

铌对取向硅钢中析出物固溶温度的影响

刘嘉美 金东浩 贾云柯 冯运莉

(华北理工大学冶金与能源学院 河北省现代冶金技术重点实验室 河北 唐山 063210)

摘要: 选用含铌 0.09% 和不含铌的两种铸坯, 将铸坯分别加热至不同温度, 并保温 30 min 后进行淬火处理, 利用 JEM-2011 透射显微镜对试样的显微组织进行观察, 同时在扫描电镜下确定铸态组织中黑色物质的形貌, 通过观察析出物在不同温度下的数量分布情况, 分析比较取向硅钢在含 Nb 和不含 Nb 两种状态下析出物的固溶温度。结果表明: 含铌取向硅钢铸坯的晶粒尺寸与不含铌铸坯的晶粒尺寸相比更加均匀细小, 铌元素有阻碍晶粒长大的作用; 含 Nb 取向硅钢中析出物的完全固溶温度在 1 250~1 300 °C, 不含 Nb 的析出物完全固溶温度在 1 300 °C 以上, 说明 Nb 能够明显降低析出物的完全固溶温度。

关键词: 取向硅钢; Nb; 析出物; 完全固溶温度

中图分类号: TF841.6, TF764

文献标志码: A

文章编号: 1004-7638(2019)04-0138-06

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2019.04.026

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



听语音
与作者
聊科研

Effect of Niobium on Solid Solution Temperature of Precipitates in Oriented Silicon Steel

Liu Jiamei, Jin Donghao, Jia Yunke, Feng Yunli

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

Abstract: Two kinds of billets containing 0.09% niobium and niobium free were used for this study. The billets had been heated up to different temperatures and then quenched after holding for 30 min. The microstructure of the samples was observed by JEM-2011 transmission microscope. At the same time, the morphology of black material in as-cast microstructure was determined by scanning electron microscope (SEM). By observing the quantity distribution of precipitates obtained at different soaking temperatures, the effect of niobium addition on solid solution temperature of precipitates in Nb and Nb-free steels were compared and analyzed. The results show that: The grain size of niobium containing oriented silicon steel billet is more uniform and smaller than that of niobium-free billet. Niobium element can hinder grain growth. The complete solid solution temperature of precipitates in Nb-containing oriented silicon steel is between 1 250 °C and 1 300 °C, and the total solid solution temperature of precipitates in steel without Nb is above 1 300 °C, indicating that Nb can obviously reduce the complete solid solution temperature of precipitates.

Key words: oriented silicon steel, Nb, precipitate, complete solution temperature

0 引言

降低板坯的加热温度一直是近年来取向硅钢研

究中的热点问题。现已有多种抑制剂^[1]应用到硅钢的实际生产中, 如 MnS (MnSe)、AlN、AlN+MnS、Mn+Sb、S+N、B+S+N 以及铜的硫化物或者 MnS+铜的硫

收稿日期: 2019-03-11

基金项目: 国家自然科学基金项目(51674123), 华北理工大学大学生创新创业训练计划项目(项目编号: X2018349)。

作者简介: 刘嘉美(1997—), 女, 河北唐山人, 主要研究方向为金属材料工程, E-mail: hbtstliujm@163.com; 通讯作者: 冯运莉(1965—), 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。

化物等,目前在取向硅钢产品中应用最多的抑制剂是 MnS 和 AlN^[2]。如果 MnS 和 AlN 的质点在铸坯中粗大存在,其抑制能力就会消失,所以它们必须在高温下固溶于钢中,保证它们在后续的热轧或常化过程中能够重新以弥散的方式大量析出^[3]。但是生产中 MnS 和 AlN 的完全固溶温度较高,为使抑制剂^[4-5]充分固溶,普通取向硅钢的铸坯加热温度通常要达到 1 350 ℃ 以上,这对取向硅钢的生产极其不利,加热温度高会导致铸坯烧损高达 5%,还会使铸坯的表面缺陷增多;且需要专用加热炉进行生产,作业率低;还会导致燃料耗费高,设备维护费用高等问题。在保证抑制剂具有强抑制能力的条件下,实现较低的板坯加热温度,就需要开发新类型的抑制剂。

