



(12) 发明专利



(10) 授权公告号 CN 114277309 B

(45) 授权公告日 2022. 11. 18

(21) 申请号 202011032307.1

(22) 申请日 2020.09.27

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 114277309 A

(43) 申请公布日 2022.04.05

(73) 专利权人 宝山钢铁股份有限公司

地址 201900 上海市宝山区富锦路885号

(72) 发明人 章华兵 李国保 沈侃毅 刘宝军

刘德胜 肖稳 侯长俊 胡卓超

马长松 胡治宁

(74) 专利代理机构 上海东信专利商标事务所

(普通合伙) 31228

专利代理师 杨丹莉 李丹

(51) Int. Cl.

C22C 38/02 (2006.01)

C22C 38/06 (2006.01)

C22C 38/04 (2006.01)

C22C 38/12 (2006.01)

C22C 38/14 (2006.01)

C22C 38/20 (2006.01)

C22C 38/16 (2006.01)

C22C 38/26 (2006.01)

C22C 38/22 (2006.01)

C22C 38/28 (2006.01)

C22C 38/34 (2006.01)

C22C 38/60 (2006.01)

C22C 38/24 (2006.01)

C21D 8/12 (2006.01)

C21D 1/26 (2006.01)

C21D 3/04 (2006.01)

C23C 8/26 (2006.01)

审查员 畅敏杰

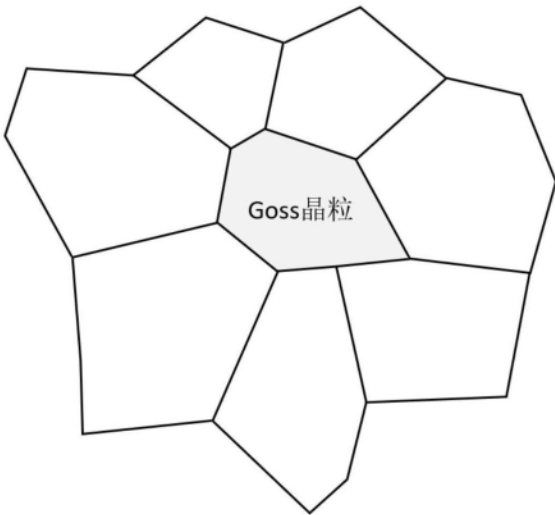
权利要求书2页 说明书22页 附图2页

(54) 发明名称

一种高磁感取向硅钢及其制造方法

(57) 摘要

本发明公开了一种高磁感取向硅钢,其除了Fe及不可避免的杂质元素以外还含有质量百分含量如下的下述各化学元素:Si:2.9~4.5%;C:0.03~0.08%;Als:0.015~0.035%;N:0.003~0.010%;Mn:0.05~0.20%;P:0.01~0.08%;Sn:0.03~0.30%;V $\leq$ 0.0100%;Ti $\leq$ 0.0100%;其中,高磁感取向硅钢二次晶粒尺寸为10~30 μ m。本发明还公开了上述高磁感取向硅钢的脱碳退火、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺,其步骤包括:在脱碳退火炉内的第一段进行加热,然后在第二段进行脱碳和初次再结晶,在第三段进行渗氮;在第四段进行初次晶粒尺寸调整,使得调整后的平均初次晶粒尺寸为14~28 μ m,Goss晶粒相对尺寸系数为1.1~1.8,其中Goss晶粒相对尺寸系数=Goss晶粒平均尺寸/平均初次晶粒尺寸。相应地,本发明还公开了上述高磁感取向硅钢的制造方法。



CN 114277309 B

1. 一种高磁感取向硅钢, 其特征在于, 其除了Fe及其他不可避免的杂质元素以外还含有质量百分含量如下的下述各化学元素:

Si: 2.9~4.5%;

C: 0.03~0.08%;

Als: 0.015~0.035%;

N: 0.003~0.010%;

Mn: 0.05~0.20%;

P: 0.01~0.08%;

Sn: 0.03~0.30%;

V $\leq$ 0.0100%;

Ti $\leq$ 0.0100%;

其中, 所述高磁感取向硅钢的二次晶粒尺寸为10~30mm;

在高磁感取向硅钢的制造过程中, 在脱碳退火炉内的第一段进行加热, 然后在第二段进行脱碳和初次再结晶; 在第三段进行渗氮; 然后在第四段进行初次晶粒尺寸调整, 以使得调整后的平均初次晶粒尺寸为14~28 μ m, Goss晶粒相对尺寸系数为1.1~1.8, 其中Goss晶粒相对尺寸系数=Goss晶粒平均尺寸/平均初次晶粒尺寸。

2. 如权利要求1所述的高磁感取向硅钢, 其特征在于, 其各化学元素质量百分含量为:

Si: 2.9~4.5%;

C: 0.03~0.08%;

Als: 0.015~0.035%;

N: 0.003~0.010%;

Mn: 0.05~0.20%;

P: 0.01~0.08%;

Sn: 0.03~0.30%;

V $\leq$ 0.0100%;

Ti $\leq$ 0.0100%;

余量为Fe和其他不可避免的杂质。

3. 如权利要求1或2所述的高磁感取向硅钢, 其特征在于, 还含有下述化学元素的至少其中之一:

Cr: 0.05~0.40%, Cu: 0.01~0.40%, S: 0.001~0.020%, Sb: 0.001~0.100%, Bi: 0.001~0.100%, Nb: 0.001~0.100%, Mo: 0.001~0.100%。

4. 如权利要求1或2所述的高磁感取向硅钢, 其特征在于, 其典型铁损 $P_{17/50} \leq 0.9 + 2.1 \times$ 板厚-16 $\times$ Si, 典型磁感应强度 $B_8 \geq 2.14 - 6.5 \times$ Si, 其中板厚的单位参量为mm, Si代入Si元素质量百分含量, $P_{17/50}$ 的单位参量为W/kg, B_8 的单位参量为T。

5. 一种用于如权利要求1-4中任意一项所述的高磁感取向硅钢的脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺, 其特征在于, 包括步骤: 在脱碳退火炉内的第一段进行加热, 然后在第二段进行脱碳和初次再结晶; 在第三段进行渗氮; 然后在第四段进行初次晶粒尺寸调整, 以使得调整后的平均初次晶粒尺寸为14~28 μ m, Goss晶粒相对尺寸系数为1.1~1.8, 其中Goss晶粒相对尺寸系数=Goss晶粒平均尺寸/平均初次晶粒尺寸。

6. 如权利要求5所述的高磁感取向硅钢的退火工艺,其特征在于,渗氮后钢板的氮含量为100~260ppm。

7. 如权利要求5所述的高磁感取向硅钢的退火工艺,其特征在于,采用注入 NH_3 的方式进行渗氮,并且/或者渗氮温度为750~900℃。

8. 如权利要求5所述的高磁感取向硅钢的退火工艺,其特征在于,钢板在脱碳退火炉内的第一段的加热速度为30-150℃/s。

9. 如权利要求5所述的高磁感取向硅钢的退火工艺,其特征在于,钢板在脱碳退火炉内的第二段的加热温度为800~900℃,第二段加热时间为80~180s。

10. 如权利要求9所述的高磁感取向硅钢的退火工艺,其特征在于,初次晶粒尺寸调整的温度为800~950℃且不低于第二段加热温度,初次晶粒尺寸调整时间为1~60s。

11. 一种高磁感取向硅钢的制造方法,其特征在于,其包括步骤:

- (1) 冶炼和铸造;
- (2) 板坯加热;
- (3) 热轧;
- (4) 热轧板退火;
- (5) 冷轧;
- (6) 如权利要求5-10中任意一项所述的脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺;
- (7) 涂覆 MgO 涂层;
- (8) 高温退火;
- (9) 绝缘涂层和平整退火,以得到成品。

12. 如权利要求11所述的制造方法,其特征在于,其工艺参数满足下述各项的至少其中之一:

在步骤(2)中,板坯加热温度 $\leq 1250^\circ\text{C}$;

在步骤(5)中,冷轧压下率 $\geq 85\%$ 。

一种高磁感取向硅钢及其制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种钢种及其制造方法,尤其涉及一种取向硅钢及其制造方法。

背景技术

[0002] 取向硅钢是电力和国防工业不可或缺的软磁材料。取向硅钢由具有被称为Goss织构的晶粒组成,其Goss织构用Miller指数表示为 $\{110\}\langle 001\rangle$,晶粒的 $\{110\}$ 晶面平行于轧制平面,晶粒的 $\langle 001\rangle$ 晶向平行于轧制方向,从而在定向磁场下具有最佳的易磁化性能,充分利用磁晶各向异性实现多晶体材料的最佳磁性能。采用取向硅钢制成的变压器铁心,在定向磁场的工况下,其极高的磁感应强度和极低的铁损可显著节省材料和电能。

[0003] 一般来说,通常采用铁损 $P_{17/50}$ 和磁感应强度 B_8 来表征取向硅钢磁性能水平,其中 $P_{17/50}$ 表示在磁感应强度为1.7T、频率为50Hz时,单位kg试样的铁损; B_8 表示对应于磁场强度为800A/m时的磁感应强度。

[0004] 为了提升变压器效率,根本措施是要改善铁心材料的磁性能,这需要铁心的材料具有铁损低、磁感应强度高的性能。其中,铁损既决定于材料本身,也决定于材料在交变磁场中的工作频率和磁感应强度等的影响。磁感应强度则主要受晶粒取向度的影响,材料的磁感应强度可以随晶粒取向度增高而增加。

[0005] 按照磁感应强度 B_8 进行区分,取向硅钢可分为普通取向硅钢($B_8 < 1.88\text{T}$)和高磁感取向硅钢($B_8 \geq 1.88\text{T}$)两大类。其中,传统的高磁感取向硅钢为高温板坯加热工艺,以AlN与MnS为抑制剂,其不足之处在于:为了使抑制剂充分固溶,板坯的加热温度通常需达到1400℃,而这是传统加热炉的极限水平。此外,由于板坯加热温度高,导致能源消耗大,加热炉利用率低、寿命短,板坯烧损大、热卷边裂严重、成材率低,因此,制造成本非常高。

[0006] 鉴于现有技术中存在的缺陷与不足,越来越多的研究人员致力于如何降低取向硅钢板坯加热温度。目前,按照板坯加热温度范围来对改进方法进行区分,其主要改进路径有两种:一种是中温板坯加热工艺,板坯加热温度在1250~1320℃,采用 Cu_2S 作为主要抑制剂;另一种是低温板坯加热工艺,板坯加热温度在1100~1250℃,在后工序采用渗氮方法导入AlN等抑制剂。其中,由于低温板坯加热工艺,可以实现较低成本地生产制造高磁感取向硅钢,因而其应用较多。

