



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102758127 B

(45) 授权公告日 2014. 10. 01

(21) 申请号 201110108269. 8

(22) 申请日 2011. 04. 28

(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 沈侃毅 徐乐江 储双杰 李海平
崔健 李国保 杨勇杰 胡卓超
孙业中 赵斌 章华兵 吉亚明

(74) 专利代理机构 上海开祺知识产权代理有限公司 31114

代理人 竺明

(51) Int. Cl.

C21D 8/12 (2006. 01)

C22C 38/04 (2006. 01)

C22C 33/04 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101845582 A, 2010. 09. 29, 说明书第 9-32 段.

CN 101768697 A, 2010. 07. 07, 权利要求 1.

审查员 付佳

权利要求书1页 说明书9页

(54) 发明名称

具有优异磁性能和良好底层的高磁感取向硅钢生产方法

(57) 摘要

具有优异磁性能和良好底层的高磁感取向硅钢生产方法,其包括如下步骤:(1) 冶炼及浇铸,采用转炉或电炉炼钢,钢水经二次精炼和连铸后,获得板坯;(2) 热轧;(3) 常化,两段式常化,随后进行冷却;(4) 冷轧,使用一次冷轧法将常化板轧制到成品板厚度;(5) 脱碳退火,渗氮退火;(6) MgO 涂层及高温退火;(7) 绝缘涂层,在高温退火板表面涂敷绝缘涂层,并经热拉伸平整退火得到磁性优良的高磁感取向硅钢。本发明解决渗氮后板内氮稳定性问题,这样既可以在高温退火过程中使二次再结晶完善,最终获得磁性能优异($B_8 \geq 1.90T$, $P_{17/50} \leq 1.00w/kg$),无露晶和霜降缺陷的良好底层高磁感取向硅钢。

1. 具有优异磁性能和良好底层的高磁感取向硅钢生产方法,其包括如下步骤:

(1) 冶炼及浇铸

取向硅钢成分重量百分比为:C:0.035~0.120%, Si:2.9~4.5%, Mn:0.05~0.20%, S:0.005~0.012%, Sol. Al:0.015~0.035%, N:0.001~0.009%, Sn:0.005~0.090%,其余为Fe及不可避免的夹杂物;采用转炉或电炉炼钢,钢水经二次精炼和连铸后,获得板坯;

(2) 热轧

板坯在加热炉内加热到 $\leq 1200^{\circ}\text{C}$,常规热轧;

(3) 常化

两段式常化:第一段常化温度 $1050\sim 1150^{\circ}\text{C}$,时间 $1\sim 20\text{sec}$;第二段常化温度 $850\sim 950^{\circ}\text{C}$,时间 $30\sim 200\text{sec}$;随后进行冷却,冷却速度 $10\sim 60^{\circ}\text{C}/\text{sec}$;

(4) 冷轧

使用一次冷轧法将常化板轧制到成品板厚度,冷轧压下率 $\geq 75\%$;

(5) 脱碳退火

升温速度 $15\sim 35^{\circ}\text{C}/\text{sec}$,脱碳温度 $800\sim 860^{\circ}\text{C}$,时间 $90\sim 160\text{sec}$,脱碳露点 $60\sim 70^{\circ}\text{C}$,气氛 $75\%\text{H}_2+25\%\text{N}_2$;

渗氮退火

渗氮温度 $760\sim 860^{\circ}\text{C}$,时间 $20\sim 50\text{sec}$,氧化度 $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2:0.045\sim 0.200$; $\text{NH}_3:0.5\sim 4.0\%$,渗入氮含量 $90\sim 260\text{ppm}$;在此工艺下,先完成了向钢板内的高效率渗氮,再在渗氮层外形成了一层致密的 SiO_2 氧化层,氧化层厚度 $0.47\sim 3.35\text{g}/\text{m}^2$;

(6) MgO 涂层及高温退火

对上述脱碳退火的钢板进行 MgO 涂层和在罩式炉中进行高温退火;

