



时效轧制温度对低温取向硅钢组织、织构及磁性能的影响

刘慧丹¹, 尹利成², 朱继乔¹, 刘静^{3,2}, 程朝阳², 戴惠磊¹

(1 宏旺控股集团有限公司湖南宏旺新材料科技有限公司, 娄底 417000; 2 武汉科技大学省部共建耐火材料与冶金国家重点实验室, 武汉 430081; 3 深圳大学材料学院, 深圳 518071)

摘要: 通过在不同温度下保温 5 min 的时效轧制实验, 研究了时效轧制温度(150、200、250、300 °C)对低温取向硅钢组织、织构及磁性能的影响。结果表明, 时效轧制温度对低温取向硅钢的冷轧及初次再结晶组织形貌没有明显的影响。但随着时效轧制温度的升高, 初次再结晶组织中{111}<112>和 Goss 织构含量均先增加后减少, {111}<112>织构在 200 °C 时具有较高的含量, Goss 织构在 250 °C 时含量较高, 此时{411}<148>和{100}<012>初次再结晶织构的占比相对较低。初次再结晶组织中, 有利的 Goss 及{111}<112>织构含量增加和不利的{100}<012>织构含量减少, 使得试样在高温退火过程中能够发生较完善的二次再结晶, 经高温退火后, 细小晶粒及岛状晶粒较少, 成品板具有优异的磁性能。

关键词: 时效轧制; 取向硅钢; 组织; 织构; 磁性能

DOI: 10. 20057/j. 1003-8620. 2023-00181 **中图分类号:** TG142. 1

Effect of Aging Rolling Temperature on the Microstructure, Texture and Magnetic Properties of Low-temperature Grain-oriented Silicon Steel

Liu Huidan¹, Yin Licheng², Zhu Jiqiao¹, Liu Jing^{3,2}, Cheng Zhaoyang², Dai Huilei¹

(1 Hongwang Holding Group, Hunan Hongwang New Material Technology, Loudi 417000, China; 2 The State Key Laboratory of Refractories and Metallurgy, Wuhan University of Science and Technology, Wuhan 430081, China; 3 College of Material Science and Engineering, Shenzhen University, Shenzhen 518071, China.)

Abstract: The effects of aging rolling temperature (150, 200, 250, 300 °C) on microstructure, texture and magnetic properties of low-temperature grain-oriented silicon steel were studied by aging rolling experiment at different temperatures for 5 min. The results show that the aging rolling temperatures has no obvious effect on the microstructure morphology of cold rolling and primary recrystallization of low-temperature grain-oriented silicon steel. However, the contents of {111}<112> and Goss in the primary recrystallization microstructure increased and then decreased with the increase of aging rolling temperature, and with the highest contents at 200 °C for {111}<112> texture, while at 250 °C for Goss texture. And the proportion of primary recrystallization texture of {411}<148> and {100}<012> is relatively low. The increase of Goss and {111}<112> texture and the decrease of {100}<012> texture in the primary recrystallization microstructure resulted in perfect secondary recrystallization of the sample during high temperature annealing. After high temperature annealing, there were fewer fine grains and island grains, and the final sheets had excellent magnetic properties.

Key Words: Aging Rolling; Grain-oriented Silicon Steel; Microstructure; Texture; Magnetic Properties

取向硅钢是制造变压器和大型发电机铁心的重要软磁材料, 在电力、新能源领域发挥着重要作用^[1-4]。取向硅钢通过发生完善的二次再结晶获得高取向度的 Goss 织构, 从而获得较为优异的磁性能^[5]。而影响取向硅钢发生完善的二次再结晶的因素较为复杂, 其中初次再结晶组织及织构对其具有重要的影响。

目前, 为了实现高性能取向硅钢的制备, 工业上进行可逆轧制时, 一般会在第四道次采用时效轧制。时效轧制是指采用粗面工作辊、大压下, 并关闭乳化液进行快速轧制, 由轧制过程中产生的变形热使钢板温度升高, 进而使得钢板在轧制的同时进行时效处理。与传统的热轧和冷轧技术相比, 时效轧制扩大了产品范围并降低了生产成本^[6]。大量研

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(52274393); 湖北省自然科学基金资助项目(2022CFB091)