[0007] 低温板坯加热工艺根据获取来源将抑制剂细分为:一次抑制剂和二次抑制剂。其中,一次抑制剂来源于板坯中已有的析出物,对初次再结晶有着重要影响从而也会影响最终产品的磁性能;二次抑制剂主要来源于脱碳退火后通过渗氮处理,使氮与钢中原有的铝结合,形成细小弥散的 Si_3N_4 、 $(\text{Mn},\text{Si})\text{N}$ 、 $(\text{Al},\text{Si})\text{N}$ 、 $(\text{Al},\text{Si},\text{Mn})\text{N}$ 、 $(\text{Al},\text{Si})\text{N}$ 、AlN等形态的质点,其中 Si_3N_4 和 $(\text{Mn},\text{Si})\text{N}$ 不稳定,在750~900℃间会转变为 $(\text{Al},\text{Si})\text{N}$ 。在高温退火过程中,二次抑制剂与一次抑制剂共同促进二次再结晶。抑制剂控制贯穿整个取向硅钢制造流程,不但影响轧制过程中的织构组分,还影响初次晶粒尺寸及二次再结晶前的晶粒长大行为,对二次再结晶开始温度影响较大,可以说抑制剂控制是取向硅钢制造技术的核心和主要难点。

[0008] 尽管低温板坯加热工艺具有明显的制造成本与成材率优势,但与高温板坯加热工艺相比,其抑制剂的不稳定因素显著增多。例如,在浇铸过程中形成的粗大析出物,以TiN为核心的MnS+AlN复合析出物在后续退火中难以固溶,抑制剂的抑制效果减弱,导致初次晶粒尺寸的控制难度增大,还可能存在渗氮量分布不均匀等问题,这导致在高温退火过程中通过氮扩散形成的氮化物抑制剂分布不均匀,反映在产品质量上表现为沿板宽和卷长方向的磁性能不均匀。与高温板坯加热工艺相比,低温板坯加热工艺要求抑制剂形成元素如成分Al_s等元素的控制范围达ppm级,并对脱碳退火后的初次晶粒尺寸和渗氮量提出苛刻要求,对制造工艺与技术装备要求高。由于技术难度显著增加,通常低温板坯加热工艺的高磁感取向硅钢典型磁感应强度 B_8 介于1.88~1.92T,低于同类高温板坯工艺产品的磁感应强度,且氧化膜等缺陷发生率也相对较高。

[0009] 在某些低温板坯加热的改进工艺中,如减薄带钢厚度、提高硅含量、刻痕细化磁畴、快速感应加热、板坯夹杂物形态控制等陆续被应用,这使得该工艺产品的等级不断提升,厚度为0.23mm的产品刻痕前铁损 $P_{17/50}$ 可达到0.85W/kg以下,磁感应强度 B_8 可达到1.93T以上,对应的<001>平均偏离角约3~4°,取向度高达95%,但低温板坯加热工艺的一些深层次问题仍没有得到有效解决,主要表现在与高温板坯加热工艺相比,初次晶粒尺寸相对更大且不均匀,导致成品二次晶粒尺寸整体粗大也不均匀,限制了产品等级的进一步提升。

[0010] 例如:公开号为CN102787276B,公开日为2014年4月30日,名称为“一种高磁感取向硅钢及其制造方法”的中国专利文献公开了一种低温板坯加热工艺方案。在该技术方案中,板坯中添加了微量元素Sb、Bi、Nb和Mo的至少其中之一,且控制微量元素Sb、Bi、Nb和Mo满足 $Sb+Bi+Nb+Mo:0.0015\sim0.0250\%$, $(Sb/121.8+Bi/209.0+Nb/92.9+Mo/95.9)/(Ti/47.9+V/50.9)$ 为0.1~15,可减少板坯中MnS+AlN复合夹杂物数量,增加细小弥散AlN数量,并配合脱碳退火工艺的调整,使初次晶粒尺寸 $\leq 30\mu m$ 且初次再结晶的再结晶度 $\geq 90\%$,获得的高磁感取向硅钢的磁感应强度 $B_8 > 1.93T$ 。该技术方案中成品的二次晶粒尺寸粗大,异常涡流损耗增加,限制了产品铁损的进一步改进。

[0011] 又例如:公开号为CN1529764A,公开日为2004年9月15日,名称为“高磁场铁损和涂层特性优异的超高磁通密度单取向电工钢板及其制造方法”的中国专利文献公开了一种高温板坯加热工艺方案。在该专利文献的技术方案中,通过使钢板表面和一次涂层界面存在0.01~1000ppm的Bi元素,并通过控制最终冷轧前退火最高温度、最终冷轧钢板退火升温制度、MgO退火分离剂中TiO₂添加量等方法,获得超高磁感应强度取向硅钢,其磁感应强度 $B_8 \geq 1.94T$ 。该技术方案高温板坯加热工艺所述的制造成本高外,还含有制约产业化的难题。

[0012] 再例如:公开号为CN102361993A,公开日为2012年2月22日,名称为“方向性电磁钢板的制造方法、卷绕铁芯用方向性电磁钢板及卷绕铁芯”的中国专利公开了一种高温板坯加热工艺方案。该技术方案中板坯含有5~1000ppm的Te元素,在脱碳退火时或在脱碳退火前将冷轧板升温速度控制在30~100℃/s之间,并在最终高温退火750℃至1150℃之间的升温速度控制在20℃/h以下,获得一种“轧向长度/横向长度”形状比平均值为2以上的高磁感取向硅钢,其磁感应强度 $B_8 \geq 1.94T$ 。该技术方案中Te元素成本高,且也存在难以稳定均匀添加等产业化难题。

发明内容

[0013] 本发明的目的之一在于提供一种高磁感取向硅钢,该高磁感取向硅钢通过合理的化学成分及工艺设计,具有优异的磁性能,其典型铁损 $P_{17/50} \leq 0.9 + 2.1 \times \text{板厚} - 16 \times \text{Si}$,典型磁感应强度 $B_8 \geq 2.14 - 6.5 \times \text{Si}$,具有良好的使用前景和价值。其中,板厚的单位参量为mm, Si代入Si元素质量百分含量, $P_{17/50}$ 的单位参量为W/kg, B_8 的单位参量为T。

[0014] 为了实现上述目的,本发明提出了一种高磁感取向硅钢,其除了Fe及其他不可避免的杂质元素以外还含有质量百分含量如下的下述各化学元素:

[0015] Si:2.9~4.5%;

[0016] C:0.03~0.08%;

[0017] Als:0.015~0.035%;

[0018] N:0.003~0.010%;

[0019] Mn:0.05~0.20%;

[0020] P:0.01~0.08%;

[0021] Sn:0.03~0.30%;

[0022] V $\leq$ 0.0100%;

[0023] Ti $\leq$ 0.0100%;

[0024] 其中,所述高磁感取向硅钢的二次晶粒尺寸为10~30mm。

[0025] 进一步地,在本发明所述的高磁感取向硅钢中,其各化学元素质量百分含量为:

[0026] Si:2.9~4.5%;

[0027] C:0.03~0.08%;

[0028] Als:0.015~0.035%;

[0029] N:0.003~0.010%;

[0030] Mn:0.05~0.20%;

[0031] P:0.01~0.08%;

[0032] Sn:0.03~0.30%;

[0033] V $\leq$ 0.0100%;

[0034] Ti $\leq$ 0.0100%;

[0035] 余量为Fe和其他不可避免的杂质。

[0036] 在本发明所述的技术方案中,各化学元素的设计原理具体如下所述:

[0037] Si:在本发明所述的高磁感取向硅钢中,Si是取向硅钢中的基础元素,其可以提高电阻率并降低铁损。需要注意的是,当钢中Si元素的质量百分含量低于2.9%时,会使材料的电阻率下降,不能有效降低取向硅钢的涡流损耗;相应地,钢中Si元素含量也不宜过高,当钢中Si元素的质量百分含量高于4.5%时,由于Si有沿晶界偏聚的倾向,其会导致钢板脆性增加,使可轧性变差,还会使再结晶组织和抑制剂变得不稳定,造成二次再结晶不完善。基于此,在本发明所述的高磁感取向硅钢中将Si元素的质量百分含量控制在2.9~4.5%之间。

[0038] C:在本发明所述的高磁感取向硅钢中,钢中C元素含量需要与钢中Si元素含量相匹配,以确保材料在热轧过程获得适当比例的 γ 相。当钢中C元素的质量百分含量低于0.03%时,在热轧过程中获得的 γ 相比比例低,不利于利用相变轧制形成均一精细的热轧织

构;但若钢中C元素的质量百分含量高于0.08%时,则会出现粗大的碳化物质点,这些粗大的碳化物很难在脱碳工序被去除,因而降低脱碳效率进而增加脱碳成本。基于此,在本发明所述的高磁感取向硅钢中将C元素的质量百分含量控制在0.03~0.08%之间。

[0039] Al_s:在本发明所述的高磁感取向硅钢中,Al_s可以在材料进行后续渗氮处理中形成二次抑制剂,其可以与一次抑制剂共同作用,从而形成足够的钉扎强度促进二次再结晶。但是,需要注意的是,当钢中Al_s的质量百分含量低于0.015%时,则会导致抑制剂的钉扎强度不够,使一些非有利织构也会发生二次再结晶,使材料的磁性能劣化,甚至不能发生二次再结晶;而若钢中Al_s的质量百分含量高于0.035%时,则会使Al_s的氮化物粗化,使抑制剂效果下降。基于此,在本发明所述的高磁感取向硅钢中,将Al_s的质量百分含量控制在0.015~0.035%之间。

[0040] N:在本发明所述的高磁感取向硅钢中,N元素可以形成AlN等形式的氮化物,其是形成一次抑制剂的重要元素。需要说明的是,N元素能够形成一次抑制剂AlN,使得一次抑制剂的钉扎强度和脱碳退火温度匹配,进而获得细小均匀的初次晶粒尺寸。钢中添加的N元素含量以稳定控制初次晶粒尺寸为主要目的,当钢中N元素的质量百分含量低于0.003%时,则一次抑制剂量不足,难以形成细小均匀的初次晶粒尺寸;但当N的质量百分含量超过0.010%时,则冷轧钢板容易出现气泡类缺陷,并增加炼钢负荷。基于此,在本发明所述的高磁感取向硅钢中将N元素的质量百分含量控制在0.003~0.010%之间。

[0041] Mn:在本发明所述的高磁感取向硅钢中,Mn元素与Si元素类似,均可以提高电阻率降低涡流损耗。此外,Mn元素还可以扩大 γ 相区,具有改善热轧塑性和组织的效果,从而有效提高材料的热轧可轧性。但是,需要注意的是,当钢中Mn元素的质量百分含量低于0.05%时,则不能有效地发挥上述作用;而若钢中添加的Mn元素的质量百分含量高于0.20%时,则容易出现 α 和 γ 混合双相组织,从而在退火时造成相变应力并产生 γ 相,造成二次再结晶不稳定。基于此,在本发明所述的高磁感取向硅钢中,将Mn元素的质量百分含量控制在0.05~0.20%之间。