(7) 绝缘涂层

在高温退火板表面涂敷绝缘涂层,并经热拉伸平整退火得到磁性优良的高磁感取向硅钢。

2. 如权利要求1所述的具有优异磁性能和良好底层的高磁感取向硅钢生产方法,其特征是,作为优选, SiO_2 氧化层厚度(H)与Si含量、渗氮温度、渗氮时间和氧化度满足下列关系:

$$0.20a - \left(\frac{600}{b+273}\right)^2 + 0.032c - 4.3\sqrt{d} + 1.51 \leq H \leq 0.24a - \left(\frac{660}{b+273}\right)^2 + 0.038c - 5.2\sqrt{d} + 1.81$$

H: SiO_2 氧化层厚度(g/m^2);

a:Si含量(wt%); b:渗氮温度($^{\circ}\text{C}$); c:渗氮时间(sec); d:氧化度($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$)。

具有优异磁性能和良好底层的高磁感取向硅钢生产方法

技术领域

[0001] 本发明涉及取向硅钢生产方法,特别涉及一种具有优异磁性能和良好底层的高磁感取向硅钢生产方法,最终获得磁性能优异 ($B_8 \geq 1.90T$, $P_{17/50} \leq 1.00w/kg$)、无露晶和霜降缺陷的良好底层高磁感取向硅钢。

背景技术

[0002] 传统高磁通密度取向硅钢的生产方法如下:

[0003] 用转炉(或电炉)炼钢,进行二次精炼及合金化,连铸成板坯,其基本化学成分为 Si(2.5~4.5%)、C(0.06~0.10%)、Mn(0.03~0.1%)、S(0.012~0.050%)、Al_s(0.02~0.05%)、N(0.003~0.012%),有的成分体系还含有 Cu、Mo、Sb、B、Bi 等元素中的一种或多种,其余为铁及不可避免的杂质元素;板坯在专用高温加热炉内加热到 1350℃ 以上的温度,并进行 45min 以上的保温,使有利夹杂物 MnS 或 AlN 充分固溶,然后进行轧制,终轧温度达到 950℃ 以上,进行快速喷水冷却到 500℃ 以下,然后卷取。以便在随后的常化过程中在硅钢基体内析出细小、弥散的第二相质点,即抑制剂;热轧板常化后,进行酸洗,除去表面氧化铁皮;冷轧将样品轧到成品厚度,进行脱碳退火和涂布以 MgO 为主要成分的退火隔离剂,把钢板中的 [C] 脱到不影响成品磁性的程度(一般应在 30ppm 以下);高温退火过程中,钢板发生二次再结晶、硅酸镁底层形成及净化(除去钢中的 S、N 等对磁性有害的元素)等物理化学变化,获得取向度高、铁损低的高磁感取向硅钢;最后,经过涂布绝缘涂层和拉伸退火,得到商业应用形态的取向硅钢产品。

[0004] 它的不足在于为了使抑制剂充分固溶,加热温度最高需达到 1400℃,这是传统加热炉的极限水平。此外,由于加热温度高,烧损大、加热炉需频繁修补,利用率低。同时,能耗高,热轧卷的边裂大,致使冷轧工序生产困难,成材率低,成本也高。

[0005] 正是鉴于上述这些问题,国内外的研发人员开展了大量降低取向硅钢加热温度的研究,其主要改进的趋势按照加热温度范围来区分有两种,一种是板坯加热温度在 1250~1320℃,采用 AlN 和 Cu 的抑制剂;另一种是板坯加热温度在 1100~1250℃,主要采用脱碳后渗氮形成抑制剂的方法来获得抑制能力。

