铌对低温取向硅钢热轧组织与织构的影响

郝百川，冯运莉*

（华北理工大学冶金与能源学院，河北 唐山 063210）

摘　要：采用 OM、EBSD 检测分析技术研究了铌对低温取向硅钢热轧组织与织构的影响，探索是否应在低温取向硅钢中加入铌。结果表明，含铌相较于不含铌取向硅钢热轧板晶粒更加细小，沿板厚方向组织梯度更加明显；铌元素的加入优化了取向硅钢热轧板织构，含铌比不含铌取向硅钢热轧板中的旋转立方织构取向密度小，而高斯织构和 γ 取向线密度大，其中高斯织构{110}<001>的织构密度 f(g) 高达 12.19。

关键词：低温取向硅钢；铌；热轧；组织；织构

中图分类号：TF764, TG335.11　　**文献标志码：**A　　**文章编号：**1004−7638(2021)01−0150−05

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2021.01.024　　**开放科学 (资源服务) 标识码 (OSID)：**

听语音 聊科研 与作者互动

Effect of Nb on hot rolled microstructure and texture of low temperature oriented silicon steel

Hao Baichuan, Feng Yunli*

(College of Metallurgy and Energy, North China University of Science and Technology, Tangshan 063210, Hebei,China)

Abstract: The effect of niobium on the microstructure and texture of low temperature oriented silicon steel was studied by OM and EBSD. The results show that the grain size of Nb-bearing hot rolled sheet is finer than that of Nb free oriented silicon steel, and the microstructure gradient along the thickness direction is more obvious. The addition of Nb optimizes the texture of hot rolled silicon steel. The rotated cubic texture orientation density of the oriented silicon steel hot-rolled sheet is small, while the Goss texture and γ-oriented linear density are high. And the texture density of the Goss texture {110}<001> is as high as 12.19.

Key words: low temperature oriented silicon steel, Nb, hot rolling, microstructure, texture

0　引言

取向硅钢作为一种重要的软磁功能材料，凭借其高磁感和低铁损的特性，被广泛地应用于变压器和电机铁芯材料中[1−3]。在取向硅钢制备工艺中，传统的高温板坯加热工序由于存在高能耗及缩短加热炉寿命的缺陷，低温板坯加热渐渐成为科学家关注对象[4−5]。

取向硅钢的铁磁性高低取决于高斯织构的锋锐度，而在取向硅钢的制备工艺中，热轧工序对硅钢板中的高斯织构的锋锐程度有着极为重要的影响。热轧会使取向硅钢出现动态再结晶过程，产生再结晶织构，影响热轧织构的强度，进而影响硅钢铁磁性能[6]。有研究表明[7−8]，在取向硅钢中添加适量的 Nb 元素可以提高再结晶温度，使得析出物 Nb(C,N) 均匀弥散的分布在基体中，达到细化基体组织的目

收稿日期：2020−08−31

基金项目：国家自然科学基金资助项目（51674123）；河北省自然科学基金资助项目 (E2017209237)。

作者简介：郝百川（2001—），男，河北邯郸人，本科，主要研究方向为金属材料工程，E-mail: cg18730092803@126.com；

*通讯作者：冯运莉，女，河北唐山人，教授，博士，主要研究方向为金属材料及加工工程，E-mail: tsfengyl@163.com。

的。笔者采用 OM、EBSD 检测分析手段, 对比研究含铌与不含铌取向硅钢热轧板组织、织构的异同, 揭示 Nb 对低温取向硅钢热轧组织织构的影响规律。

1　试验材料及方法

试验所用材料为 25 kg 中频真空感应熔炼炉冶炼的取向硅钢铸坯, 其化学成分见表 1。将含铌与不含铌两种铸坯利用锯床加工成 100 mm×90 mm×50 mm 的试样以供热轧使用。

表 1　试验钢化学成分

Table 1　Chemical compositions of experimental steel slab

%

编号	C	Mn	Si	S	Cu	Al	Nb	N	P
1#	0.041	0.04	3.2	0.007 5	0.085	0.023	0.055	0.008 5	<0.008
2#	0.041	0.04	3.2	0.007 5	0.085	0.023		0.008 5	<0.008