[0042] P:在本发明所述的高磁感取向硅钢中,P为晶界偏聚元素,其可以起到辅助抑制剂的作用。P二次再结晶过程中,即使在约1000℃的高温下,P元素仍然具有晶界偏聚的作用,其可以延缓AlN过早氧化分解,有利于二次再结晶。同时,P元素还可以起到提高材料电阻率,降低涡流损耗的作用。但是需要注意的是,当钢中P元素的质量百分含量低于0.01%时,则不能有效地发挥上述作用;但当钢中P元素的质量百分含量高于0.08%时,不仅会降低渗氮效率,还会使冷轧可轧性变差。基于此,在本发明所述的高磁感取向硅钢中,将P元素的质量百分含量控制在0.01~0.08%之间。

[0043] Sn:在本发明所述的高磁感取向硅钢中,Sn是晶界偏聚元素,其具有辅助抑制剂的作用,能够有效弥补因钢中Si含量提高或带钢厚度减薄等情况下,AlN析出物粗化导致的抑制力下降的问题,扩大工艺窗口,有利于成品磁性能稳定。但考虑到Sn的质量百分含量添加量低于0.03%时,不能有效获得上述效果;而Sn的质量百分含量添加量高于0.30%时,不但会影响脱碳效率,还会造成表面质量不良,磁性能也不会得到改善,制造成本增加。在本发明所述的高磁感取向硅钢中,将Sn元素的质量百分含量控制在0.03~0.30%之间。

[0044] V和Ti:在本发明所述的高磁感取向硅钢中,V元素在材料进行渗氮处理后会形成VN,影响二次再结晶,不利于材料的磁性能。而Ti元素由于其能够优先析出TiN,而MnS会依

附TiN析出,随后AlN又会依附MnS析出,从而容易形成粗大的MnS+AlN复合夹杂物,也不利于材料的磁性能。相应地,降低Ti、V的含量,还可以降低成品中TiN以及VN的有害夹杂物。因此,在本发明所述的高磁感取向硅钢中,需要严格控制Ti和V元素的含量,将Ti元素的质量百分含量限定为 $Ti \leq 0.0100\%$,将V元素的质量百分含量限定为 $V \leq 0.0100\%$ 。

[0045] 进一步地,在本发明所述的高磁感取向硅钢中,还含有下述化学元素的至少其中之一:

[0046] Cr:0.05~0.40%,Cu:0.01~0.40%,S:0.001~0.020%,Sb:0.001~0.100%,Bi:0.001~0.100%,Nb:0.001~0.100%,Mo:0.001~0.100%。

[0047] 在上述技术方案中,Cr、Cu、S、Sb、Bi、Nb和Mo均可以进一步提高本发明所述的高磁感取向硅钢的性能。

[0048] Cr:在一些优选的实施方式中,添加Cr元素既可以提高电阻率,又有利于改善材料的力学性能,并通过促进钢板氧化,可明显改善表面质量。为了使Cr元素的作用充分发挥出来,钢中Cr元素的质量百分含量可以高于0.05%,但考虑到当添加Cr高于0.40%,会在脱碳过程中形成致密的氧化物层,进而影响脱碳和渗氮效率。因此,在本发明所述的高磁感取向硅钢中,在一些优选的实施方式中,添加Cr的质量百分含量可以优选地设置为0.05~0.40%。

[0049] Cu:在一些优选的实施方式中,添加Cu是因为:Cu元素与Mn元素类似,均可以扩大 γ 相区,有助于获得细小AlN析出物。Cu元素除扩大 γ 相区外,其还能够比Mn优先与S元素结合形成 Cu_2S ,从而有利于抑制初次晶粒尺寸变动。考虑到钢中添加Cu元素的质量百分含量低于0.01%,不能发挥其上述作用;但若钢中添加Cu元素的质量百分含量高于0.40%,则会使制造成本增加,磁性能也不会得到改善。因此,在本发明所述的高磁感取向硅钢中,在一些优选的实施方式中,Cu的质量百分含量可以优选地设置为0.01~0.40%。

[0050] S:在一些优选的实施方式中,添加S是因为:S是形成MnS、 Cu_2S 等析出物的元素。合适的MnS、 Cu_2S 等析出物有利于抑制初次晶粒尺寸变动。如果钢中S元素含量低于0.001%,即使在铸坯被加热至硫化物完全固溶的温度时,所产生的硫化物量仍然很少,不利于获得细小均匀的初次晶粒尺寸,同时也会增加炼钢负荷;而当钢中S元素含量超过0.020%时,生成的硫化物会增多,会导致初次晶粒尺寸不均匀,使成品磁感下降、磁性能波动大。此外,钢中S元素含量过高还会增加高温退火净化S元素的成本。因此,在本发明所述的高磁感取向硅钢中,在一些优选的实施方式中,S的质量百分含量可以优选地设置为0.001~0.020%。

[0051] Sb和Bi:在一些优选的实施方式中,添加Sb、Bi是因为:Sb和Bi也是晶界偏聚元素,均具有辅助抑制剂的作用,可以改善Goss晶核的晶界迁移条件,有助于扩大工艺窗口,改善成品磁感。当钢中Sb、Bi的质量百分含量低于0.001%,则不能有效获得上述效果;而当钢中Sb、Bi的质量百分含量高于0.100%时,不但会影响脱碳效率,还会造成表面质量不良,磁性能也不会得到明显改善,增加制造成本。基于此,在本发明所述的高磁感取向硅钢中,在一些优选的实施方式中,Sb的质量百分含量可以优选地设置为0.001~0.100%,Bi的质量百分含量同样可以优选地设置为0.001~0.100%。

[0052] Nb和Mo:在一些优选的实施方式中,添加Nb和Mo是因为:Nb和Mo均是有效的细化晶粒微合金化元素,可以促进形成细小均匀的初次晶粒尺寸,同时形成的碳氮化物还可以作为辅助抑制剂,降低了对一次抑制剂形态的调整难度。当Nb、Mo的质量百分含量低于

0.001%时,不能有效地发挥上述作用;但若Nb、Mo的质量百分含量超过0.100%时,则对再结晶有强烈的阻止作用,二次再结晶不完善。基于上述理由,在一些优选的实施方式中,Nb的质量百分含量可以优选地设置为0.001~0.100%,Mo的质量百分含量可以优选地设置为0.001~0.100%。

[0053] 进一步地,在本发明所述的高磁感取向硅钢中,其典型铁损 $P_{17/50} \leq 0.9 + 2.1 \times \text{板厚} - 16 \times \text{Si}$,典型磁感应强度 $B_8 \geq 2.14 - 6.5 \times \text{Si}$,其中板厚的单位参量为mm,Si代入Si元素质量百分含量, $P_{17/50}$ 的单位参量为W/kg, B_8 的单位参量为T。

[0054] 相应地,本发明的另一目的在于提供一种上述的高磁感取向硅钢的脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺,该脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺通过对其工艺过程的优化,可以提高脱碳退火板中的Goss晶粒相对尺寸,能够有效降低二次再结晶前Goss晶核失效风险,由此提高Goss晶核在高温退火过程中异常长大能力,实现在不增加甚至降低成品Goss取向偏离角的情况下,减小二次晶粒尺寸。

[0055] 为了实现上述目的,本发明提出了上述的高磁感取向硅钢的脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺,其包括步骤:在脱碳退火炉内的第一段进行加热,然后在第二段进行脱碳和初次再结晶;在第三段进行渗氮;然后在第四段进行初次晶粒尺寸调整,以使得调整后的平均初次晶粒尺寸为14~28 μm ,Goss晶粒相对尺寸系数为1.1~1.8,其中Goss晶粒相对尺寸系数=Goss晶粒平均尺寸/平均初次晶粒尺寸。

[0056] 在本发明所述的技术方案中,需要说明的是,取向硅钢各工序之间衔接紧密,每一个工序均对组织、织构和抑制剂分布有严格的要求,其中初次再结晶的优劣直接决定了Goss晶核能否发展完善的二次再结晶。

[0057] 为了改善初次再结晶组织和织构,在研究热轧组织控制、冷轧和初次再结晶退火等工艺的基础上,本案发明人还详细研究了初次再结晶组织中的Goss晶粒相对尺寸系数的影响,发现可通过提高脱碳退火板中的Goss晶粒相对尺寸,提高Goss晶核在高温退火过程中异常长大能力,由此可实现在不增加甚至降低成品Goss取向偏离角的情况下,减小二次晶粒尺寸,使二次晶粒尺寸更均匀。

[0058] 在本发明上述的脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺中,为了使Goss晶粒尺寸相对系数的作用充分发挥出来,要求Goss晶粒尺寸相对系数高于1.1;但考虑到当Goss晶粒尺寸相对系数高于1.8时,需要提高退火温度或延长退火时间,不但会大幅增加脱碳退火成本,而且非Goss初次晶粒尺寸也变得不均匀,反而会导致材料的磁性能不稳定。因此,将Goss晶粒相对尺寸系数控制在1.1~1.8之间。

[0059] 此外,在上述的脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺中,将初次晶粒尺寸调整放在渗氮处理后进行,是因为:如果在渗氮处理前对初次晶粒尺寸进行调整,由于此时没有足够的抑制剂,Goss晶粒相对尺寸不会明显增加甚至有所降低。

[0060] 进一步地,在本发明所述的高磁感取向硅钢的退火工艺中,渗氮后钢板的氮含量为100~260ppm。

[0061] 进一步地,在本发明所述的高磁感取向硅钢的退火工艺中,采用注入 NH_3 的方式进行渗氮,并且/或者渗氮温度为750~900 $^{\circ}\text{C}$ 。

[0062] 进一步地,在本发明所述的高磁感取向硅钢的退火工艺中,钢板在脱碳退火炉内的第一段的加热速度为30-150 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 。

[0063] 进一步地,在本发明所述的高磁感取向硅钢的退火工艺中,钢板在脱碳退火炉内的第二段的加热温度为800~900℃,第二段加热时间为80~180s。

[0064] 进一步地,在本发明所述的高磁感取向硅钢的退火工艺中,初次晶粒尺寸调整的温度为800~950℃且不低于第二段加热温度,初次晶粒尺寸调整时间为1~60s。

[0065] 此外,本发明的又一目的在于提供一种高磁感取向硅钢的制造方法,该制造方法生产成本低,且能够在不增加甚至降低成品Goss取向偏离角的情况下,减小二次晶粒尺寸,获得磁性能特别优异的高磁感取向硅钢。