Nb 元素是一种很重要的微合金元素,其析出物的大小、数量和分布情况都与传统的抑制剂很相似,在钢中发挥着举足轻重的作用。Nb 元素在钢中主要以固溶态和第二相 Nb(C, N) 的形式^[6]存在,其既能与 C、N 元素形成尺寸细小的 NbC 和 NbN^[7]抑制奥氏体晶粒的长大,又能在变形过程中提高再结晶温度,阻碍奥氏体的再结晶使其保持形变效果,进而得到细小的铁素体晶粒。Nb 元素的加入还可得到

理想的显微组织,从而可以保证钢在冶炼过程中获得良好的机械性能、加工性能和使用性能^[8-11]。除了上述作用外,在铁素体中如果发生 Nb 的沉淀析出,钢的强度会有所提高,而且会防止焊接过程中热影响区晶粒细化现象的发生^[9]。因此,研究冶炼过程中加入铌元素后,对取向硅钢铸坯加热温度的影响,即铌的加入对抑制剂完全固溶温度的影响,可为取向硅钢的生产提供重要的理论依据。

笔者将铸坯加热到不同温度,保温 30 min 后进行淬火处理,通过 JEM-2011 透射显微镜观察取向硅钢铸坯的显微组织,观察不同加热温度下析出物的固溶情况,对比分析 Nb 的加入对析出物完全固溶温度的影响,从而确定板坯的加热温度,为实际生产中低温板坯加热技术提供相应的理论支撑,对于研究 Nb 析出物作为新型抑制剂的可行性方面有着重大意义。

1 试验材料与方法

1.1 试验材料

试验用钢化学成分见表 1,1[#]含铌 0.09%,2[#]不含铌,经中频真空感应炉冶炼,在线切割机上分别切取 5 个尺寸为 10 mm×10 mm 的小方坯试样。

表 1 试验硅钢的主要化学成分(质量分数)
Table 1 Main chemical compositions of tested silicon steels(mass fraction)

钢种	C	Mn	Si	Nb	Cu	Al	N	S
1 [#]	0.053	0.075	3.01	0.09	0.08	0.015	0.008 8	0.013
2 [#]	0.059	0.079	3.07	0	0.08	0.015	0.007 7	0.014

1.2 试验方法

首先,将试样在退火炉中分别加热到不同温度:1 150、1 200、1 250、1 300 ℃,保温 30 min 后进行淬火处理,然后将处理后的试样在奈斯 Axiovert200MAT 金相显微镜下观察分析其显微组织形貌。其次,在经热处理后的试样上分别切取 0.7 mm 厚度的薄片,用砂纸研磨至 50 μm 以下,冲成直径为 3 mm 的小圆片,再利用双喷减薄仪对小圆片进行减薄,制取透射试样。最后,利用 JEM-2011 透射显微镜观察试验后取向硅钢铸坯组织中析出物的分布情况。