作者简介: 刘慧丹(1982—), 男, 本科; **E-mail:** liuhd@cnhwjt.com; **收稿日期:** 2023-08-22

通信作者: 戴惠磊(1998—), 男, 本科; **E-mail:** garyd0708@163.com

究结果表明^[6-8],时效轧制同时还可以增加冷轧及初次再结晶组织中的 γ 织构,减弱 α 织构,使得初次再结晶组织中的Goss晶粒明显增多,从而提高成品板的磁性能。

由于低温板坯加热工艺具有能耗少、污染小、制造成本低等优点,已经成为生产取向硅钢的主流工艺^[9-11]。低温取向硅钢的初次再结晶晶粒较为粗大(平均晶粒尺寸在20 μm 左右),主要表现为 $\{411\}\langle 148\rangle$ 、 $\{111\}\langle 112\rangle$ 和 $\{100\}\langle 012\rangle$ 三种主要织构组分^[12],明显不同于高温取向硅钢中初次再结晶晶粒细小(平均晶粒尺寸在10 μm 左右)且主要为 $\{111\}\langle 112\rangle$ 织构的特点^[13]。有关时效轧制温度对取向硅钢组织、织构及磁性能影响的研究,目前主要集中在高温板坯加热生产的取向硅钢方面,其对低温取向硅钢的影响还不完全清楚,有待进一步研究。

本实验室采用不同时效轧制温度制备了冷轧低温取向硅钢,研究了时效轧制温度对低温取向硅钢组织、织构及磁性能的影响规律及机理,以明确最佳的时效轧制温度。

1 实验材料及方法

实验用取向硅钢为低温取向硅钢常化板,厚度为2.8 mm,化学成分见表1。按表2的冷轧制度将常化板冷轧至0.23 mm,其中第四道次采用时效轧制,即第三道次轧制结束后,迅速将试样放置加热炉中加热保温,保温结束后,再进行第四道次轧制。时效轧制温度分别为150、200、250、300 $^{\circ}\text{C}$,时效时间为5 min,同时选择一组试样全部道次采用常温轧制。随后在湿气氛下进行850 $^{\circ}\text{C}\times 3$ min的脱碳退火处理,最后进行1 200 $^{\circ}\text{C}\times 20$ h的高温退火,升温速率为15 $^{\circ}\text{C}/\text{h}$,得到最终的成品板。

表1 实验用低温取向硅钢主要化学成分(质量分数)

Table 1 Main chemical composition of experimental low-temperature oriented-silicon steel %

C	Si	Al	Mn	S	Cu	Fe
0.052	3.20	0.031	0.12	0.003	0.015	Bal.

对低温取向硅钢冷轧板的纵截面(轧向 \times 法向,简称为RD \times ND)进行打磨、抛光,经4%的硝酸酒精溶液腐蚀后,在光学显微镜(ZEISS Axioplan 2 imaging)下观察其组织形貌。使用50%的盐酸酒精溶液对成品板轧面进行腐蚀,然后直接观察其二次再结晶组织。低温取向硅钢初次再结晶试样经打磨、抛光和4%的硝酸酒精溶液浅腐蚀后,利用装有EBSD系统的场发

表2 低温取向硅钢冷轧制度

Table 2 Cold rolling process of low-temperature oriented-silicon steel

道次	轧制前厚度/mm	轧制后厚度/mm	压下率/%
1	2.80	1.49	46.80
2	1.49	0.95	36.20
3	0.95	0.65	31.60
4	0.65	0.49	24.60
5	0.49	0.36	26.50
6	0.36	0.23	36.10

射扫描电子显微镜(Nano 400 Nano SEM)在150倍下测量试样纵截面的微观织构,扫描步长为3 μm 。采用Channel 5软件分析不同初次再结晶织构的面积分数,最大偏离角为15 $^{\circ}$ 。利用交流磁性能测量仪(MPG-100D型)测量成品板的磁感 B_8 (外加磁场为800 A/m)和铁损 $P_{1.7/50}$ (1.7 T, 50 Hz),试样的尺寸为300 mm(RD) \times 30 mm(横向,TD) \times 0.23 mm(ND)。

2 实验结果与讨论

2.1 冷轧板组织

常化板经一次冷轧后,各工艺下试样的组织形貌如图1所示。不同温度下时效轧制对低温取向硅钢的冷轧组织没有明显的影响,经一次大压下冷轧后,全部转变为与轧向平行的带状组织。