[0066] 为了实现上述目的,本发明提出了上述高磁感取向硅钢的制造方法,其包括步骤:

[0067] (1) 冶炼和铸造;

[0068] (2) 板坯加热;

[0069] (3) 热轧;

[0070] (4) 热轧板退火;

[0071] (5) 冷轧;

[0072] (6) 如本发明上述的脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺;

[0073] (7) 涂覆MgO涂层;

[0074] (8) 高温退火;

[0075] (9) 绝缘涂层和平整退火,以得到成品。

[0076] 进一步地,在本发明所述的制造方法,其工艺参数满足下述各项的至少其中之一:

[0077] 在步骤(2)中,板坯加热温度 $\leq 1250^{\circ}\text{C}$;

[0078] 在步骤(5)中,冷轧压下率 $\geq 85\%$ 。

[0079] 本发明所述的高磁感取向硅钢及其制造方法相较于现有技术具有如下所述的优点以及有益效果:

[0080] 本发明所述的高磁感取向硅钢通过合理的化学成分设计并配合改进脱碳退火工艺,提高脱碳退火板中的Goss晶粒相对尺寸,可降低二次再结晶前Goss晶核失效风险,由此提高Goss晶核在高温退火过程中异常长大能力,实现在不增加甚至降低成品Goss取向偏离角的情况下,减小二次晶粒尺寸,进而能够获得磁感和铁损都特别优异的高磁感取向硅钢。

[0081] 本发明所述的高磁感取向硅钢具有优异的磁性能,其二次晶粒尺寸为8~20mm,典型铁损 $P_{17/50} \leq 0.9 + 2.1 \times \text{板厚} - 16 \times \text{Si}$,典型磁感应强度 $B_8 \geq 2.14 - 6.5 \times \text{Si}$,具有良好的使用前景和价值。其中,板厚的单位参量为mm,Si代入Si元素质量百分含量, $P_{17/50}$ 的单位参量为W/kg, B_8 的单位参量为T。

[0082] 相应的,本发明所述的高磁感取向硅钢的制造方法,其采用了本发明所改进的高磁感取向硅钢的脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺,不仅生产成本较低,且同样具有以上优点及有益效果。

附图说明

[0083] 图1为现有技术中脱碳退火板中的Goss晶粒相对尺寸示意图。

[0084] 图2为采用了本发明所述的高磁感取向硅钢的脱碳退火板中的Goss晶粒相对尺寸示意图。

[0085] 图3为本发明所述的高磁感取向硅钢的制造方法中的一种具有脱碳、渗氮和初次

晶粒尺寸调整功能的脱碳退火炉示意图。

具体实施方式

[0086] 下面将结合说明书附图以及具体的实施例对本发明所述的高磁感取向硅钢及其制造方法做进一步的解释和说明,然而该解释和说明并不对本发明的技术方案构成不当限定。

[0087] 实施例1-12以及对比例1-8

[0088] 表1列出了实施例1-12的高磁感取向硅钢以及对比例1-8的对比钢的各化学元素的质量百分比。

[0089] 表1. (wt%, 余量为Fe及其他不可避免的元素)

[0090]

编号	钢号	化学元素																
		Si	C	Als	N	Mn	P	Sn	V	Ti	Cr	Cu	S	Sb	Bi	Nb	Mo	
实施例 1	A1	3.23	0.032	0.033	0.0054	0.083	0.079	0.298	0.007	0.007	—	—	0.002	0.099	—	—	0.097	
实施例 2	A2	2.91	0.051	0.0289	0.01	0.052	0.076	0.049	0.004	0.008	—	—	—	0.001	—	0.045	0.003	
实施例 3	A3	3.98	0.061	0.0177	0.0079	0.183	0.021	0.032	0.006	0.005	—	0.29	0.02	—	0.003	—	0.076	
实施例 4	A4	4.48	0.069	0.0303	0.0083	0.199	0.017	0.083	0.01	0.009	—	—	—	0.084	—	—	—	
实施例 5	A5	4.07	0.04	0.0195	0.0087	0.164	0.075	0.184	0.009	0.001	0.24	—	0.017	0.066	0.036	0.029	0.022	
实施例 6	A6	3.69	0.057	0.0313	0.007	0.069	0.048	0.253	0.004	0.006	—	0.21	0.012	0.012	0.079	0.069	—	
实施例 7	A7	3.02	0.072	0.0151	0.0044	0.15	0.044	0.065	0.003	0.01	0.14	0.12	—	0.024	0.098	0.099	—	
实施例 8	A8	3.75	0.041	0.0205	0.0053	0.075	0.067	0.279	0.008	0.006	0.05	0.39	—	—	—	—	0.018	
实施例 9	A9	3.35	0.07	0.0347	0.0031	0.111	0.037	0.165	0.005	0.005	0.35	0.02	—	—	0.019	—	0.034	
实施例 10	A10	3.56	0.068	0.0274	0.0091	0.099	0.012	0.101	0.007	0.002	0.4	—	—	0.031	—	—	0.045	
实施例 11	A11	4.26	0.079	0.0213	0.0052	0.144	0.056	0.139	0.002	0.004	—	—	—	—	—	—	—	
实施例 12	A12	3.47	0.047	0.0244	0.0065	0.123	0.029	0.227	0.001	0.003	—	—	0.007	0.05	0.063	0.002	0.059	
对比例 1	B1	3.87	0.044	0.0341	0.0067	<u>0.205</u>	0.031	<u>0.029</u>	0.009	0.009	0.2	<u>0.009</u>	0.019	—	0.077	0.097	<u>0.102</u>	
对比例 2	B2	3.13	0.075	<u>0.0358</u>	0.0055	0.173	0.071	0.176	0.003	<u>0.013</u>	0.06	0.08	<u>0.022</u>	0.027	0.053	—	0.096	

[0091]

对比例 3	B3	2.93	<u>0.025</u>	0.0159	0.0081	0.053	<u>0.009</u>	0.124	0.007	0.007	<u>0.42</u>	—	0.008	<u>0.0008</u>	—	0.005	0.043
对比例 4	B4	3.88	0.049	0.0198	0.0038	<u>0.048</u>	0.026	0.22	0.007	0.004	0.37	0.23	0.013	<u>0.109</u>	0.067	<u>0.0008</u>	0.053
对比例 5	B5	4.33	0.062	0.0272	<u>0.0103</u>	0.076	0.013	0.038	<u>0.011</u>	0.005	—	0.17	<u>0.0008</u>	0.064	<u>0.101</u>	0.016	—
对比例 6	B6	4.47	0.053	0.0304	0.0065	0.149	0.056	<u>0.308</u>	<u>0.017</u>	0.002	0.14	0.34	—	—	<u>0.0007</u>	0.074	0.007
对比例 7	B7	3.41	<u>0.086</u>	<u>0.0141</u>	0.0093	0.112	0.045	0.064	0.006	<u>0.016</u>	0.24	<u>0.41</u>	0.005	0.003	0.098	—	0.087
对比例 8	B8	3.31	0.033	0.0226	<u>0.0028</u>	0.198	<u>0.082</u>	0.282	0.001	0.008	<u>0.04</u>	—	—	0.081	0.033	<u>0.104</u>	0.016

[0092] 按照下列步骤制造实施例1-12的高磁感取向硅钢和对比例1-8的对比钢:

[0093] (1) 按照表1所示的化学成分进行冶炼和铸造:采用转炉或电炉冶炼,连铸成板坯。

[0094] (2) 板坯加热:控制板坯加热温度为1200℃,控制加热200min。

[0095] (3) 热轧:热轧轧制成2.6mm的热轧板。

[0096] (4) 热轧板退火:控制热轧板退火温度为1100℃,控制退火时间为170s,随后冷却。

[0097] (5) 冷轧:冷轧得到成品厚度为0.29mm,控制冷轧压下率为88.8%。

[0098] (6) 脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺:在脱碳退火炉内的第一段进行加热,然后在第二段进行脱碳和初次再结晶;在第三段进行渗氮;然后在第四段进行初次晶粒尺寸调整,以使得调整后的平均初次晶粒尺寸为14~28μm,Goss晶粒相对尺寸系数为1.1~1.8,其中Goss晶粒相对尺寸系数=Goss晶粒平均尺寸/平均初次晶粒尺寸。其中第四段的

初次晶粒尺寸调整温度可以控制为800~950℃且不低于第二段加热温度,初次晶粒尺寸调整时间可以控制为1~60s;控制钢板在脱碳退火炉内的第一段的加热速度可以控制为90℃/s,控制钢板在第二段的加热温度可以控制为800~900℃,第二段加热时间控制为130s;渗氮后钢板的氮含量控制在100~260ppm之间。

[0099] (7) 涂覆MgO涂层:在钢板上涂覆MgO涂层。

[0100] (8) 高温退火:在气氛为100%H₂、二次再结晶温度为1190℃的条件下进行19h的二次再结晶退火。

[0101] (9) 绝缘涂层和平整退火,以得到成品。

[0102] 需要说明的是,结合参考图3,在本发明中,本发明上述步骤(6)的脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整过程可以在脱碳退火炉内进行。其中,在渗氮工艺中可以采用注入NH₃的方式进行渗氮。

[0103] 本发明所述实施例1-12的化学成分设计和相关工艺均满足本发明设计规范,而对比例1-8的工艺条件虽然满足本发明设计要求,但需要注意的是,对比例1-8在化学成分设计中均存在不满足本发明设计要求的参数。

[0104] 表2列出了实施例1-12的高磁感取向硅钢以及对比例1-8的对比钢在上述步骤(6)的脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺中所涉及到的渗氮处理后钢板中的氮含量、第二段的加热温度、初次晶粒尺寸调整的温度、初次晶粒尺寸调整的时间、调整之后的初次晶粒尺寸、Goss晶粒相对尺寸系数和二次晶粒尺寸等具体工艺数据。

[0105] 表2.