热轧试验采用 RAL-NEU 型 Φ350 mm 高刚度二辊热轧试验轧机, 将试样加热至 1 230 ℃, 保温 10 min 后, 开轧温度 1 100 ℃, 经 6 道次轧制, 最终得到 2.5 mm 厚的热轧硅钢板, 终轧温度 870 ℃, 压下率 95%。随后试样的冷却制度均采用: 水冷至 550 ℃, 保温 2 min, 然后空冷至室温。

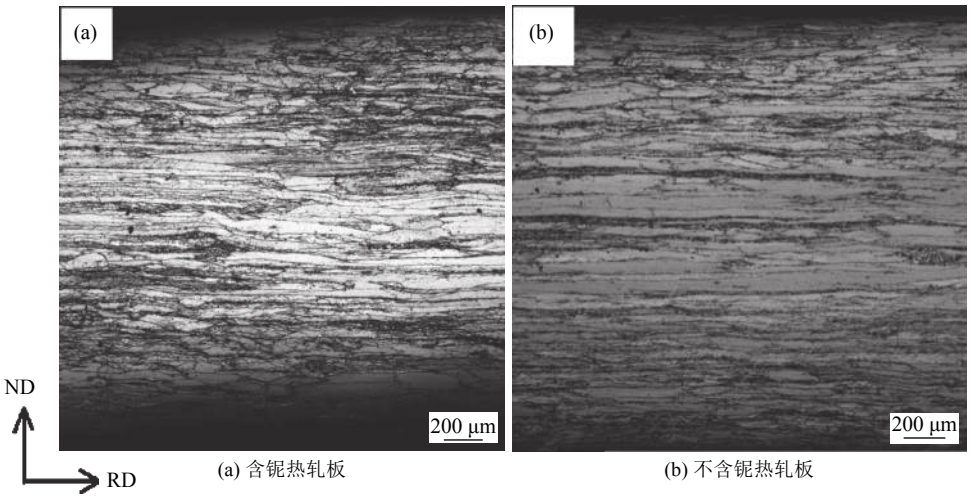
使用线切割机在两种含铌与不含铌的热轧硅钢板上切取 10 mm×5 mm 的试样若干, 用于 OM 组织观察和 EBSD 分析。

取试样经磨制抛光后, 使用 4% 硝酸酒精进行腐蚀约 27 s, 迅速用无水乙醇进行冲洗并烘干, 随后在 Axio observer 型蔡司光学显微镜下进行 OM 组织观察。另取试样经磨制抛光后, 进行电解抛光以便去除表面应力层, 在配备有 EBSD 的 FEI Quanta-650FEG 型热场发射扫描电镜进行 EBSD 分析。

2　试验结果和分析

2.1　铌对取向硅钢热轧组织影响分析

图 1 为含铌与不含铌的取向硅钢热轧板沿纵截面方向的显微组织。由图 1 可知, 试验钢经热轧后, 晶粒沿轧制方向被不同程度的拉长, 形成了带状组织, 另外, 由于轧制过程中试验钢沿纵截面方向上受到的温度及应力状态不同, 厚度方向上均存在组织梯度。沿厚度方向依次可分为三个区域: 表层、次表层、中心层。由图 1 可以看出, 试样表层晶粒细小, 且主要是由受到拉长的再结晶铁素体晶粒组成。次表层晶粒大多处于动态回复和动态再结晶阶段, 晶粒的尺寸较大。中心层则是由伸长压扁的铁素体晶粒组成。这是由于在轧制过程中, 轧辊与试样表面相互接触存在摩擦力, 导致表层应变能升高, 并且表层至中心层的应变能是依次减小的。因此, 越是靠近中心层, 晶体内部的储存能越低, 再结晶愈发困难, 所以在中心层, 晶粒均是伸长压扁的铁素体。



(a) 含铌热轧板　　(b) 不含铌热轧板

图 1　不同成分热轧板厚度方向的光学显微照片

Fig. 1　OM of hot rolled plate with different Nb content along the thickness direction