2.2 初次再结晶组织及织构

不同时效轧制工艺下得到的冷轧板经脱碳退火后,低温取向硅钢试样发生初次再结晶,其组织及晶粒取向分布如图2所示,未时效试样和不同温度下时效轧制试样的初次再结晶组织没有明显差异,均为尺寸均匀的等轴晶粒,经统计,平均晶粒尺寸在20 μm 左右。相应的 $\varphi_2 = 45^{\circ}$ 的ODF(取向分布函数)图如图3所示,可以发现,不同温度时效轧制的试样初次再结晶织构均呈现出强的 α^* 、 γ 、 λ 织构,织构强点分别为 $\{411\}\langle 148\rangle$ 、 $\{111\}\langle 112\rangle$ 、 $\{100\}\langle 012\rangle$ 取向,而Goss织构的强度较低,但不同试样中不同织构组分含量有一定差异。主要织构组分的面积占比统计结果如图4所示,可以看出,随着时效轧制温度的升高, $\{111\}\langle 112\rangle$ 及Goss织构含量呈现出先增加后减少的变化规律, $\{111\}\langle 112\rangle$ 织构在200 $^{\circ}\text{C}$ 时具有较高的含量,Goss织构在250 $^{\circ}\text{C}$ 时含量较高,且在200、250 $^{\circ}\text{C}$ 时, $\{411\}\langle 148\rangle$ 和 $\{100\}\langle 012\rangle$ 织构的含量相对较低。

时效轧制过程中,间隙原子(取向硅钢中的C、N)在一定的温度下表现出较高的迁移率,容易被位错吸附而形成原子气团,在变形过程中阻碍位错的

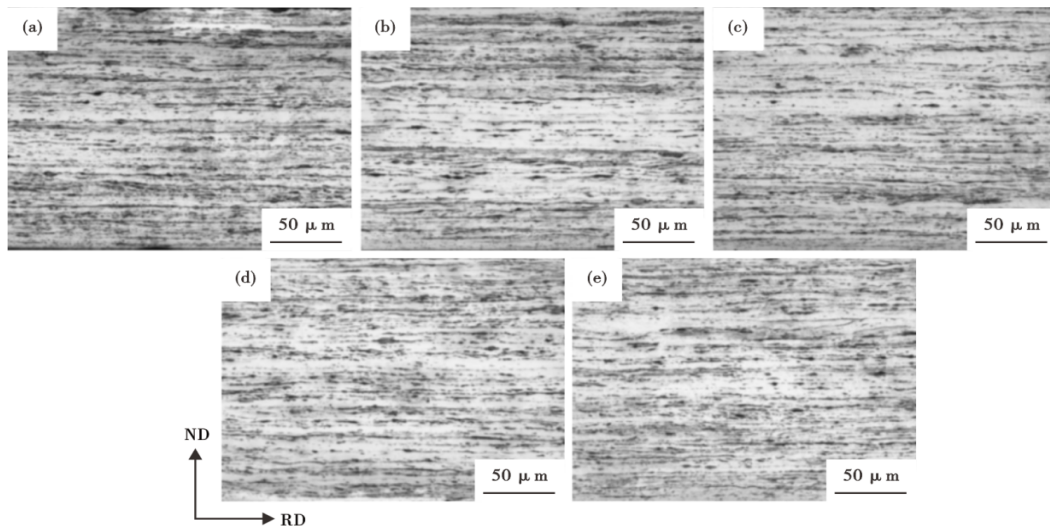


图1 不同时效轧制温度下低温取向硅钢的冷轧组织:(a)未时效处理,(b)150 °C,(c)200 °C,(d)250 °C,(e)300 °C

Fig. 1 Microstructure of cold-rolled sheets of low-temperature grain-oriented silicon steel at different aging rolling temperatures: (a) unaged, (b) 150 °C, (c) 200 °C, (d) 250 °C, (e) 300 °C