[0006] (一) 低温板坯加热取向硅钢的渗氮技术

[0007] 现阶段低温板坯加热技术发展较快,例如采用在 1200℃ 以下进行板坯加热,最终冷轧采用 80% 的大冷轧压下率,并在脱碳退火后采用氮气进行连续渗氮处理,获得取向度较高的二次再结晶晶粒。但这种方法由于采用基板脱碳后渗氮形成抑制剂的方法来获得抑制能力,在实际控制中很难克服带钢表面氧化严重、渗氮困难和不均匀等难题,因此造成获得型抑制剂在钢板内形成困难、分布不均匀,其在高温退火过程中渗入的氮不稳定等问题,从而影响抑制能力不充分和二次再结晶不完善,引起最终产品磁性能不均匀。

[0008] 在 1200℃ 以下进行板坯加热,并对已经轧制到成品厚度的冷轧板进行先渗氮后脱碳退火的新工艺,但是由于基板中尚有大量的碳存在,因此会使渗氮变得尤为困难。

[0009] 也有在 1200℃ 以下进行板坯加热后,采用脱碳和渗氮同步进行的方法,这虽然可

以解决后脱碳困难或后渗氮困难的问题,但仍无法避免因渗氮不均匀造成产品磁性能不均匀和成本昂贵等问题。

[0010] 还有提出在脱碳工艺 (500 ~ 900℃) × (0 ~ 120sec), 露点 -30 ~ +75℃ 下, 同时完成脱碳和渗氮步骤。虽然该方法渗氮效率大幅提高, 但由于在渗氮后基板表面氧化层形成不良, 会造成已渗入的氮不稳定, 进而最终导致磁性不良。

[0011] 另外也有提出在脱碳前、中、后实施渗氮。但只考虑了渗氮后的试样磁性问题, 对底层质量方面则涉及甚少。

[0012] 通过上述的分析可以发现, 由于相关专利中都存在渗氮困难或渗氮不均匀的问题, 因此实际获得的取向硅钢产品也存在较低磁性能或实物产品磁性不均匀的不足。

[0013] (二) 脱碳渗氮板的氧化层控制技术

[0014] 将渗氮段的 $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ 在 0.00018 ~ 0.024 范围内, 以调整氧化层来控制底层质量。但是渗氮效率会变得较低, 并不适宜于大生产应用。

[0015] 有提出冷轧板先在氧化性气氛中脱碳, 随后在还原性气氛中使氧化层致密, 最后进行渗氮。该工艺虽然对底层形成较为有利, 但同样的问题也是由于先形成的 SiO_2 氧化层过于致密, 必然会导致后续渗氮时效率过低。此外, 还会引起底层发生露晶和霜降的严重缺陷。

[0016] 还有提出冷轧板脱碳后在还原段及渗氮段进行气氛调整, 增加氧化层中的 FeO 含量, 其目的是利用这部分 FeO 使得硅酸镁 (Mg_2SiO_4) 底层形成温度降低, 从而获得良好的底层。然而, 过多的 FeO 会使底层偏厚, 导致成品的叠片系数降低, 难以满足用户对取向硅钢实物的要求。此外, FeO 比例过高的同时, 也会减少 SiO_2 的量, 从而导致底层露晶和霜降的发生。

[0017] 通过上述的分析可以发现, 相关技术方案的主要问题是: 1. 单纯考虑氧化层结构而忽视渗氮效率过低。2. 单就 FeO 和 SiO_2 两种组分中的一种进行控制, 这样不可避免的会引起底层露晶和霜降的问题。

发明内容

[0018] 本发明的目的在于提供一种具有优异磁性能和良好底层的高磁感取向硅钢生产方法, 解决渗氮后板内氮稳定性问题, 这样既可以在高温退火过程中使二次再结晶完善, 最终获得磁性能优异 ($B_8 \geq 1.90\text{T}$, $P_{17/50} \leq 1.00\text{w/kg}$), 无露晶和霜降缺陷的良好底层高磁感取向硅钢。

[0019] 为达到上述目的, 本发明的技术方案是:

[0020] 具有优异磁性能和良好底层的高磁感取向硅钢生产方法, 其包括如下步骤:

[0021] (1) 冶炼及浇铸

[0022] 取向硅钢成分重量百分比为: C: 0.035 ~ 0.120%, Si: 2.9 ~ 4.5%, Mn: 0.05 ~ 0.20%, S: 0.005 ~ 0.012%, Sol. Al: 0.015 ~ 0.035%, N: 0.001 ~ 0.009%, Sn: 0.005 ~ 0.090%, 其余为 Fe 及不可避免的夹杂物; 采用转炉或电炉炼钢, 钢水经二次精炼和连铸后, 获得板坯;

[0023] (2) 热轧

[0024] 板坯在加热炉内加热到 $\leq 1200^\circ\text{C}$, 常规热轧;

[0025] (3) 常化

[0026] 两段式常化:常化温度 1050 ~ 1150℃,时间 1 ~ 20sec+ 常化温度 850 ~ 950℃,时间 30 ~ 200sec;随后进行冷却,冷却速度 10 ~ 60℃/sec;

[0027] (4) 冷轧

[0028] 使用一次冷轧法将常化板轧制到成品板厚度,冷轧压下率 ≥ 75%;

[0029] (5) 脱碳退火

[0030] 升温速度 15 ~ 35℃/sec,脱碳温度 800 ~ 860℃,时间 90 ~ 160sec,脱碳露点 60 ~ 70℃,气氛 75% H₂+25% N₂;

[0031] 渗氮退火

[0032] 渗氮温度 760 ~ 860℃,时间 20 ~ 50sec,氧化度 PH₂O/PH₂:0.045 ~ 0.200。NH₃:0.5 ~ 4.0%,渗入氮含量 90 ~ 260ppm;在此工艺下,先完成了向钢板内的高效率渗氮,再在渗氮层外形成了一层致密的 SiO₂ 氧化层,氧化层厚度 0.47 ~ 3.35g/m²;

[0033] (6)MgO 涂层及高温退火

[0034] 对上述脱碳退火的钢板进行 MgO 涂层和在罩式炉中进行高温退火;

[0035] (7) 绝缘涂层

[0036] 在高温退火板表面涂敷绝缘涂层,并经热拉伸平整退火得到磁性优良的高磁感取向硅钢。

[0037] 作为优选,SiO₂ 氧化层厚度 (H) 与 Si 含量、渗氮温度、渗氮时间和氧化度还可以满足下列关系:

[0038]

$$0.20a - \left(\frac{600}{b+273}\right)^2 + 0.032c - 4.3\sqrt{d} + 1.51 \leq H \leq 0.24a - \left(\frac{660}{b+273}\right)^2 + 0.038c - 5.2\sqrt{d} + 1.81$$

[0039] H:SiO₂ 氧化层厚度 (g/m²);

[0040] a:Si 含量 (wt%); b:渗氮温度 (℃); c:渗氮时间 (sec); d:氧化度 (PH₂O/PH₂)。

[0041] 本发明的有益效果

[0042] 本发明在取向硅钢冷轧板脱碳退火后,再进行特殊工艺的渗氮退火,其目的是用较小的氨气流量先高效地向板内渗入氮,再在渗氮层外形成合适厚度的 SiO₂ 和 FeO 组成的氧化层,其目的是:1) 解决渗氮后板内氮稳定性问题。该氧化层在高温退火时能更早地形成玻璃膜。这样既可以有效地阻止钢板表面从保护气氛中吸收过多的氮气,又可以确保渗入基板的氮在高温退火过程中不向外扩散分解,使之与 SoL. Al 反应生成 AlN 抑制剂,并在钢板内部充分发挥抑制效果。2) 减轻钢板内 SoL. Al 被氧化的问题。该氧化层可以有效阻碍高温退火时氧化性气氛进入钢板将 SoL. Al 部分氧化,从而确保形成足够的 AlN,发挥足够的抑制强度,进而使二次再结晶完善,最终获得磁性能优异的高磁感取向硅钢产品。