通过对比图 1(a) 和图 1(b) 可知, 含铌的取向硅钢热轧后比不含铌硅钢所获晶粒更加细小, 经过轧制后, 晶粒宽度更细, 晶粒拉长更长, 组织梯度更加明显。由表 2 可知, 含铌热轧板表层、次表层和中心层平均晶粒尺寸均比不含铌热轧板平均晶粒尺寸小。其中含铌热轧板表层平均晶粒尺寸为 23.7 μm, 而不含铌热轧板表层平均晶粒尺寸为 31.2 μm。这主要是因为含铌硅钢板在热轧过程中, 细小的第二相粒子被大量析出, 弥散地分布在了晶界附近, 阻碍了晶界的迁移, 从而起到了细化再结晶晶粒的作用。

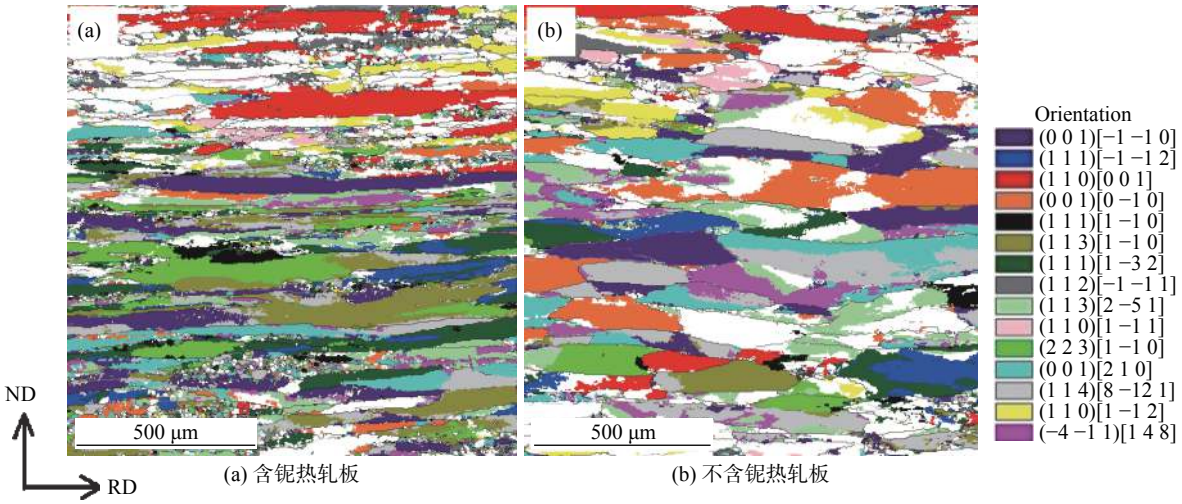
表 2　热轧板晶粒尺寸

Table 2　Grain size of hot rolled plates with different Nb contents

位置	平均晶粒尺寸/μm	
	含铌	不含铌
表层	23.7	31.2
次表层	40.5	43.7
中心层	68.9	74.3

2.2　铌对取向硅钢热轧板织构影响分析

图 2 为含铌和不含铌取向硅钢热轧板板厚方向的晶粒取向。由图 2 可知，含铌与不含铌取向硅钢热轧板组织织构具有明显区别，其中高斯织构{110}<001>(红色)主要分布在表层和次表层区域。除了高斯织构以外，在表层和次表层中还分布着一定组分的黄铜织构{110}<112>(黄色)和铜型织构{112}<111>(灰色)。在剪切应力增大的情况下，高斯织构绕法向 ND 转动形成了黄铜织构{110}<112>。黄铜织构{110}<112>具有低能表面{110}，所以在后续二次再结晶过程中能够摆脱抑制剂的钉扎作用而发生异常长大，并且难以被高斯织构吞并，从而影响成品的磁性能，所以在生产过程中最好尽量避免黄铜织构的产生。



(a) 含铌热轧板　　(b) 不含铌热轧板

图 2　不同成分热轧板板厚方向晶粒取向

Fig. 2　Orientation maps of hot rolled sheet along thickness with different Nb contents