[0106]

编号	渗氮处理后钢板 中的氮含量 (ppm)	第二段的加热 温度 (℃)	初次晶粒尺寸调 整的温度 (℃)	初次晶粒尺寸调 整的时间 (s)	调整之后的平均 初次晶粒尺寸 (μm)	Goss 晶粒相 对尺寸系数	二次晶粒尺 寸 (mm)
实施例 1	239	820	830	60	14.6	1.2	11.8
实施例 2	201	810	830	30	18.2	1.3	17.3
实施例 3	245	800	860	30	19.2	1.7	19.5
实施例 4	100	830	860	15	25.4	1.8	14.5
实施例 5	213	840	890	15	27.4	1.2	22.7
实施例 6	250	850	890	10	20	1.1	29.9
实施例 7	118	860	860	8	26.2	1.5	12.8
实施例 8	217	870	870	60	21.7	1.3	25.8
实施例 9	260	880	880	20	14	1.8	10.2
实施例 10	234	890	890	10	22.6	1.4	28.3
实施例 11	258	900	900	15	17.3	1.6	27.1
实施例 12	244	825	950	1	23.5	1.1	24.3
对比例 1	108	820	900	3	14.5	<u>2</u>	18.5
对比例 2	244	840	840	30	17.9	1.3	<u>31.4</u>
对比例 3	123	850	880	60	<u>28.2</u>	1.7	17.4
对比例 4	245	830	840	15	16.6	1.2	<u>9.2</u>
对比例 5	235	860	960	10	14.9	1.5	12.7
对比例 6	258	830	860	8	18.1	<u>0.9</u>	21.7
对比例 7	205	835	860	20	23.8	1.6	有<2mm 细 晶
对比例 8	240	840	850	5	<u>8.9</u>	1.8	23.5

[0107] 需要说明的是,各实施例和对比例的平均初次晶粒尺寸是在获得初次晶粒尺寸金相照片后,通过面积法分析获得的。

[0108] 将得到的成品实施例1-12的高磁感取向硅钢和对比例1-8的对比钢板分别取样,并进行各项性能测试,将所得的测试结果列于表3中。

[0109] 在本发明中,本发明所述实施例1-12的高磁感取向硅钢和对比例1-8的对比钢板样品均采用标准GB/T 3655中规定的用爱泼斯坦方圈测量电工钢片(带)磁性能的方法获得 $P_{17/50}$ 和 B_8 。

[0110] 表3列出了实施例1-12的高磁感取向硅钢和对比例1-8的对比钢的性能测试结果。

[0111] 表3.

[0112]

编号	铁损 $P_{17/50}$ (W/Kg)	磁感 B_8 (T)
实施例 1	0.953	1.944
实施例 2	0.98	1.968
实施例 3	0.87	1.941
实施例 4	0.785	1.928
实施例 5	0.843	1.937
实施例 6	0.904	1.934
实施例 7	0.979	1.955
实施例 8	0.901	1.935
实施例 9	0.943	1.941
实施例 10	0.934	1.945
实施例 11	0.824	1.929
实施例 12	0.943	1.942
对比例 1	0.936	1.866
对比例 2	1.105	1.897
对比例 3	1.063	1.904
对比例 4	0.927	1.897
对比例 5	0.951	1.859
对比例 6	0.922	1.856
对比例 7	0.973	1.917
对比例 8	1.069	1.853

[0113] 如表3所示,本发明实施例1-12的高磁感取向硅钢的板坯成分、初次晶粒尺寸、Goss晶粒相对尺寸系数、二次晶粒尺寸均满足本发明所述高磁感取向硅钢的化学成分设计和渗氮工艺的优选方案,因此其铁损 $P_{17/50}$ 均低于基于公式 $0.9+2.1 \times \text{板厚}-16 \times \text{Si}$ 计算获得的基准铁损,并且典型磁感应强度 B_8 均高于基于公式 $2.14-6.5 \times \text{Si}$ 计算获得的基准磁感。与之相反,对比例1-8的铁损和/或磁感则不好于上述计算获得的基准值。

[0114] 实施例13-22以及对比例9-18

[0115] 表4列出了实施例13-22的高磁感取向硅钢以及对比例9-18的对比钢的各化学元素的质量百分比。

[0116] 表4. (wt%, 余量为Fe和其他不可避免的杂质)

[0117]

编号	钢号	化学元素															
		Si	C	Als	N	Mn	P	Sn	V	Ti	Cr	Cu	S	Sb	Bi	Nb	Mo
实施例 13-17、 对比例 9-10、 对比例 13-15	A1	3.23	0.032	0.033	0.0054	0.083	0.079	0.298	0.007	0.007	—	—	0.002	0.099	—	—	0.097
实施例 18-22、 对比例 11-12、 对比例 16-18	A2	2.91	0.051	0.0289	0.01	0.052	0.076	0.049	0.004	0.008	—	—	—	0.001	—	0.045	0.003

[0118] 如表4所示,本发明所述的实施例13-17、对比例9-10和对比例13-15的钢均选用A1钢种;相应地,本发明所述的实施例18-22、对比例11-12和对比例16-18的钢均选用A2钢种。结合参考表1可知,本发明所述实施例13-22的高磁感取向硅钢以及对比例9-18的对比钢的化学成分设计均满足本发明设计规范控制要求。

[0119] 实施例13-22的高磁感取向硅钢以及对比例9-18的对比钢具体制造步骤如下所述:

[0120] (1) 按照表4所示的化学成分进行冶炼和铸造:采用转炉或电炉冶炼,连铸成板坯。

[0121] (2) 板坯加热:控制板坯加热温度 $\leq 1180^{\circ}\text{C}$,并控制加热180min。

[0122] (3) 热轧:热轧轧制成2.6mm的热轧板。

[0123] (4) 热轧板退火:控制热轧板退火温度为 1100°C ,控制退火时间为100s,随后冷却。

[0124] (5) 冷轧:冷轧得到成品厚度为0.27mm,控制冷轧压下率为89.6%。

[0125] (6) 脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺:在脱碳退火炉内的第一段进行加热,然后在第二段进行脱碳和初次再结晶;在第三段进行渗氮;然后在第四段进行初次晶粒尺寸调整,以使得调整后的平均初次晶粒尺寸为 $14\sim 28\mu\text{m}$,Goss晶粒相对尺寸系数为 $1.1\sim 1.8$,其中Goss晶粒相对尺寸系数=Goss晶粒平均尺寸/平均初次晶粒尺寸。控制第四段的初次晶粒尺寸调整温度为 $800\sim 950^{\circ}\text{C}$ 且不低于第二段加热温度,控制初次晶粒尺寸调整时间为 $1\sim 60\text{s}$;控制钢板在脱碳退火炉内的第一段的加热速度为 $80^{\circ}\text{C}/\text{s}$,控制钢板在第二段的加热温度为 830°C ,第二段的加热时间为160s;渗氮后钢板的氮含量如表5所示,优选的渗氮后钢板的氮含量可以控制在 $100\sim 260\text{ppm}$ 之间。其中,实施例13-22、对比例9-12在渗氮后进行初次晶粒尺寸调整,控制初次晶粒尺寸调整的温度为 $850\sim 900^{\circ}\text{C}$ 之间,控制初次晶粒尺寸调整的时间为 $2\sim 40\text{s}$,对比例13-18不进行初次晶粒调整。

[0126] (7) 涂覆MgO涂层:在钢板上涂覆MgO涂层。

[0127] (8) 高温退火:在气氛为 $100\%\text{H}_2$ 、二次再结晶温度为 1200°C 的条件下进行20h的二次再结晶退火。

[0128] (9) 绝缘涂层和平整退火,以得到成品。

[0129] 需要说明的是,结合参考图3,在本发明中,本发明上述步骤(6)的脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整过程可以在脱碳退火炉内进行。其中,在渗氮工艺中可以采用注入 NH_3 的方式进行渗氮。

[0130] 本发明所述实施例13-22的化学成分设计和相关工艺均满足本发明设计规范。虽然对比例9-18的化学成分设计也满足本发明设计要求,但其中的对比例13-18在进行脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺过程中不进行初次晶粒调整,对比例9-12在渗氮后虽然进行了初次晶粒尺寸调整,但是对比例9-11在调整后的平均初次晶粒尺寸和/或Goss晶

粒相对尺寸系数不满足本发明优选的要求,对比例12的二次晶粒尺寸不满足本发明要求。

[0131] 表5列出了实施例13-22的高磁感取向硅钢以及对比例9-18的对比钢在上述步骤(6)中初次晶粒尺寸调整的退火工艺所涉及到的调整后的平均初次晶粒尺寸、Goss晶粒相对尺寸系数、二次晶粒尺寸和渗氮后钢板的氮含量。

[0132] 表5.

[0133]

编号	是否调整晶粒	初次晶粒尺寸 调整的温度 (℃)	初次晶粒尺寸 调整的时间 (s)	调整后的平均 初次晶粒 尺寸 (μm)	Goss 晶粒相对 尺寸系数	二次晶粒尺寸 (mm)	渗氮后钢板的 氮含量 (ppm)
实施例 13	调整	850	40	27.5	1.6	22.8	210
实施例 14	调整	850	20	19.6	1.5	11.4	165
实施例 15	调整	860	30	17.6	1.1	18.4	105
实施例 16	调整	860	14	23.7	1.7	26.9	259
实施例 17	调整	870	20	15.2	1.4	15.2	218
实施例 18	调整	870	10	22.9	1.8	16.5	227
实施例 19	调整	880	15	18.1	1.2	24.9	194

[0134]

实施例 20	调整	880	6	14.3	1.4	27.6	133
实施例 21	调整	900	10	25.1	1.3	13.7	247
实施例 22	调整	900	2	24.3	1.7	20.7	238
对比例 9	调整	860	2	26.8	<u>1</u>	14.2	<u>95</u>
对比例 10	调整	860	30	<u>13.7</u>	1.3	有<2mm 细晶	<u>268</u>
对比例 11	调整	880	40	<u>29.4</u>	<u>0.8</u>	27.3	<u>84</u>
对比例 12	调整	880	30	21.7	1.2	<u>9.5</u>	<u>272</u>
对比例 13	不调整	-	-	15.1	<u>1</u>	<u>31.3</u>	155
对比例 14	不调整	-	-	<u>13.2</u>	<u>1</u>	<u>31.9</u>	245
对比例 15	不调整	-	-	14.5	<u>0.9</u>	26.2	<u>91</u>
对比例 16	不调整	-	-	26.1	<u>0.6</u>	<u>36.3</u>	228
对比例 17	不调整	-	-	26.2	<u>0.7</u>	20.3	<u>265</u>
对比例 18	不调整	-	-	<u>28.5</u>	<u>0.8</u>	27.4	173

[0135] 对实施例13-22的高磁感取向硅钢以及对比例9-18的对比钢取样并进行相关性能测试,相关性能测试结果列于表6中。

[0136] 需要说明的是,实施例13-22的高磁感取向硅钢和对比例9-18的对比钢采样并进行性能测试的检测方法和手段与上述实施例1-12和对比例1-8钢的铁损及磁感的检测手段相同,此处不再赘述。

[0137] 表6列出了实施例13-22的高磁感取向硅钢和对比例9-18的对比钢的性能测试结果。

[0138] 表6.