[0043] 本发明在氧化层中存在合适比例的 SiO₂,可以使氧化层中的 SiO₂ 与 MgO 在高温退火过程较低温度时更早地形成玻璃膜底层,从而确保底层厚度合适,并且无露晶和霜降缺陷。因此,高磁感取向硅钢产品的底层质量也会得到进一步地提高。

具体实施方式

[0044] 下面结合实施例对本发明做进一步说明。

[0045] 实施例 1

[0046] 按照表 1 所述的化学成分冶炼和浇铸。将不同成分的板坯放在 1150℃ 加热后热轧至厚度为 2.3mm 的热轧板。对热轧板采用两段式常化：(1120℃ × 15sec) + (870℃ × 150sec)，随后以 -20℃ /sec 速度进行冷却。经酸洗后，冷轧到成品厚度 0.30mm。脱碳退火升温速率 25℃ /s、脱碳温度 845℃ × 135s，脱碳露点 67℃ 的条件下进行脱碳退火，使钢板中 [C] 含量降到 30ppm 以下。渗氮退火工艺：780℃ × 30sec，氧化度 PH₂O/PH₂ 是 0.045，NH₃ 用量 3.5%，渗入 [N] 含量 170ppm。涂布 MgO 为主要成分的隔离剂后，在气氛为 100% H₂、露点为 -10℃，温度为 1200℃ 的条件下进行 20 小时的高温退火。开卷后经过涂敷绝缘涂层及拉伸平整退火，得到的成品磁性能见表 1。

[0047] 表 1 化学成分对磁性能的影响

[0048]

序号	C	Si	Mn	S	Als	N	Sn	B ₈ (T)	P _{17/50} (W/kg)
实施例 1	0.035	4.5	0.10	0.012	0.015	0.009	0.045	1.92	0.97
2	0.120	3.2	0.20	0.005	0.025	0.005	0.090	1.92	0.99
3	0.065	2.9	0.05	0.008	0.035	0.001	0.005	1.93	0.97
4	0.090	3.6	0.14	0.006	0.019	0.003	0.026	1.94	0.95
5	0.113	3.8	0.07	0.009	0.031	0.007	0.013	1.93	0.97
6	0.077	3.4	0.18	0.005	0.023	0.007	0.058	1.93	0.96

[0049]

比较例 7	0.032	4.7	0.15	0.006	0.013	0.010	0.035	1.87	1.08
8	0.070	2.7	0.04	0.004	0.037	0.008	0.092	1.87	1.11
9	0.124	3.5	0.22	0.013	0.029	0.0005	0.004	1.86	1.12
10	0.081	4.6	0.12	0.007	0.010	0.0002	0.024	1.85	1.14

[0050] 从表 1 结果可以看到，当化学成分满足本发明成品实施例（序号 1# ~ 6#）的磁性能普遍很好，都能达到高磁感取向硅钢实物水平 (B₈ ≥ 1.90T)。反之，当化学成分与本发明不符时，比较例（序号 7# ~ 10#）的磁性能都要稍差一些，只能勉强达到普通取向硅钢实物的水平 (B₈ ≥ 1.85T)。

[0051] 实施例 2

[0052] 取向硅钢板坯的组分及重量百分比为 Si :3.25%，C :0.070%，S :0.008%，Als :0.023%，N :0.005%，Mn :0.15%，Sn :0.04%，其余为 Fe 及不可避免的杂质。不同的热轧工艺条件如下表 2 所示。对 2.3mm 热轧板采用两段式常化：(1110℃ × 10sec) + (900℃ × 120sec)，随后以 -20℃ /sec 速度进行冷却。而后经酸洗、冷轧到成品厚度 0.30mm 厚度。脱碳退火升温速率 25℃ /s、脱碳温度 840℃ × 125s，脱碳露点 70℃ 的条件下进行脱碳退火，使钢板中 [C] 含量降到 30ppm 以下。渗氮退火工艺：