由图 2 可知，含铌热轧硅钢板表层和次表层所含高斯织构{110}<001>(红色)含量较不含铌热轧硅钢板的多。在试样中心部位，均未观察到高斯织构{110}<001>(红色)的存在，织构分布均主要为旋转立方织构{001}<110>(紫色)、{001}<210>织构(浅蓝色)以及部分 γ 取向线织构。但是不含铌热轧板中心层处，织构分布较为分散，γ 取向线织构织构强度较低。这是因为在钢板中加入适量的 Nb 元素可以使细化奥氏体晶粒，增强织构强度，所以含铌比不含铌热轧板的组织梯度也更为明显[9]。

图 3 为含铌与不含铌热轧板表层和次表层各织构组分比例。由图 3 可知，含铌比不含铌热轧板高斯织构所占比例大，高斯织构所占比例为 7.4%，而不含铌热轧板高斯织构所占比例为 4.9%，铜型织构所占比例相似，黄铜织构所占比例比不含铌热轧板小。研究表明，这是因为 Nb 增强抑制剂的抑制晶粒长大的能力，使之产生更多的高斯晶粒，从而可以促进取向硅钢高斯织构的生成，却减少黄铜织构的产生[10]。由上述可知，黄铜织构在二次再结晶时会摆脱抑制剂的钉扎作用，导致成品磁性能降低，而锋锐的高斯织构的存在可以最大限度地提升成品磁性能，所以含铌比不含铌取向硅钢磁性更好，更有利于提升取向硅钢磁性。

图 4 为含铌与不含铌热轧板表层 ODF 图 (φ_2=45°)。由图 4(a) 可见，含铌热轧板中强度最高区域为高斯织构，最大值达到了 16.063；还分布有一定强度的黄铜织构、铜型织构以及立方织构。由图 4(b) 可见，不含铌取向硅钢热轧板表层织构中强度最高区域为铜型织构，而高斯织构组分强度比含铌热轧板低，组分强度为 3.47，同时还存在着一定强度的旋转立方织构。

2.3　铌对取向硅钢热轧取向线影响分析

图 5 为含铌与不含铌热轧板表层织构的取向线分布。由图 5(a) 可知，含铌与不含铌热轧板 α 取向线相似。不含铌热轧板比含铌热轧板的旋转立方取向织构密度大，f(g)=1.027，而含铌热轧板的旋转立

方取向织构密度 f(g)=0.303。同时, 含铌热轧板表层织构中, {223}<110>位向附近的晶粒取向密度较高, f(g)=0.212。由图 5(b) 的 γ 取向线可知, 含铌比不含铌热轧板的 γ 取向线密度大, 其中{111}<112>织构密度 f(g)=0.17, 而不含铌热轧板的该织构密度 f(g) 为 0.08。但对于{111}<110>织构来说, 不含铌比含铌的织构密度大。由图 5(c) 的 η 取向线可知, 含铌比不含铌热轧板的 γ 取向线密度大很多。含铌热轧板中高斯织构{110}<001>的织构密度 f(g) 高达 12.19, 而不含铌热轧板中高斯织构密度 f(g) 仅仅只有 3.47。综上所述, 含铌比不含铌热轧板的{110}<001>和{111}<112>织构密度高, 且{111}<112>织构在二次再结晶过程中会被高斯织构{110}<001>吞噬, 显著增强热轧板中高斯织构密度。因此含铌热轧板更符合取向硅钢热轧板要求, 更有利于后续高磁感成品取向硅钢的生产。