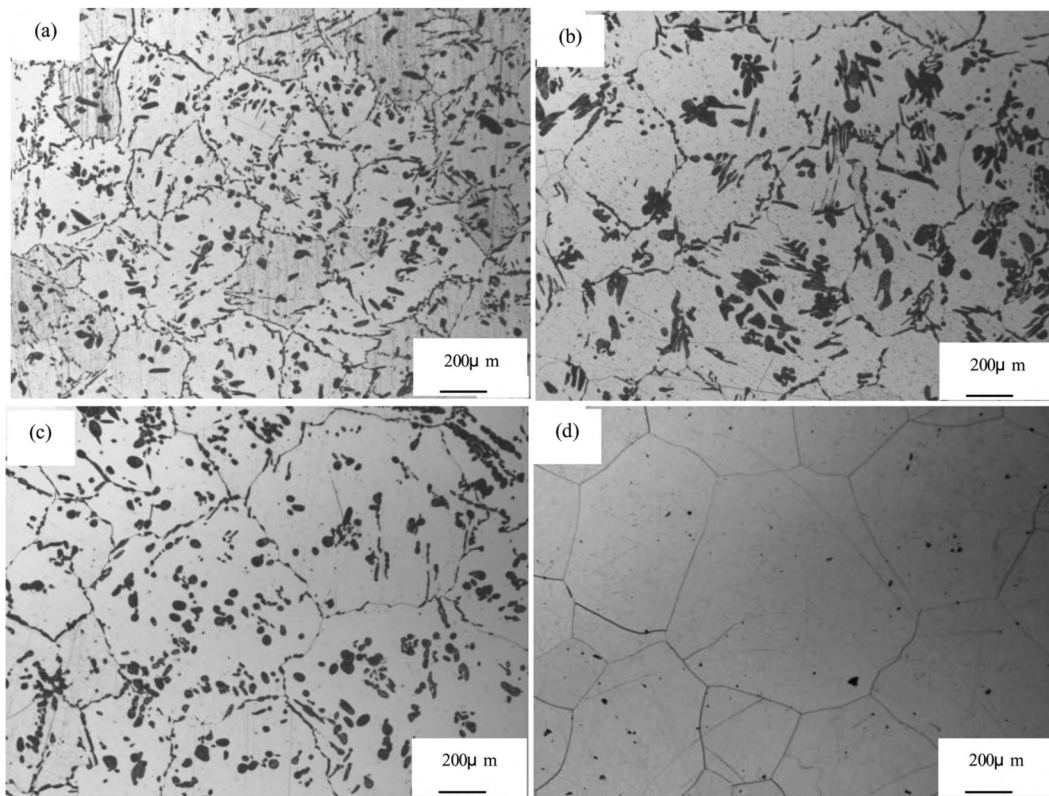
2 试验结果与分析

2.1 含铌取向硅钢的试验结果及分析