800℃ × 30sec, 氧化度 $\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$ 是 0.095, NH_3 用量 1.5%, 渗入 [N] 含量 210ppm。涂布 MgO 为主要成分的隔离剂后, 在气氛为 100% H_2 、露点为 -10°C , 温度为 1200°C 的条件下进行 20 小时的高温退火。开卷后经过涂敷绝缘涂层及拉伸平整退火, 得到的成品磁性能见表 2。

[0053] 表 2 热轧工艺条件对磁性能的影响

[0054]

序号	板坯加热温度 ($^\circ\text{C}$)	B8 (T)	P17/50 (w/kg)
实施例 1	1090°C	1.92	0.99
2	1200°C	1.92	1.00
3	1150°C	1.93	0.96
比较例 4	1210°C	1.86	1.11

[0055] 从表 2 结果可以看到, 当热轧工艺满足本发明 -- 板坯在加热炉内加热到 $\leq 1200^\circ\text{C}$ 时, 成品 (序号 1# ~ 3#) 的磁性能普遍很好, 都能达到高磁感取向硅钢实物水平 ($\text{B8} \geq 1.90\text{T}$)。反之, 比较例 (序号 4#) 的磁性能都要稍差一些, 只能勉强达到普通取向硅钢实物的水平 ($\text{B8} \geq 1.85\text{T}$)。

[0056] 实施例 3

[0057] 取向硅钢板坯的组分及重量百分比为 Si :3.25%, C :0.070%, S :0.008%, Als :0.023%, N :0.005%, Mn :0.15%, Sn :0.04%, 其余为 Fe 及不可避免的杂质。将板坯放在 1120°C 下进行加热, 热轧至厚度为 2.5mm 的热轧板。不同的两段式常化工艺如下表 3 所示。常化板经酸洗后, 冷轧到成品厚度 0.30mm。而后以升温速度 $30^\circ\text{C}/\text{sec}$, 脱碳温度 $840^\circ\text{C} \times 130\text{s}$, 脱碳露点 65°C 下进行脱碳退火。涂布 MgO 为主要成分的隔离剂后, 在气氛为 100% H_2 、露点为 -10°C , 温度为 1200°C 的条件下进行 20 小时的高温退火。开卷后经过涂敷绝缘涂层及拉伸平整退火, 得到的成品磁性能见表 3。

[0058] 表 3 常化工艺条件对磁性能的影响

[0059]

序号	第一段工艺制度	第二段工艺制度	冷却速度 (°C/sec)	B8(T)	P17/50 (w/kg)
实施 例 1	1050°C × 5sec	880°C × 50sec	15	1.92	0.99
2	1150°C × 10sec	930°C × 150sec	35	1.91	1.00
3	1100°C × 1sec	870°C × 110sec	55	1.92	0.98
4	1120°C × 20sec	880°C × 180sec	40	1.92	0.97
5	1060°C × 15sec	850°C × 100sec	20	1.92	1.00
6	1110°C × 5sec	950°C × 80sec	25	1.93	0.96
7	1140°C × 5sec	900°C × 200sec	50	1.92	0.98
8	1070°C × 20sec	920°C × 30sec	45	1.91	0.99
9	1080°C × 15sec	940°C × 40sec	10	1.92	0.97
10	1130°C × 10sec	910°C × 130sec	60	1.93	0.96
比较 例 11	1040°C × 10sec	870°C × 110sec	25	1.86	1.11
12	1160°C × 5sec	840°C × 20sec	45	1.86	1.09
13	1080°C × 15sec	960°C × 220sec	30	1.87	1.10

[0060]

14	1110°C × 5sec	930°C × 150sec	8	1.84	1.13
15	1150°C × 10sec	920°C × 30sec	63	1.83	1.16

[0061] 从表 3 可以看到,本发明成品(序号 1#~10#)的磁性能普遍很好,都能达到高磁感取向硅钢实物水平($B_8 \geq 1.90T$)。反之,比较例(序号 11#~15#)的磁性能都要稍差一些,只能达到普通取向硅钢实物的水平($B_8 \geq 1.85T$)。

