状晶粒,说明冷轧形变晶粒完全被无畸变的再结晶晶粒吞并,使初次再结晶完全。真空预热处理温度越高,金属原子通过晶界扩散的速度越快,即晶界移动速度越快,大晶粒吞并小晶粒长大越迅速,形成的晶粒尺寸越大。

经真空预处理的初次再结晶样品,放入气氛炉进行高温退火时,可能发生二次再结晶而形成异常长大晶粒。二次再结晶实际是一种不连续的晶粒长大过程,即初次再结晶基体中的少数晶粒(通常为Goss取向晶粒)快速吞并周围晶粒而长成大尺寸的晶粒^[13]。这些异常长大晶粒在轧面主要呈多边形,在厚度方向贯穿基体。

初次再结晶晶粒尺寸和组织构会显著影响取向硅钢的二次再结晶组织^[14]。800 °C真空预热处理时,样品的初次再结晶平均晶粒直径约为14.5 μm(如图4所示),样品初次再结晶晶粒尺寸过小,初次再结晶晶粒的晶界能高,会促进晶粒的正常长大,而晶粒正常长大的极限尺寸约为1 mm^[10],导致高温退火样品形成了细晶组织(如图5(a)所示)。900 °C真空预热处理时,初次再结晶平均晶粒直径约为25 μm,样品初次再结晶晶粒尺寸过大,Goss取向晶粒相对周围其他

取向晶粒的尺寸优势变小,其周围将存在较多难以被完全吞并的晶粒,这些晶粒在后续高温退火过程中只能通过正常方式长大,所以最终形成了部分细晶组织(如图 5(e)所示)。初次再结晶晶粒直径在 17 ~ 21 μm 时,对应的高温退火样品二次再结晶完善。因此,完善的二次再结晶过程需要合适尺寸的初次再结晶晶粒。

3.3 真空预热处理温度对取向硅钢磁性能的影响

从图 6 和图 7 可看出,随真空预热处理温度升高,对应高温退火样品的平均晶粒尺寸先变大后变小,高温退火样品的磁性能也是先变好后变差(磁感应强度 B_{800} 先增大后减小且铁损 $P_{1.7}$ 先减小后增大)。即,高温退火样品磁性能的变化趋势与高温退火样品晶粒尺寸的变化趋势相同。说明高温退火样品的磁性能与其金相组织有一定关联性。样品磁性能的好坏取决于 <001> 织构组分的含量^[7],二次再结晶越完善,样品中 Goss { (110) [001] } 组分所占比例越高,即 <001> 织构组分的含量越高,磁感应强度 B_{800} 会增大,同时,磁场通过该样品时的阻力减小,也就是

获得相同的磁通量时,所消耗的电能减小,即铁损 $P_{1.7}$ 减小。反之,二次再结晶越不完善,磁感应强度 B_{800} 减小,铁损 $P_{1.7}$ 增加。

4 结论

(1)真空预热处理采用快速升温时,利用涂覆在钢板表面 MgO 涂层中 Mg(OH)₂ 的分解水可以实现取向硅钢基体部分脱碳的目的。

(2)真空预热处理温度越高,初次再结晶平均晶粒直径越大,每升高 10 °C,初次晶粒尺寸约增加 1 μm。

(3)真空预热处理温度逐渐升高,取向硅钢高温退火样品平均晶粒直径先变大后变小,磁性能先变好后变差。850 °C 真空预热处理时,取向硅钢二次再结晶最完善,磁性能最好。

湖北省自然科学基金面上项目(2018CFB759)、湖北省中央引导地方科技发展专项(2019ZYYD006)、湖北省教育厅科学技术研究计划指导性项目(B2019227)资助

参考文献

[1] 赵健,胡洪旭,罗理,等.脱碳退火温度对取向硅钢组织、织构及磁性能的影响[C]:2016 国产高性能电工钢生产技术与应用研讨会论文集.大连:2016.7.

[2] 付勇军,蒋奇武,杨平,等.脱碳退火保温时间对取向硅钢组织、织构及磁性能的影响[J].材料热处理学报,2015,36(7):157-161.

[3] Hayakawa Y, Kurosawa M. Orientation Relationship Between Primary and Secondary Recrystallized Texture in Electrical Steel[J]. Acta Materialia, 2002, 50(18):4527-4534.

[4] 刘瑞祥,任慧平,金自力,等.退火温度对稀土微合金化取向硅钢组织及微观取向的影响[J].金属热处理,2018,43(12):143-147.

[5] 刘治斌,刘宗滨,李军,等.Sn 或 Sb 对高磁感取向硅钢组织和磁性能的影响[J].金属学报,1991,27(4):A282-A285.

[6] Park J Y, Han K S, Woo J S, et al. Influence of Primary Annealing Condition on Texture Development in Grain Oriented Electrical Steels[J]. Acta Materialia, 2002, 50(7):1825-1834.

[7] 何忠治,赵宇,罗海文.电工钢[M].北京:冶金工业出版社,2012.

[8] 张海利,王宝川,贾志伟,等.取向硅钢脱碳退火工艺对氧化层形成的影响[J].中国体视学与图像分析,2019,25(3):270-278.

[9] 张振海,王立涛,裴英豪,等.脱碳退火工艺对取向硅钢碳含量的影响[J].安徽冶金,2017,85(4):13-16.

[10] 付勇军,雷家柳,廖庆玲,等.残余碳对取向硅钢初次和二次再结晶的影响[J].材料研究学报,2020,34(2):118-124.

[11] Fu Yongjun, Jiang Qiwu, Wang Baochuan, et al. Morphologies and Influential Factors of Forsterite Film in Grain-Oriented Silicon Steel [J]. Journal of Iron and Steel Research (International), 2013, 20(11):105-110.

[12] 李陇岗,杨建元,钟辉,等. Mg(OH)₂ 热分解动力学机理研究[J].盐湖研究,2006,14(1):39-42.

[13] 靳博恺.轧制 Fe-Ga 合金薄板再结晶织构及性能研究[D].沈阳:东北大学,2014.

[14] Kumano Tomoji, 常桂华. 渗氮对含铝晶粒取向硅钢的影响[J]. 鞍钢技术, 2007(1):56-59.

张辉(1998-),男,硕士生(昆明理工大学),2020年湖北理工学院(本科)毕业,硅钢产品研究。
E-mail:fuyi1208@163.com

收稿日期:2021-02-15

欢迎订阅 2022 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、大冶特殊钢股份有限公司《特殊钢》杂志社

电话:0714-6297386 6297313 0714-6297888-8010