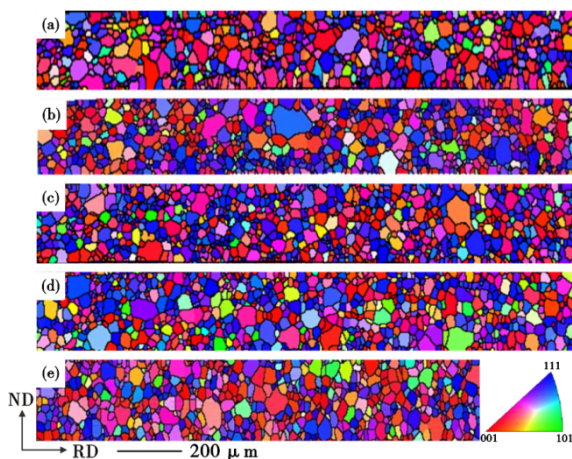


图2 不同时效轧制温度下低温取向硅钢脱碳退火板的取向成像图:(a)未时效处理,(b)150 °C,(c)200 °C,(d)250 °C,(e)300 °C

Fig. 2 Orientation image maps of decarburized annealing sheets of low-temperature grain-oriented silicon steel at different aging rolling temperatures: (a) unaged, (b) 150 °C, (c) 200 °C, (d) 250 °C, (e) 300 °C

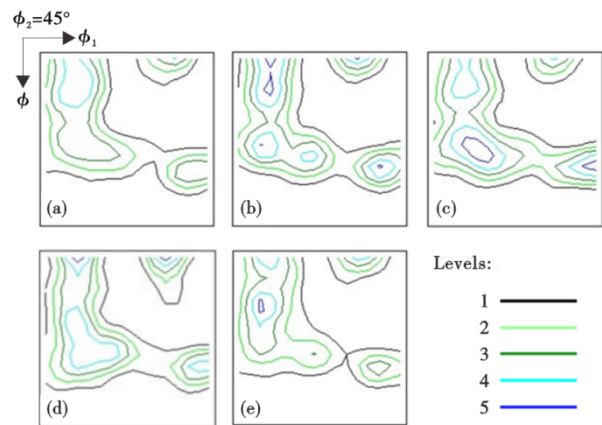


图3 不同时效轧制温度下低温取向硅钢 $\phi_2=45^\circ$ 的ODF图:(a)未时效处理,(b)150 °C,(c)200 °C,(d)250 °C,(e)300 °C

Fig. 3 ODF section at constant $\phi_2 = 45^\circ$ of low-temperature grain-oriented silicon steel at different aging rolling temperatures: (a) unaged, (b) 150 °C, (c) 200 °C, (d) 250 °C, (e) 300 °C

运动,从而促进晶粒发生剪切变形,即动态应变时效(DSA)行为^[14-15]。而剪切变形会使得取向硅钢冷轧组织中的 γ 织构增强, α 织构减弱^[6-8]。孟祥权^[7]认为较佳的时效轧制温度为180~260 °C。Fang Feng等^[6]则在研究中表明,在较低温度下,固溶元素(C、N)的扩散速率相对太慢而不能诱发DSA效应;在较高温度下,碳、氮原子会获得足够的能量与位错分离,这将大幅削弱DSA行为。所以,当时效轧制温度较低或是较高时,时效轧制对初次再结晶组织的影响均较小,而在时效轧制温度为200~250 °C

时,动态应变时效作用较强,同时,由于在初次再结晶过程中, $\{411\}\langle 148\rangle$ 和 $\{100\}\langle 012\rangle$ 取向晶粒的形核位点主要位于 α 形变组织,Goss和 $\{111\}\langle 112\rangle$ 取向晶粒的形核位点主要位于 γ 形变组织中^[16-18]。所以, $\{111\}\langle 112\rangle$ 织构在200 °C的时效轧制温度下具有较高的含量,Goss织构在250 °C时含量较高,且此时, $\{411\}\langle 148\rangle$ 和 $\{100\}\langle 012\rangle$ 织构强度较弱。

2.3 成品板组织及磁性能

高温退火后,不同时效轧制温度下试样的二次再结晶板表面的宏观组织如图5所示,对应的成品板的磁性能如图6所示。结果表明,未时效和在300 °C下时效轧制的试样二次再结晶均不完全,存