[0139]

编号	铁损 $P_{17/50}$ (W/Kg)	磁感 B_8 (T)
实施例 13	0.892	1.944
实施例 14	0.853	1.958
实施例 15	0.901	1.946
实施例 16	0.875	1.951
实施例 17	0.885	1.947
实施例 18	0.894	1.965
实施例 19	0.903	1.964
实施例 20	0.889	1.969
实施例 21	0.879	1.968
实施例 22	0.9	1.961
对比例 9	0.963	1.915
对比例 10	1.005	1.876
对比例 11	1.01	1.915
对比例 12	1.002	1.894
对比例 13	0.951	1.9
对比例 14	0.963	1.93

[0140]

对比例 15	0.987	1.895
对比例 16	1.01	1.926
对比例 17	1.035	1.891
对比例 18	1.006	1.898

[0141] 结合表5和表6可以看出,相较于对比例13-18,和对比例9-10,实施例13-22进行了初次晶粒尺寸调整,且实施例23-33的平均初次晶粒尺寸、Goss晶粒相对尺寸系数以及二次晶粒尺寸均满足本发明所述高磁感取向硅钢制造方法的优选技术方案要求,在渗氮量满足要求后进行初次晶粒尺寸调整,可以增大Goss晶粒相对尺寸系数,进而使钢材获得相对细小均匀的二次晶粒尺寸和更优异的磁性能,因此其铁损 $P_{17/50}$ 均低于基于公式 $0.9+2.1 \times \text{板厚}-16 \times \text{Si}$ 计算获得的基准铁损,并且磁感均高于基于公式 $2.14-6.5 \times \text{Si}$ 计算获得的基准磁感。与之相反,对比例27-32的铁损则高于上述计算获得的基准铁损值;和/或磁感低于上述计算获得的基准磁感值。

[0142] 实施例23-34以及对比例19-24

[0143] 表7列出了实施例23-34的高磁感取向硅钢以及对比例19-24的对比钢的各化学元素的质量百分比。

[0144] 表7. (wt%, 余量为Fe和其他不可避免的杂质)

[0145]

编号	钢号	化学元素															
		Si	C	Als	N	Mn	P	Sn	V	Ti	Cr	Cu	S	Sb	Bi	Nb	Mo
实施例 23-28、 对比例 19-22	A6	3.69	0.057	0.0313	0.007	0.069	0.048	0.253	0.004	0.006	—	0.21	0.012	0.012	0.079	0.069	—
实施例 29-34、 对比例 23-24	A7	3.02	0.072	0.0151	0.0044	0.15	0.044	0.065	0.003	0.01	0.14	0.12	—	0.024	0.098	0.099	—

[0146] 由表7可以看出,本案实施例23-28和对比例19-22的钢均选用A6钢种,本案实施例

29-34和对比例23-24的钢均选用A7钢种。由此可见,本发明所述的实施例23-34和对比例19-24的钢的化学成分设计均满足本发明设计规范控制要求。

[0147] 实施例23-34的高磁感取向硅钢以及对比例19-24的对比钢具体制造步骤如下所述:

[0148] (1) 按照表7所示的化学成分进行冶炼和铸造:采用转炉或电炉冶炼,连铸成板坯。

[0149] (2) 板坯加热:控制板坯加热温度 $\leq 1100^{\circ}\text{C}$,并控制加热120min。

[0150] (3) 热轧:热轧轧制成2.5mm的热轧板。

[0151] (4) 热轧板退火:控制热轧板退火温度为 1050°C ,控制退火时间为180,随后冷却。

[0152] (5) 冷轧:冷轧得到成品厚度为0.23mm,控制冷轧压下率为90.8%。

[0153] (6) 脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺:在脱碳退火炉内的第一段进行加热,然后在第二段进行脱碳和初次再结晶;在第三段进行渗氮;然后在第四段进行初次晶粒尺寸调整,以使得调整后的平均初次晶粒尺寸为 $14\sim 28\mu\text{m}$,Goss晶粒相对尺寸系数为1.1~1.8,其中Goss晶粒相对尺寸系数=Goss晶粒平均尺寸/平均初次晶粒尺寸。控制钢板在脱碳退火炉内的第一段的加热速度为 $80^{\circ}\text{C}/\text{s}$,控制钢板在第二段的加热温度为 860°C ,第二段加热时间为100s;渗氮后钢板的氮含量如表5所示,优选的渗氮后钢板的氮含量可以控制在220~250ppm之间;各实施例和对比例在渗氮后均进行初次晶粒尺寸调整,初次晶粒尺寸调整的温度和时间如表8所示。

[0154] (7) 涂覆MgO涂层:在钢板上涂覆MgO涂层。

[0155] (8) 高温退火:在气氛为100% H_2 、二次再结晶温度为 1150°C 的条件下进行18h的二次再结晶退火。

[0156] (9) 绝缘涂层和平整退火,以得到成品。

[0157] 需要说明的是,结合参考图3,在本发明中,本发明上述步骤(6)的脱碳、渗氮和初次晶粒调整过程可以在脱碳退火炉内进行。其中,在渗氮工艺中可以采用注入 NH_3 的方式进行渗氮。

[0158] 本发明所述实施例23-34的化学成分设计和相关工艺均满足本发明设计规范。虽然对比例19-24的化学成分设计均满足本发明设计要求,但需要注意的是,对比例19-24在进行初次晶粒尺寸调整中均存在不满足本发明设计要求的参数。

[0159] 表8列出了实施例23-34的高磁感取向硅钢以及对比例19-24的对比钢在上述步骤(6)中初次晶粒尺寸调整的退火工艺所涉及到的渗氮处理后钢板中的氮含量、晶粒调整温度、晶粒调整时间、初次晶粒尺寸、Goss晶粒相对尺寸系数和二次晶粒尺寸。

[0160] 表8.

[0161]

编号	渗氮处理后钢板 中的氮含量 (ppm)	晶粒调整温度 (℃)	晶粒调整时间 (s)	调整后的平均初 次晶粒尺寸 (μm)	Goss 晶粒相对 尺寸系数	二次晶粒尺寸 (mm)
实施例 23	220	870	60	23.8	1.3	24.3
实施例 24	238	875	45	17.9	1.4	19.3
实施例 25	234	880	30	15.5	1.1	22.1
实施例 26	225	885	15	22.8	1.3	20.6
实施例 27	250	890	20	14.2	1.4	12.7
实施例 28	243	935	5	18.8	1.2	10.2
实施例 29	237	870	55	19.9	1.8	28.6
实施例 30	221	875	45	21.1	1.6	27.1
实施例 31	228	880	25	14.6	1.3	14.7
实施例 32	246	885	35	27.9	1.5	16.1
实施例 33	242	890	15	15.6	1.7	29.8
实施例 34	243	950	1	16.6	1.2	25.4
对比例 19	223	855	30	19.7	0.8	24.7
对比例 20	228	860	61	18.7	0.8	9.7
对比例 21	236	915	65	20.2	0.9	27.1
对比例 22	241	1050	40	28.3	2	有<2mm 细晶
对比例 23	248	855	65	24.5	1	31.2
对比例 24	230	1040	2	23.4	0.8	22.9

[0162] 对实施例23-34的高磁感取向硅钢以及对比例19-24的对比钢取样并进行相关性测试,相关性能测试结果列于表9中。

[0163] 需要说明的是,实施例23-34的高磁感取向硅钢和对比例19-24的对比钢进行性能测试的检测方法和手段与上述实施例1-12和对比例1-8钢的铁损及磁感的检测手段相同,此处不再赘述。

[0164] 表9列出了实施例23-34的高磁感取向硅钢以及对比例19-24的对比钢的性能测试结果。

[0165] 表9.

[0166]

编号	铁损 $P_{17/50}$ (W/Kg)	磁感 B_8 (T)
实施例 23	0.791	1.938
实施例 24	0.774	1.933
实施例 25	0.786	1.935
实施例 26	0.776	1.939

[0167]

实施例 27	0.773	1.936
实施例 28	0.781	1.927
实施例 29	0.848	1.959
实施例 30	0.853	1.962
实施例 31	0.85	1.967
实施例 32	0.766	1.965
实施例 33	0.787	1.966
实施例 34	0.792	1.964
对比例 19	0.895	1.917
对比例 20	0.912	1.905
对比例 21	0.888	1.893
对比例 22	1.092	1.807
对比例 23	0.956	1.924
对比例 24	0.877	1.911

[0168] 结合表8和表9可知,相比对比例19-24的对比钢,本发明所述的实施例23-34采用合适的晶粒调整温度和晶粒调整时间,均满足本发明所述高磁感取向硅钢制造方法的优选技术方案要求,可以更好地获得合适的初次晶粒尺寸、Goss晶粒相对尺寸系数和二次晶粒尺寸,进而能够使钢材获得更优异的磁性能,因此其铁损 $P_{17/50}$ 均低于基于公式 $0.9+2.1\times\text{板厚}-16\times\text{Si}$ 计算获得的基准铁损,并且磁感均高于基于公式 $2.14-6.5\times\text{Si}$ 计算获得的基准磁感。与之相反,对比例27-32的铁损则高于上述计算获得的基准铁损值;和/或磁感低于上述计算获得的基准磁感值。

[0169] 实施例35-46以及对比例25-32

[0170] 表10列出了实施例35-46的高磁感取向硅钢以及对比例25-32的对比钢的各化学元素的质量百分配比。

[0171] 表10. (wt%, 余量为Fe和其他不可避免的杂质)

[0172]

编号	钢号	化学元素															
		Si	C	Als	N	Mn	P	Sn	V	Ti	Cr	Cu	S	Sb	Bi	Nb	Mo
实施例 35-40、 对比例 25-28	A9	3.35	0.07	0.0347	0.0031	0.111	0.037	0.165	0.005	0.005	0.35	0.02	—	—	0.019	—	0.034
实施例 41-46、 对比例 29-32	A10	3.56	0.068	0.0274	0.0091	0.099	0.012	0.101	0.007	0.002	0.4	—	—	0.031	—	—	0.045

[0173] 由表10可以看出,本发明所述实施例35-40、对比例25-28的钢均选用A9钢种,本发明所述实施例41-46和对比例29-32的钢均选用A10钢种。由此可见,本发明所述的实施例35-46的高磁感取向硅钢以及对比例25-32的对比钢的化学成分设计均满足本发明设计规范控制要求。

[0174] 实施例35-46的高磁感取向硅钢以及对比例25-32的对比钢具体制造步骤如下所述:

[0175] (1) 按照表10所示的化学成分进行冶炼和铸造:采用转炉或电炉冶炼,连铸成板坯。

[0176] (2) 板坯加热:控制板坯加热温度 $\leq 1150^{\circ}\text{C}$,并控制加热190min。

[0177] (3) 热轧:热轧轧制成2.5mm的热轧板。

[0178] (4) 热轧板退火:控制热轧板退火温度为1150℃,控制退火时间为80s,随后冷却。

[0179] (5) 冷轧:冷轧得到成品厚度为0.25mm,控制冷轧压下率为90.0%。

[0180] (6) 脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺:在脱碳退火炉内的第一段进行加热,然后在第二段进行脱碳和初次再结晶;在第三段进行渗氮;然后在第四段进行初次晶粒尺寸调整,以使得调整后的平均初次晶粒尺寸为14~28 μm ,Goss晶粒相对尺寸系数为1.1~1.8,其中Goss晶粒相对尺寸系数=Goss晶粒平均尺寸/平均初次晶粒尺寸。按照表11所示的脱碳温度(钢板在第二段和第三段的加热温度)、脱碳时间、脱碳退火前冷轧板加热速度(钢板在脱碳退火炉内的第一段的加热速度),渗氮后钢板的氮含量可以控制在220~250ppm之间;各实施例和对比例在渗氮后均进行初次晶粒尺寸调整,初次晶粒尺寸调整的温度为脱碳温度+15℃,初次晶粒尺寸调整的时间控制为8s。

[0181] (7) 涂覆MgO涂层:在钢板上涂覆MgO涂层。

[0182] (8) 高温退火:在气氛为100% H_2 、二次再结晶温度为1200℃的条件下进行15h的二次再结晶退火。

[0183] (9) 绝缘涂层和平整退火,以得到成品。

[0184] 需要说明的是,结合参考图3,在本发明中,本发明上述步骤(6)的脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整过程可以在脱碳退火炉内进行。其中,在渗氮工艺中可以采用注入 NH_3 的方式进行渗氮。

[0185] 本发明所述实施例35-46的化学成分设计和相关工艺均满足本发明设计规范。虽然对比例25-32的化学成分设计均满足本发明设计要求,但需要注意的是,对比例25-32在脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺中均存在不满足本发明设计要求的参数。

[0186] 表11列出了实施例35-46的高磁感取向硅钢以及对比例25-32的对比钢在上述步骤(6)中所涉及到的渗氮处理后的氮含量、脱碳温度、脱碳时间、脱碳退火前冷轧板加热速度、平均初次晶粒尺寸、Goss晶粒相对尺寸系数、二次晶粒尺寸。

[0187] 表11.

[0188]

编号	渗氮处理后的氮含量 (ppm)	冷轧板加热速度 (℃/s)	脱碳温度 (℃)	脱碳时间 (s)	平均初次晶粒尺寸 (μm)	Goss 晶粒相对尺寸系数	二次晶粒尺寸 (mm)
实施例 35	238	148	800	180	25.9	1.3	22.1
实施例 36	233	137	810	160	14	1.7	12.8
实施例 37	223	91	820	165	24.9	1.5	23.5
实施例 38	231	82	830	150	15.3	1.6	25.7
实施例 39	242	128	840	135	21.6	1.1	14.2
实施例 40	250	64	845	140	22.6	1.6	24.6
实施例 41	220	106	855	120	23.5	1.8	17.2
实施例 42	221	42	860	115	18.4	1.4	27.8
实施例 43	232	78	870	110	19.9	1.5	29.9
实施例 44	224	30	880	100	27.6	1.2	19
实施例 45	234	122	890	85	20.9	1.7	21.9
实施例 46	236	116	900	80	17.1	1.5	10.5
对比例 25	227	120	870	<u>70</u>	14.2	<u>0.8</u>	18.8
对比例 26	228	107	<u>795</u>	170	<u>13.7</u>	1.3	<u>31.4</u>
对比例 27	235	134	<u>905</u>	100	27.3	<u>0.9</u>	16
对比例 28	248	84	850	<u>205</u>	<u>39.1</u>	1.5	11.5
对比例 29	229	67	870	<u>182</u>	26.8	1.6	有<2mm 细晶
对比例 30	239	<u>155</u>	850	150	18.4	<u>0.8</u>	11.7
对比例 31	225	44	<u>925</u>	110	<u>28.3</u>	1.1	<u>9.1</u>
对比例 32	221	<u>23</u>	860	160	<u>33.5</u>	<u>0.7</u>	18.7

[0189] 对实施例35-46的高磁感取向硅钢以及对比例25-32的对比钢取样并进行相关性测试,相关性能测试结果列于表12中。

[0190] 需要说明的是,实施例35-46的高磁感取向硅钢和对比例25-32的对比钢进行性能测试的检测方法和手段与上述实施例1-12和对比例1-8的铁损及磁感的检测手段相同,此处不再赘述。

[0191] 表12列出了实施例35-46的高磁感取向硅钢以及对比例25-32的对比钢的性能测试结果。

[0192] 表12.

[0193]

编号	铁损 $P_{17/50}$ (W/Kg)	磁感 B_8 (T)
实施例 35	0.871	1.941
实施例 36	0.873	1.937
实施例 37	0.868	1.944
实施例 38	0.842	1.942
实施例 39	0.863	1.943
实施例 40	0.873	1.936
实施例 41	0.808	1.938
实施例 42	0.831	1.933
实施例 43	0.833	1.935
实施例 44	0.811	1.933
实施例 45	0.782	1.946
实施例 46	0.794	1.941
对比例 25	0.906	1.874
对比例 26	0.975	1.916
对比例 27	0.912	1.911
对比例 28	0.896	1.882
对比例 29	1.031	1.867
对比例 30	0.876	1.884
对比例 31	0.901	1.889
对比例 32	0.854	1.892

[0194] 结合表11和表12可以看出,相较于对比例25-32,本发明所述的实施例35-46采用了合适的脱碳温度、脱碳时间和脱碳退火前冷轧板加热速度,均满足本发明所述高磁感取向硅钢制造方法的优选技术方案要求,可以更好地获得合适的初次晶粒尺寸、Goss晶粒相对尺寸系数和二次晶粒尺寸,进而使钢材获得更优异的磁性能,因此其铁损 $P_{17/50}$ 均低于基于公式 $0.9+2.1 \times \text{板厚}-16 \times \text{Si}$ 计算获得的基准铁损,并且磁感均高于基于公式 $2.14-6.5 \times \text{Si}$ 计算获得的基准磁感。与之相反,对比例27-32的铁损则高于上述计算获得的基准铁损值;和/或磁感低于上述计算获得的基准磁感值。

[0195] 实施例47-52以及对比例33-44

[0196] 表13列出了实施例47-52的高磁感取向硅钢以及对比例33-44的对比钢的各化学元素的质量百分比。

[0197] 表13. (wt%, 余量为Fe和其他不可避免的杂质)

[0198]

编号	钢号	化学元素															
		Si	C	Als	N	Mn	P	Sn	V	Ti	Cr	Cu	S	Sb	Bi	Nb	Mo
实施例 47-52、 对比例 33-38	A12	3.47	0.047	0.0244	0.0065	0.123	0.029	0.227	0.001	0.003	—	—	0.007	0.05	0.063	0.002	0.059
对比例 39-44	B7	3.41	0.086	0.0141	0.0093	0.112	0.045	0.064	0.006	0.016	0.24	0.41	0.005	0.003	0.098	—	0.087

[0199] 由表13可以看出,本发明所述实施例47-52、对比例33-38的钢均选用的是A12钢种,其化学成分设计满足本发明设计规范控制要求。而本发明所述对比例39-44的钢均选用

B7钢种,其在化学成分设计中存在不满足本发明设计要求的参数。

[0200] 实施例47-52的高磁感取向硅钢以及对比例33-44的对比钢具体制造步骤如下所述:

[0201] (1) 按照表13所示的化学成分进行冶炼和铸造:采用转炉或电炉冶炼,连铸成板坯。

[0202] (2) 板坯加热:控制板坯加热温度 $\leq 1120^{\circ}\text{C}$,并控制加热150min。

[0203] (3) 热轧:热轧轧制成2.5mm的热轧板。

[0204] (4) 热轧板退火:控制热轧板退火温度为 1060°C ,控制退火时间为160s,随后冷却。

[0205] (5) 冷轧:冷轧得到成品厚度为0.23mm,控制冷轧压下率为90.8%。

[0206] (6) 脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺:在脱碳退火炉内的第一段进行加热,然后在第二段进行脱碳和初次再结晶;在第三段进行渗氮;然后在第四段进行初次晶粒尺寸调整,以使得调整后的平均初次晶粒尺寸为 $14\sim 28\mu\text{m}$,Goss晶粒相对尺寸系数为1.1~1.8,其中Goss晶粒相对尺寸系数=Goss晶粒平均尺寸/平均初次晶粒尺寸。控制钢板在第二段的加热温度为 850°C ,控制第二段的脱碳时间为90s,将钢板在脱碳退火炉内的第一段的加热速度控制在 135°C/s ,渗氮后钢板的氮含量可以控制在160~180ppm之间;实施例47-52和对比例33-38在渗氮后均进行初次晶粒尺寸调整,初次晶粒尺寸调整温度与第二段的脱碳温度相同,初次晶粒尺寸调整时间为20s,对比例39-44未进行初次晶粒尺寸调整。

[0207] (7) 涂覆MgO涂层:在钢板上涂覆MgO涂层。

[0208] (8) 高温退火:在气氛为100% H_2 、二次再结晶温度为 1200°C 的条件下进行18h的二次再结晶退火。

[0209] (9) 绝缘涂层和平整退火,以得到成品。

[0210] (10) 使用激光刻痕的方法对成品磁畴进行细化

[0211] 结合参考图3,在本发明中,本发明上述步骤(6)的脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整过程可以在脱碳退火炉内进行。其中,在渗氮工艺中可以采用注入 NH_3 的方式进行渗氮。

[0212] 采用上述步骤得到的实施例47-52的高磁感取向硅钢以及对比例33-44的对比钢在进行平整退火后,得到成品后,可以使用激光刻痕的方法对磁畴进行细化。通过测试刻痕前铁损 $P_{17/50}$ 和磁感 B_8 ,并测试刻痕后的铁损 $P_{17/50}$,可以分析采用激光刻痕的方法对钢材铁损的改善率。

[0213] 需要说明的是,在刻痕前,本发明所述实施例47-52的高磁感取向硅钢以及对比例33-44的对比钢样品均采用标准GB/T 3655中规定的用爱泼斯坦方圈测量电工钢片(带)磁性能的方法获得 $P_{17/50}$ 和 B_8 。刻痕后,采用标准GB/T 13789中规定的用单片测试仪测量电工钢片(带)磁性能的方法获得 $P_{17/50}$ 和 B_8 。

[0214] 表14列出了实施例47-52的高磁感取向硅钢以及对比例33-44的对比钢在上述步骤(6)的脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺中是否进行初次晶粒调整、刻痕前钢的铁损和磁感、刻痕后钢的铁损以及铁损改善率。

[0215] 表14.