[0062] 实施例 4

[0063] 取向硅钢板坯的组分及重量百分比为 Si :3.25%, C :0.070%, S :0.009%, Als :0.028%, N :0.006%, Mn :0.10%, Sn :0.02%, 其余为 Fe 及不可避免的杂质。将板坯在 1130°C 下加热,而后热轧至厚度为 2.5mm 的热轧板。对热轧板采用两段式常化:(1100°C × 20sec)+(900°C × 120sec),随后以 -20°C /sec 速度进行冷却。再经酸洗、冷轧到成品厚度 0.30mm 厚度。不同脱碳退火工艺条件如下表 4 所示。脱碳退火后,使钢板中 [C] 含量降到 30ppm 以下。渗氮退火工艺:800°C × 30sec,氧化度 PH_2O/PH_2 是 0.12, NH_3 用量 1.0%, 渗入 [N] 含量 200ppm。涂布 MgO 为主要成分的隔离剂后,在气氛为 100% H_2 、露点为 -10°C,温度为 1200°C 的条件下进行 20 小时的高温退火。开卷后经过涂敷绝缘涂层及拉伸平整退火,得到的成品磁性能见表 4。

[0064] 表 4 不同脱碳退火工艺对成品磁性能的影响

序号	脱碳升温速度 (°C/s)	脱碳温度 (°C)	脱碳退火 时间(sec)	脱碳露点 (°C)	成品磁性能	
					B ₈ (T)	P _{17/50} (w/kg)
实施 例 1	15	800	160	65	1.92	0.97
[0065] 2	19	860	145	60	1.91	0.97
3	23	815	130	63	1.93	0.95
4	27	850	115	70	1.91	0.98
5	31	835	100	66	1.91	0.99
6	35	840	90	65	1.93	0.95
比较	13	810	150	64	1.86	1.11
例 7						
8	38	830	135	58	1.85	1.14
[0066] 9	26	795	110	66	1.85	1.13
10	18	865	95	60	1.87	1.08
11	30	845	85	72	1.87	1.07
12	22	855	165	64	1.87	1.08

[0067] 从表 4 可以看到,本发明成品(序号 1#~6#)的磁性能普遍很好,都能达到高磁感取向硅钢实物水平($B_8 \geq 1.90T$)。反之,比较例(序号 7#~12#)的磁性能都要稍差一些,只能达到普通取向硅钢实物的水平($B_8 \geq 1.85T$)。

[0068] 实施例 5

[0069] 取向硅钢板坯的组分及重量百分比为 Si :3.25%, C :0.070%, S :0.008%, Als :0.023%, N :0.005%, Mn :0.15%, Sn :0.04%,其余为 Fe 及不可避免的杂质。将板坯放在 1120°C 下进行加热,热轧至厚度为 2.5mm 的热轧板。对热轧板采用两段式常化:(1100°C × 10sec)+(900°C × 120sec),随后以 -20°C /sec 速度进行冷却。再经酸洗、冷轧到成品厚度 0.30mm 厚度。而后以升温速度 30°C /sec,脱碳温度 840°C × 130s,脱碳露点 68°C 下进行脱碳退火。不同渗氮退火工艺条件如下表 5 所示。涂布 MgO 为主要成分的隔离剂后,在气氛为 100% H₂、露点为 -10°C,温度为 1200°C 的条件下进行 20 小时的高温退火。开卷后经过涂敷绝缘涂层及拉伸平整退火,得到的成品磁性能见表 5。

[0070] 表 5 不同渗氮退火工艺对成品磁性能的影响

[0071]

序号	渗氮温度 (°C)	渗氮时间 (sec)	渗氮 PH ₂ O/PH ₂	NH ₃ (%)	渗入[N] 含量(ppm)	成品磁性能	
						B8 (T)	P17/50 (w/kg)
实施例 1	760	45	0.150	3.8	245	1.90	1.00
2	860	25	0.120	1.0	105	1.90	0.98
3	780	20	0.050	2.4	130	1.91	1.00
4	770	50	0.085	1.8	185	1.92	0.96
5	820	40	0.045	3.5	110	1.91	0.99
6	840	35	0.200	0.5	205	1.93	0.93