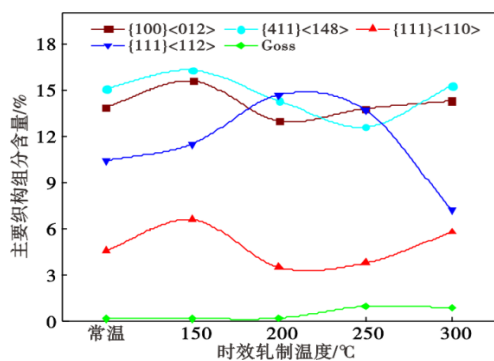


图 4 不同时效轧制温度下低温取向硅钢初次再结晶组织中主要织构组分的含量(最大偏离角为 15°)

Fig. 4 Content of main texture components of primary recrystallization of low-temperature grain-oriented silicon steel at different aging rolling temperatures (maximum deviation angle of 15°)

在大量的细小晶粒和岛状晶粒,此时,成品板的磁性能较差。而 200~250 °C 时效轧制试样均具有较为完全的二次再结晶组织,细小晶粒和岛状晶粒数量较少,成品板的磁性能较为优异。

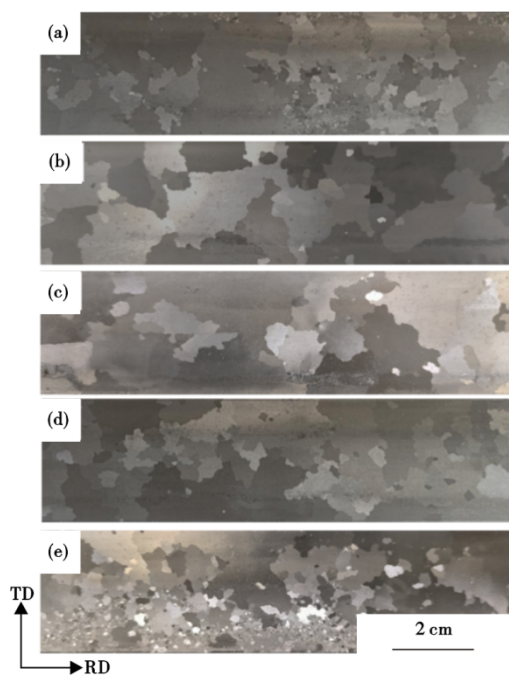


图 5 不同时效轧制温度下低温取向硅钢成品板的宏观组织: (a)未时效处理, (b)150 °C, (c)200 °C, (d)250 °C, (e)300 °C

Fig. 5 Macrostructure of final sheets of low-temperature grain-oriented silicon steel at different aging rolling temperatures: (a) unaged, (b) 150 °C, (c) 200 °C, (d) 250 °C, (e) 300 °C

初次再结晶组织与织构对取向硅钢能否发生完善的二次再结晶,从而获得优异的磁性能至关重要。重合位置点阵理论(CSL)认为,CSL 晶界具有

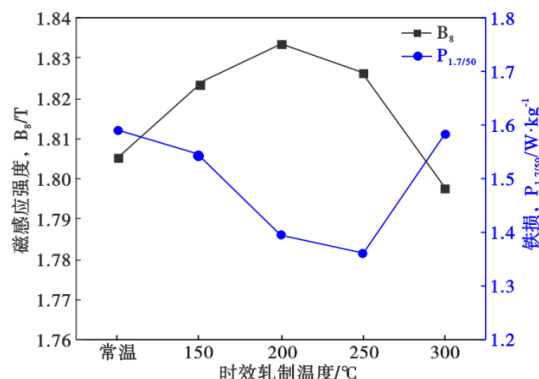


图 6 不同时效轧制温度下低温取向硅钢成品板的磁性能
Fig. 6 Magnetic properties of final sheets of low-temperature grain-oriented silicon steel at different aging rolling temperatures

较高的迁移速度,对 Goss 晶粒的生长有利,尤其是 $\Sigma 9$ 晶界最容易发生迁移^[19]。而取向硅钢中 $\{411\}<148>$ 、 $\{111\}<112>$ 取向晶粒分别与 Goss 晶粒之间为 $\Sigma 9$ 晶界,因此,在二次再结晶过程中, Goss 晶粒会通过晶界的快速迁移吞噬细小的 $\{111\}<112>$ 及 $\{411\}<148>$ 取向晶粒而发生异常长大。然而,研究发现, $\{411\}<148>$ 取向晶粒容易与 α 形变晶粒构成大角度晶界关系,在再结晶过程中具有长大优势^[17]。如图 7 所示,可以看出,初次再结晶组织中含有尺寸较为粗大的 $\{411\}<148>$ 取向晶粒,这种尺寸粗大的 $\{411\}<148>$ 取向晶粒虽然与 Goss 晶粒满足 $\Sigma 9$ 晶界关系,但由于尺寸效应,其会阻碍二次