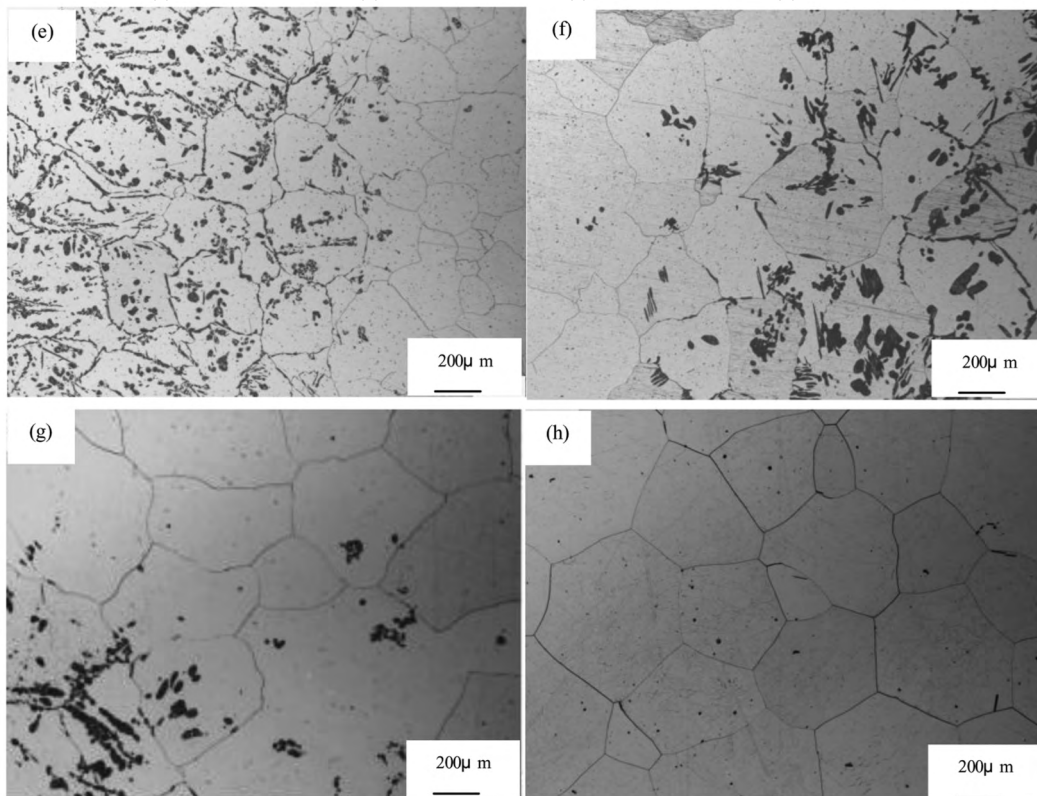
含铌 0.09% 的取向硅钢在不同温度下加热并保温 30 min 后进行淬火处理,在金相显微镜下观察试