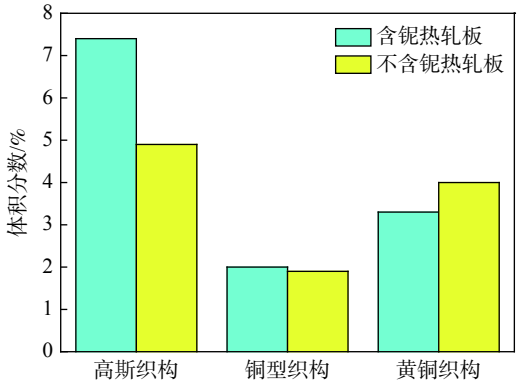
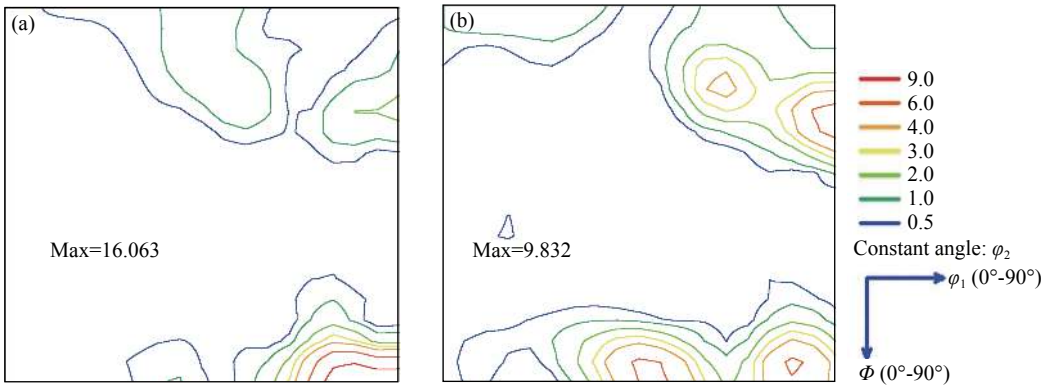


图 3　不同成分热轧板表层及次表层各织构组分比例

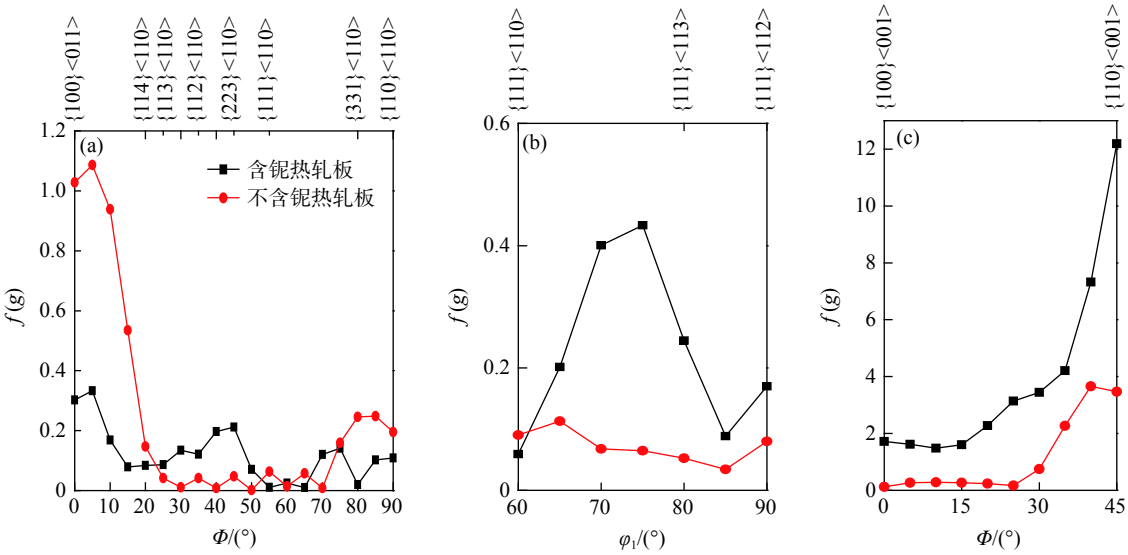
Fig. 3　The proportion of texture component in the surface and subsurface of hot-rolled sheet with different compositions



(a) 含铌热轧板　　(b) 不含铌热轧板

图 4　不同成分热轧板的表层织构 ODF 图(φ_2=45°的截面图)

Fig. 4　ODF sections (φ_2=45°) of surface textures of hot-rolled sheet with different composition



(a) α 取向线　　(b) γ 取向线　　(c) η 取向线

图 5　不同成分热轧板表层织构取向线分析

Fig. 5　Distributions of texture oriented line in surface of hot rolling sheet with different compositions

3 结论

1) 含铌与不含铌硅钢铸坯经过热轧处理后，热轧板在厚度方向上均有组织梯度现象。但含铌热轧板比不含铌热轧板晶粒更加细小，组织梯度更加明显。说明适量铌元素的加入，使得热轧相变过程中析出均匀第二相质点，阻碍晶界迁移，细化奥氏体晶粒。