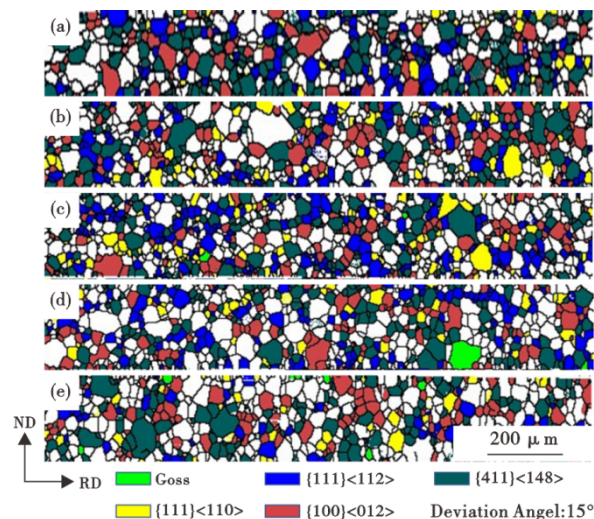


图 7 不同时效轧制温度下低温取向硅钢脱碳退火板中主要织构的分布: (a)未时效处理, (b)150 °C, (c)200 °C, (d)250 °C, (e)300 °C

Fig. 7 The main texture distribution of decarburized annealing sheets: (a) unaged, (b) 150 °C, (c) 200 °C, (d) 250 °C, (e) 300 °C

再结晶过程中 Goss 晶粒的异常长大,使得 Goss 晶粒不能完全吞噬基体组织,从而形成岛状晶粒和细小晶粒。同时,与 Goss 晶粒之间的取向差角为 $45^\circ \sim 60^\circ$ 的 $\{100\} \langle 012 \rangle$ 晶粒,并不满足高能晶界模型和重合位置点阵模型,所以, $\{100\} \langle 012 \rangle$ 取向晶粒与 Goss 晶粒之间的晶界迁移速率较低,在二次再结晶退火期间难以被 Goss 晶粒吞噬^[20],不利于 Goss 晶粒的异常长大。故一般认为,低温取向硅钢初次再结晶组织中 $\{111\} \langle 112 \rangle$ 织构组分最有利于 Goss 晶粒的异常长大,其次是 $\{411\} \langle 148 \rangle$ 织构。而 $\{111\} \langle 112 \rangle$ 织构在 200°C 的时效轧制温度下具有较高的含量, Goss 织构在 250°C 时含量较高,且此时, $\{411\} \langle 148 \rangle$ 和 $\{100\} \langle 012 \rangle$ 织构含量较低,所以,在高温退火过程中, 200°C 、 250°C 时效轧制试样的 Goss 初次再结晶晶粒能够通过晶界快速迁移吞噬周围的基体组织而发生异常长大,成品板中的细小晶粒及岛状晶粒较少,具有较为优异的磁性能。

3 结论

(1) 时效轧制温度对低温取向硅钢的冷轧及初

次再结晶组织没有明显的影响,不同时效轧制温度下,低温取向硅钢冷轧板均为轧向平行的变形组织,初次再结晶组织均为平均晶粒尺寸为 $20\ \mu\text{m}$ 的等轴晶粒。但时效轧制温度对二次再结晶组织影响较大,在 $200 \sim 250^\circ\text{C}$ 时效轧制,试样发生了较为完善的二次再结晶,细小晶粒及岛状晶粒数量较少,时效轧制温度过低或过高时,试样均发生不完全的二次再结晶,存在大量的细小晶粒和岛状晶粒。

(2) 随着时效轧制温度升高,初次再结晶组织中有利的 $\{111\} \langle 112 \rangle$ 及 Goss 织构含量先增加后降低,分别在 200°C 、 250°C 时具有较高的含量,同时在此温度范围, $\{411\} \langle 148 \rangle$ 和 $\{100\} \langle 012 \rangle$ 织构含量较低。