样的显微组织,如图 1 所示。可见,热处理后的组织均为铁素体和奥氏体的转变产物:马氏体,且晶粒尺寸随温度的升高而增大。奥氏体组分在 1 150 ℃ 和 1 200 ℃ 时相差不大,但温度超过 1 200 ℃ 后奥氏体组分逐渐减少,1 300 ℃ 时,由于高温存在脱碳现象和相变现象,导致奥氏体体积分数降低,此时的 C 主要以化合物形态存在而不是固溶于基体,转变产物马氏体仅在铁素体晶界上有少量析出。

同时,取向硅钢在成分设计时要含有一定量的碳,目的是要有一定体积分数的奥氏体,以保证铸坯经过加热以后,温度能够达到奥氏体相区,使奥氏体在淬火过程中能够发生相变形成马氏体和部分珠光体。由于加热过程中表面温度较高,会发生一定程度的脱碳现象,所以靠近边部的组织中奥氏体组分很少,且边部铁素体晶粒所占的比例会随加热温度的升高逐渐增大。



内部组织:(a)1 150 °C热处理后;(b)1 200 °C热处理后;(c)1 250 °C热处理后;(d)1 300 °C热处理后



边部组织:(a)1 150 °C热处理后;(b)1 200 °C热处理后;(c)1 250 °C热处理后;(d)1 300 °C热处理后

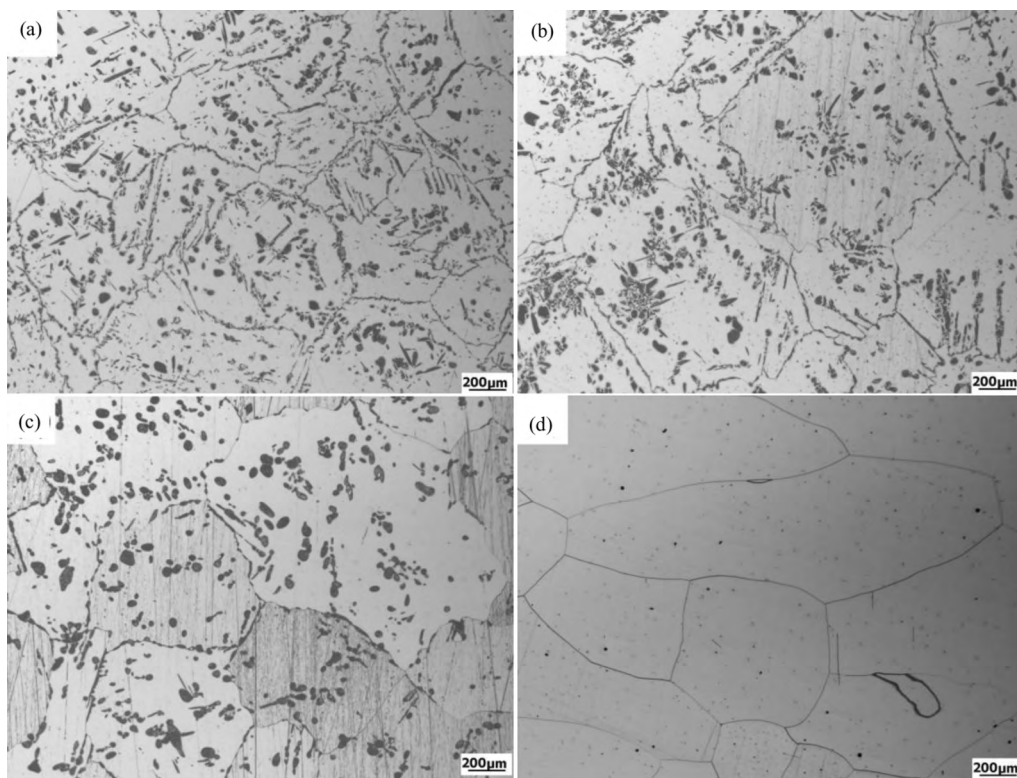
图 1 含铌 0.09% 的铸坯经不同加热温度热处理后的显微组织

Fig.1 Microstructures of slab with 0.09%Nb after heat-treatment at different temperatures

2.2 不含铌取向硅钢的试验结果及分析

不含铌取向硅钢铸坯在不同加热温度下加热并

保温 30 min 后进行淬火处理, 然后在金相显微镜下进行观察, 得到的显微组织照片如图 2 所示。



铸坯的内部组织: (a) 150 °C 热处理后; (b) 200 °C 热处理后; (c) 250 °C 热处理后; (d) 300 °C 热处理后

图 2 不含铌取向硅钢铸坯经不同加热温度加热后淬火得到的显微组织

Fig.2 Microstructure of slab without Nb addition after heat treatment at different temperatures

从图 2 可以看出, 晶粒尺寸随着温度的升高逐渐变大, 而晶粒中的马氏体在逐渐减少, 说明铁素体的体积分数在逐渐增大, 这是因为温度较高时原子的扩散速度和晶界的迁移速度加快, 使组织变得更加均匀化。但在相同的热处理条件下, 与图 1 铸坯的内部组织相比, 含铌取向硅钢的晶粒尺寸更加均匀细小, 这说明铌元素的加入可以起到阻碍晶粒长大的作用。此外, 铌是铁素体形成元素, 会缩小奥氏体相区, 故不含铌的铸坯组织中, 奥氏体组分比含铌铸坯组织中的奥氏体组分要多。