[0072]

7	850	30	0.185	0.6	215	1.93	0.95
8	830	30	0.105	4.0	190	1.92	0.99
9	810	35	0.070	2.7	90	1.91	1.00
10	790	40	0.095	2.6	260	1.92	0.96
比较例 11	750	30	0.100	2.0	230	1.86	1.14
12	870	15	0.100	2.5	215	1.85	1.11
13	820	55	0.040	2.0	100	1.86	1.13
14	830	30	0.205	0.4	150	1.86	1.09
15	830	40	0.160	4.1	270	1.89	1.11
16	820	40	0.075	1.0	80	1.88	1.08

[0073] 与已有的生产取向硅钢生产技术相比而言,本发明中渗氮退火具有其特殊性。

[0074] 从表 5 的试验结果可以看到,当渗氮退火工艺满足本发明技术方案 -- 渗氮温度和时间 (760 ~ 860°C × 20 ~ 50sec),氧化度 PH₂O/PH₂: 0.045 ~ 0.200。NH₃: 0.5 ~ 4.0%, 渗入氮含量 90 ~ 260ppm。成品 (序号 1# ~ 10#) 的磁性能普遍很好,都能达到高磁感取向硅钢实物水平 (B8 ≥ 1.90T)。反之,比较例成品 (序号 11# ~ 16#) 的磁性能都要稍差一些,只能达到普通取向硅钢实物的水平 (B8 ≥ 1.85T)。

[0075] 表 6 SiO₂ 氧化层厚度对成品磁性能和底层的影响

序号	SiO ₂ 氧化层厚度 (g/m ²)	成品磁性能		底层 质量
		B ₈ (T)	P _{17/50} (w/kg)	
实施例 1	0.51	1.92	0.99	◎
2	1.97	1.91	1.00	◎
3	1.22	1.92	0.96	◎
4	1.65	1.92	0.96	◎
5	3.16	1.91	0.99	◎
6	2.28	1.92	0.98	◎
比较例 7	0.28	1.85	1.10	×
8	0.45	1.87	1.07	△
9	3.41	1.84	1.14	×

[0077] 注：底层质量：◎：无露晶和霜降；△：轻微露晶和霜降；×：严重露晶和霜降。

[0078] 表 6 反映了 SiO₂ 氧化层厚度对成品磁性能和底层的影响。从表 6 的试验结果可以看到，当 SiO₂ 氧化层厚度满足 0.47 ~ 3.35g/m² 时，成品（序号 1# ~ 6#）磁性能优异，且底层无露晶和霜降；反之，则比较例成品（序号 7# ~ 9#）磁性能和底层都较差。

[0079] 低温板坯加热技术生产的高磁感取向硅钢具有加热炉寿命长，能耗和成本低等优势。但是长期以来，由于存在着后工序渗氮效率低，高温退火过程中渗入的氮不稳定等在生产过程中难以有效调整和控制的问题，从而影响到基板内局部或整体的抑制能力，导致二次再结晶不完善，产品磁性能不稳定。

[0080] 本发明是基于低温板坯加热工艺的一种新的高磁通密度取向硅钢生产方法，它有效地解决了上述问题。其特点是在冷轧板脱碳退火后，再进行特殊工艺的渗氮退火。这样既可以用较小的氨气流量高效地向板内渗氮，又能在渗氮层外形成足够厚度的 SiO₂ 氧化层，来解决渗氮后板内氮稳定性问题。最终获得磁性能优异、底层良好的高磁感取向硅钢产品。

[0081] 目前，国内外市场对高磁感取向硅钢的需求显得十分迫切。本发明就是在不需要特殊渗氮装置设备的条件下，以新工艺获得具有高磁通密度的取向硅钢成品。由于这种方法确保成品磁性能和底层均良好稳定，因而具有很好的推广应用前景。