(3) 随着时效轧制温度的升高,成品板的磁感应强度先增加后减小,铁损呈现相反的趋势。当时效轧制温度为 200°C 、 250°C 时,钢具有较为优异的磁性能,这主要是因为试样具有较为完善的二次再结晶组织,细小晶粒及岛状晶粒数量较少。

参考文献

- [1] 滑小杰,白璐,舒泽腾,等. 中温含铜取向硅钢组织与织构演变规律的研究[J]. 电工钢, 2023, 5(3): 15-19.
- [2] 尹思博,乔家龙,胡金文,等. 高磁感取向硅钢中 AlN 的析出研究[J]. 特殊钢, 2021, 42(2): 5-9.
- [3] 张辉,付勇军,杨玲,等. 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[J]. 特殊钢, 2021, 42(5): 60-64.
- [4] 郭志红,李向阳,郑亚旭,等. 钕含量对 3%Si 取向硅钢组织和织构的影响[J]. 特殊钢, 2023, 44(2): 70-79.
- [5] 孔德南,肖彦忠,田永辉. 常化和冷轧工艺对 Hi-B 钢初次再结晶晶粒尺寸的影响[J]. 特钢技术, 2022, 28(3): 22-24.
- [6] Fang F, Lu X, Lan M F, et al. Effect of rolling temperature on the microstructure, texture, and magnetic properties of strip-cast grain-oriented 3% Si steel[J]. Journal of Materials Science, 2018, 53(12): 9217-9231.
- [7] 孟祥权. 30AG120 高磁感取向硅钢工艺优化[D]. 沈阳: 东北大学, 2018.
- [8] 彭加利. 温轧 Fe-3%Si 钢带的显微结构及取向行为表征[D]. 沈阳: 沈阳化工大学, 2017.
- [9] 谢文亮,程祥威,刘敏,等. 不同常化工艺对取向硅钢组织的影响[J]. 电工钢, 2022, 4(4): 14-17.
- [10] 桂攀. 低温加热取向硅钢组织与织构演变研究[J]. 电工钢, 2021, 3(5): 15-20.
- [11] 董爱锋,侯鹏飞,张文康. 普通取向硅钢板坯低温加热生产工艺及磁性研究[J]. 特殊钢, 2019, 40(5): 31-36.
- [12] Xu Z Y, Sha Y H, He Z H, et al. Complete goss secondary recrystallization by control of the grain size and texture of primary re-crystallization in grain-oriented silicon steel[J]. Materials, 2021, 14(18): 5383.
- [13] 刘恭涛,刘志桥,杨平,等. 初次再结晶组织和渗氮量对低温渗氮取向硅钢二次再结晶行为的影响[J]. 材料工程, 2018, 46(1): 16-24.
- [14] Jiao H T, Xu Y B, Zhao L Z, et al. Microstructural evolution and magnetic properties in strip cast non-oriented silicon steel produced by warm rolling[J]. Materials Characterization, 2019, 156: 109876.
- [15] Shingaki Y, Takashima M, Hayakawa Y. Influence of carbon content and rolling temperature on rolling texture in 3 pct Si steel[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2017, 48(1): 551-560.
- [16] 何承绪,马光,陈新,等. 低温薄规格取向硅钢初次再结晶组织对二次再结晶行为的影响[J]. 材料导报, 2020, 34(S1): 457-461.
- [17] 黄祥斌,鲍思前,赵刚,等. 低温取向硅钢初次再结晶动力学模型及织构演变[J]. 钢铁研究学报, 2017, 29(7): 577-582.
- [18] 刘兵兵,鲍思前,赵刚,等. 低温取向硅钢初次再结晶织构及晶界特征分析[J]. 钢铁研究学报, 2018, 30(7): 563-569.
- [19] 白敏,冯运莉,王玥瑶,等. 脱碳退火保温时间对含铌低温取向硅钢初次再结晶的影响[J]. 金属热处理, 2018, 43(7): 40-44.
- [20] 李霞,杨平,贾志伟,等. 低温取向硅钢常化工艺和渗氮工艺对组织、织构和磁性能的影响[J]. 工程科学学报, 2019, 41(5): 610-617.