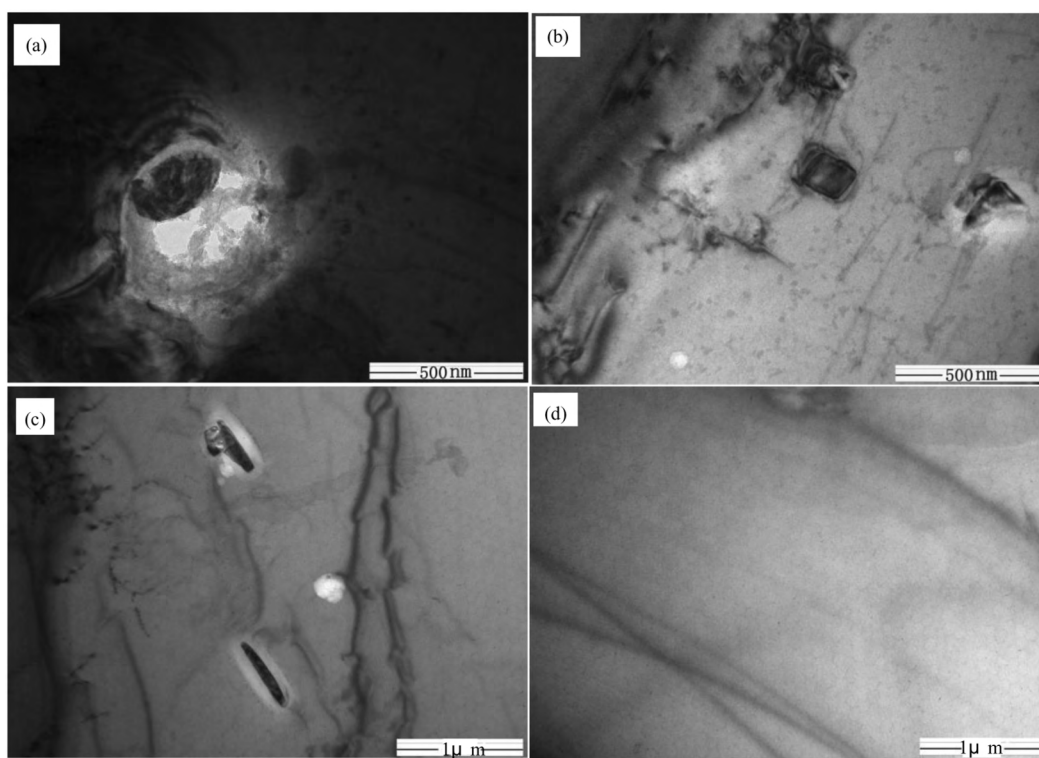
图 3 为 1[#]含铌铸坯加热到不同温度并保温 30 min 后, 淬火处理后得到的析出物的 TEM 照片。

从图 3 可以看出, 150、200、250 °C 温度下均存在析出物, 说明析出物在 250 °C 时还未完全固溶。根据析出物的典型形貌进行分析, 析出物主要有 Nb(C, N)、AlN、MnS、Cu_xS、(Cu, Mn)S 等; 而且在 200 °C 之后, 在很大视野范围内很少存在具有 AlN 典型形貌的颗粒, 说明 AlN 在 200 °C 已几

乎全部固溶在基体中, 也就是铌的加入降低了 AlN 的固溶温度。在 250 °C 时析出物的数量已经非常少, 在放大 12 000 倍下这个较大的视野中只能看到数量很少的第二相, 在 300 °C 时在很大的视野范围内已经没有析出物的存在, 说明 300 °C 时第二相已经全部固溶。因此, 确定加入铌元素后, 第二相的全固溶温度在 250~300 °C。