2) 含铌与不含铌热轧硅钢板相同，试样表层与次表层区域中均主要分布着高斯织构。在试样表层与次表层区域中，含铌热轧板高斯织构所占体积分数为 7.4%，而不含铌热轧板的高斯织构所占体积分数仅仅为 4.9%。

3) 含铌热轧硅钢板中高斯织构取向密度 $f(g)$=12.19，不含铌热轧板中高斯织构取向密度较低仅为 3.47；含铌比不含铌取向硅钢热轧板中的 γ 取向线密度大，但旋转立方织构取向密度较不含铌的小。

参考文献

[1] Xia Z, Kang Y, Wang Q. Developments in the production of grainoriented electrical steel[J]. Journal of Magnetism and Magnetic aterials, 2008, 320(23): 3229−3233.

[2] Li Hui, Feng Yunli, Zhang Dan, *et al*. Balanced solubility product and enthalpies of formation of Nb compounds in 0.09% oriented silicon steel[J]. Rare Metals, 2013, 32(3): 318−322.

[3] Xia Qiangqiang, Li Lijuan, Liu Lihua, *et al*. Research progress of the grain-oriented silicon steel production process[J]. Materials Reports, 2010, 24(3): 85−88.
(夏强强, 李莉娟, 刘立华, 等. 取向硅钢生产工艺研究进展[J]. 材料导报, 2010, 24(3): 85−88.)

[4] Chu Shuangjie, Yang Yongjie, He Zhenghua, *et al*. Calculation of Magnetostriction Coefficient for Laser-Scribed Grain-Oriented Silicon Steel Based on Magnetic Domain Interaction[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2019, 55(3): 362−368.
(储双杰, 杨勇杰, 和正华, 等. 基于磁畴结构交互作用的激光刻痕取向硅钢磁致伸缩系数计算[J]. 金属学报, 2019, 55(3): 362−368.)

[5] Sun Ying, Li Jun, Zhao Yu, *et al*. Experimental research of inhibitors in grain oriented electrical steel prepared by low slab reheating temperature technique[J]. Iron & Steel, 2009, 44(5): 64−67.
(孙颖, 李军, 赵宇, 等. 采用低温板坯加热工艺生产的取向硅钢中抑制剂的研究[J]. 钢铁, 2009, 44(5): 64−67.)

[6] Dang Ning, Zhang Wenkang, Li Zhichao, *et al*. Texture evolution of copper bearing CGO silicon steel during high temperature annealing[J]. Heat Treatment of Metals, 2016, 41(2): 88−93.
(党宁, 张文康, 李志超, 等. 含铜CGO硅钢高温退火过程中的织构演变规律[J]. 金属热处理, 2016, 41(2): 88−93.)

[7] Feng Yunli, Guo Jing, Li Jie, *et al*. Effect of Nb on solution and precipitation of inhibitors in grain-oriented silicon steel[J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2017, 426: 89−94.

[8] Feng Yunli, Yin Xiaopan, Zhang Sijia. Effect of Nb on precipitates in grain oriented silicon steel[J]. Hot Working Technology, 2015, 44(18): 89−91.
(冯运莉, 尹晓盼, 张思佳. 铌对取向硅钢中沉淀析出的影响[J]. 热加工工艺, 2015, 44(18): 89−91.)

[9] Wang Yong, Li Guangqiang, Zhu Chengyi, *et al*. Effect of niobium on microstructure evolution and behaviors of second phase particles of the reheate as-cast grain-oriented silicon steel[J]. Iron Steel Vanadium Titanium, 2019, 40(6): 135−142.
(汪勇, 李光强, 朱诚意, 等. Nb对取向硅钢再加热过程组织演变和第二相粒子析出的影响[J]. 钢铁钒钛, 2019, 40(6): 135−142.)

[10] Yan Bin, Zhu Chengyi, Zhang Yunxiang, *et al*. Effect of Nb on precipitation behavior of inhibitors in hot rolled plate of oriented silicon steel[J]. Hot Working Technology, 2019, 48(1): 14−21.
(严彬, 朱诚意, 张云祥, 等. Nb对取向硅钢热轧板中抑制剂析出行为的影响[J]. 热加工工艺, 2019, 48(1): 14−21.)

编辑 邓淑惠