[0216]

序号	渗氮处理后的氮含量 (ppm)	是否进行初次晶粒调整	刻痕前 $P_{17/50}$ (W/Kg)	刻痕前 B_8 (T)	刻痕后 $P_{17/50}$ (W/Kg)	铁损改善率 (%)
实施例 47	170	调整	0.783	1.943	0.672	14.20
实施例 48	166	调整	0.803	1.941	0.675	15.90
实施例 49	180	调整	0.776	1.942	0.665	14.30
实施例 50	165	调整	0.78	1.932	0.661	15.30
实施例 51	173	调整	0.775	1.934	0.667	13.90
实施例 52	179	调整	0.791	1.942	0.673	14.90
对比例 33	167	不调整	0.824	1.92	0.736	10.70
对比例 34	178	不调整	0.82	1.922	0.737	10.10
对比例 35	166	不调整	0.818	1.903	0.733	10.40
对比例 36	160	不调整	0.812	1.912	0.731	10.00
对比例 37	167	不调整	0.808	1.916	0.734	9.20
对比例 38	169	不调整	0.814	1.904	0.742	8.80

[0217]

对比例 39	162	调整	0.875	1.911	0.804	8.10
对比例 40	163	调整	0.861	1.901	0.81	5.90
对比例 41	168	调整	0.865	1.894	0.797	7.90
对比例 42	177	调整	0.877	1.917	0.805	8.20
对比例 43	164	调整	0.867	1.902	0.791	8.80
对比例 44	171	调整	0.872	1.895	0.803	7.90

[0218] 结合表12、表13和表14可以看出,对比例33-38的钢的化学成分设计虽然满足本发明设计规范控制要求,但是其并不对初次晶粒尺寸调整。对比例39-44的钢虽然进行了初次晶粒尺寸调整且相关工艺设计均满足本发明所述高磁感取向硅钢制造方法的优选技术方案要求,但是其选用的为B7钢种,其在化学成分设计中存在不满足本发明设计要求的参数。

[0219] 如表14所示,刻痕后各实施例和对比例的铁损相较于其原先铁损均有所下降。其中,相较于对比例33-44,实施例47-52采用了合适的化学成分,并进行了初次晶粒尺寸调整,且相关工艺设计均满足本发明所述高磁感取向硅钢制造方法的优选技术方案要求,其在采用激光刻痕细化磁畴后,可以获得较低的铁损,且刻痕的铁损改善率更高。

[0220] 图1为现有技术中脱碳退火板中的Goss晶粒相对尺寸示意图。

[0221] 如图1所示,现有技术中的脱碳退火板中的Goss晶核并不具备超出基体晶粒平均尺寸的优势,即Goss晶粒相对尺寸系数 ≤ 1.0 ,Goss晶核发生异常长大的能力主要与周围晶界的性质有关,且要求周围基体晶粒尺寸应小于一临界尺寸。在二次再结晶初期,不同偏差角Goss晶粒以及非Goss晶粒都可以长大,但在二次再结晶长大过程中,在抑制剂的作用下,小偏差角Goss晶粒具有长大速度优势,从而逐渐形成相对非Goss晶粒或大偏差角Goss晶粒的显著尺寸优势,成为二次再结晶的主体。可以说,取向硅钢的二次再结晶过程是Goss位向竞争和择优长大的过程。

[0222] 此外,在取向硅钢的生产过程中,脱碳退火板需要涂敷MgO等隔离剂后再以立式钢卷形式装入高温退火炉,尽管对MgO涂层进行了烘干,但并不能完全排出MgO涂层中的水,在这种情况下,如果将Goss晶粒相对尺寸系数 ≤ 1.0 的脱碳退火卷直接装入高温退火炉,在Goss晶核开始长大之前,抑制剂会与MgO涂层中的水以及保护气氛中的 H_2 等进行长时间高温反应,使部分抑制剂粗化或氧化,抑制剂的钉扎作用减弱,进而导致部分Goss位向不能发

展成有效的Goss晶核；当Goss晶核数量减少后，随后形成的二次晶粒尺寸变得粗大且不均匀。

[0223] 图2为采用了本发明所述的高磁感取向硅钢的脱碳退火板中的Goss晶粒相对尺寸示意图。

[0224] 如图2所示，本发明所述的高磁感取向硅钢的改进后的脱碳退火板中的Goss晶粒相对尺寸提高。由于脱碳退火卷在装入高温退火炉前，Goss晶粒已经具有超出基体晶粒平均尺寸的优势，即Goss晶粒相对尺寸系数 >1.0 ，此时，即使在二次再结晶前有部分抑制剂发生粗化或氧化，也不会导致Goss晶核数量的减少，同时Goss晶核在钢卷内的分布也更均匀，因此，形成的二次晶粒尺寸也更加细小与均匀。为了使Goss晶粒尺寸相对系数的作用充分发挥出来，要求Goss晶粒尺寸相对系数高于 1.1 ；但考虑到当Goss晶粒尺寸相对系数高于 1.8 时，需要提高退火温度或延长退火时间，不但会大幅增加脱碳退火成本，而且非Goss初次晶粒尺寸也变得不均匀，反而会导致磁性能不稳定。基于此，在本发明所述的高磁感取向硅钢的脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的退火工艺中，可以将Goss晶粒尺寸相对系数控制在 $1.1\sim 1.8$ 之间。

[0225] 图3为本发明所述的高磁感取向硅钢的制造方法中的一种具有脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整功能的脱碳退火炉示意图。

[0226] 如图3所示，图3示意性地显示了带钢1在一种脱碳退火炉中进行本发明所述高磁感取向硅钢的脱碳、渗氮和初次晶粒尺寸调整的过程。

[0227] 继续参阅图3可知，沿带钢1的移动方向V，脱碳退火炉可以依次被划分为：加热段2、加热段3、加热段4、加热段5和冷却段6。其中，加热段2可进一步分为第一加热段2-1、第二加热段2-2、第三加热段2-3。

[0228] 需要注意的是，在上述脱碳退火炉的加热段3中，可以完成脱碳和初次再结晶功能；加热段4可以借助采用喷管7，通过向炉中注入 NH_3 的方式进行渗氮；加热段5可以实现对初次晶粒尺寸进行调整，从而可以得到所需的晶粒尺寸分布；冷却段6可以将带钢1冷却至合适的温度，以方便后续对带钢1涂覆MgO涂层。

[0229] 此外，在某些实施方式中，脱碳退火炉中的第二加热段2-2可以优选采用电磁感应加热方式进行加热。

[0230] 需要说明的是，本案中各技术特征的组合方式并不限本案权利要求中所记载的组合方式或是具体实施例所记载的组合方式，本案记载的所有技术特征可以以任何方式进行自由组合或结合，除非相互之间产生矛盾。

[0231] 还需要注意的是，以上所列举的实施例仅为本发明的具体实施例。显然本发明不局限于以上实施例，随之做出的类似变化或变形是本领域技术人员能从本发明公开的内容直接得出或者很容易便联想到的，均应属于本发明的保护范围。

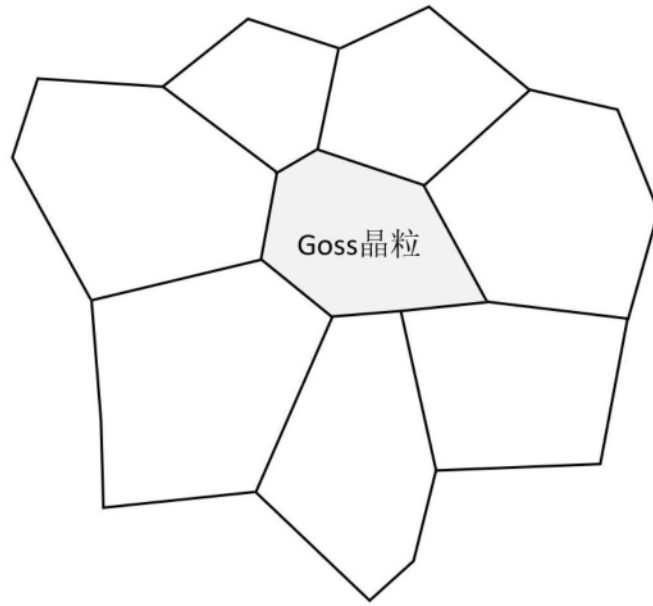


图1

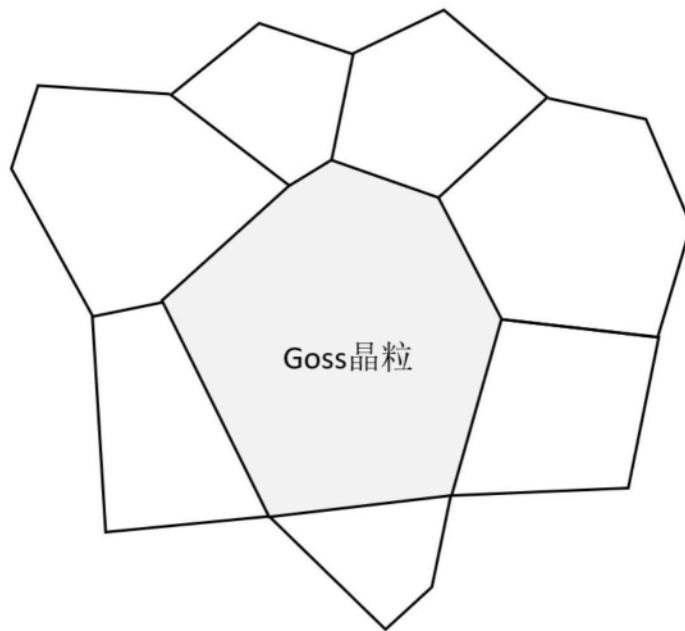


图2

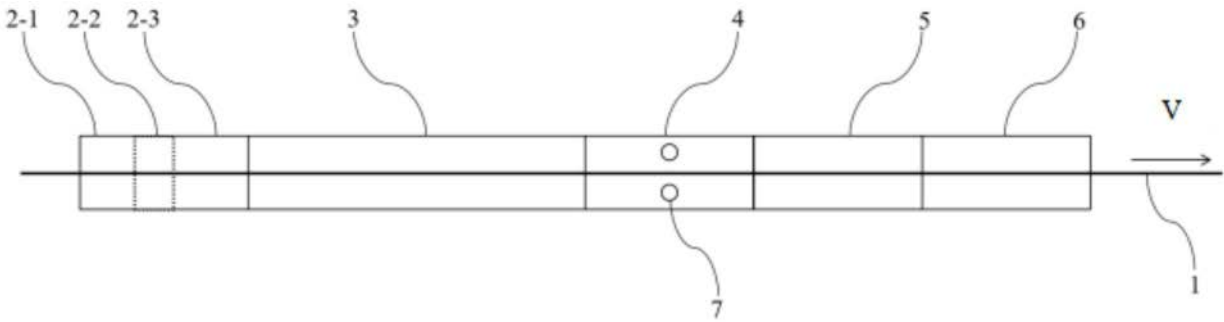


图3