图 4 为 2[#]不含铌铸坯加热到不同温度并保温 30 min 后经淬火处理, 得到的析出物的 TEM 照片。

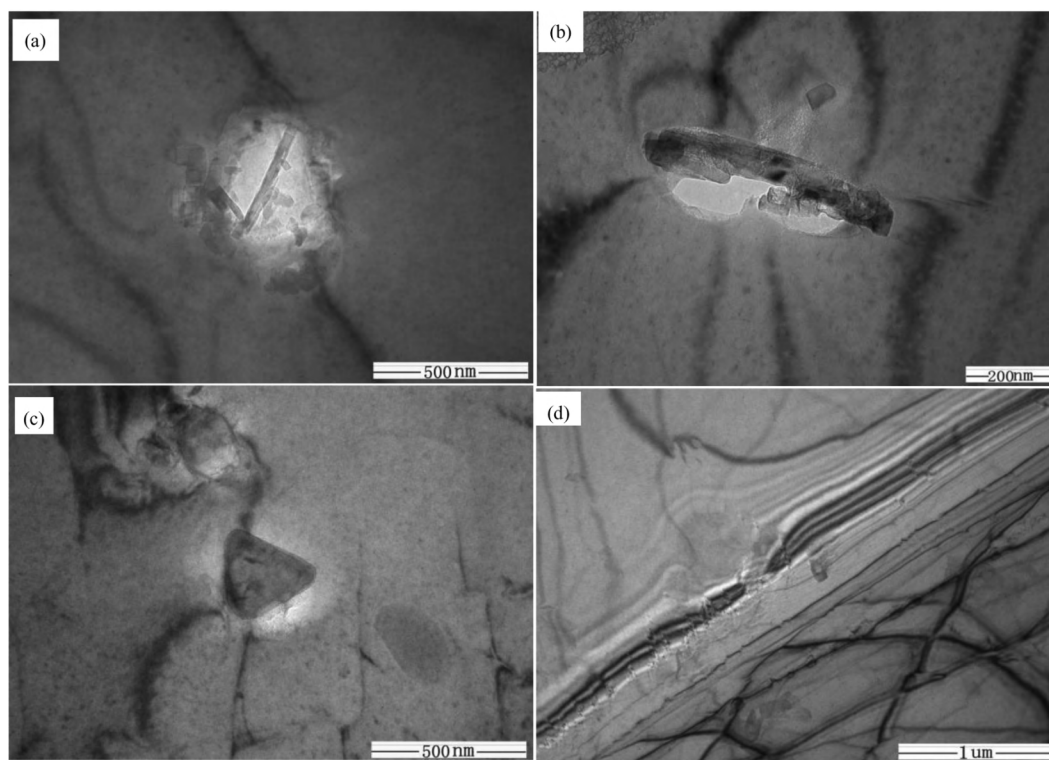
从图 4 可以看出, 在 150、200、250、300 °C 下均有第二相的存在, 根据其典型形貌及相关文献^[12-14]初步推断析出物主要为 AlN、MnS、(Cu, Mn)S, 且在 250 °C 仍然可以观察到典型三角形状的 AlN 和椭圆形的 MnS, 说明不含铌取向硅钢铸坯在 300 °C 以下加热时析出物不能完全固溶在基体中, 即全固溶温度在 300 °C 以上。对图 3 和图 4 进行比较, 分析得到铌的加入会降低第二相的全固溶温度, 能够减轻取向硅钢生产中存在的不利因素。



(a) 150 °C; (b) 200 °C; (c) 250 °C; (d) 300 °C

图 3 含铌取向硅钢铸坯在不同加热温度下保温淬火后铸坯中析出物的 TEM 照片

Fig.3 TEM micrographs of precipitates in slab with Nb addition after heat treatment at different temperatures



(a) 150 °C; (b) 200 °C; (c) 250 °C; (d) 300 °C

图 4 不含铌取向硅钢铸坯在不同加热温度下保温淬火后铸坯中析出物的 TEM 照片

Fig.4 TEM micrographs of precipitates in slab without Nb after heat-treatment at different temperature

3 结论

1) 将铸坯加热到不同温度并保温 30 min 后进行淬火处理,含铌取向硅钢铸坯的晶粒尺寸与不含铌铸坯的晶粒尺寸相比更加均匀细小,铌的加入能够起到阻碍晶粒长大的作用。

2) 将铸坯加热到不同温度保温 30 min 后进行

淬火处理得到的显微组织中,晶粒尺寸随加热温度的升高逐渐增大,含铌铸坯中奥氏体的最大组分要少于不含铌铸坯中奥氏体的最大组分。

3) 在相同的热处理条件下,随着加热温度的升高,含铌铸坯组织中的析出物逐渐固溶,第二相的全固溶温度在 1 250~1 300 °C;而不含铌的铸坯组织中始终存在析出物,第二相的全固溶温度在 1 300 °C 以上。

参考文献

- [1] Xia Qiangqiang, Li Lijuan, Liu Lihua *et al.* Research progress of the grain-oriented silicon steel production process [J]. *Material Guide*, 2010, 24(3): 85.
(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.)
- [2] Gao Xiuhua, Qi Kemin, Qiu Chunlin. Magnetic properties of grain-oriented ultra-thin silicon steel sheets processed by conventional rolling and cross shear rolling [J]. *Mater Sci Eng A*, 2006(3): 138.
- [3] He Han, Cao Jianchun. Application and research progress of grain inhibitors in grain-oriented silicon steel [J]. *Material Guide*, 2009, 23(14): 500-506.
(何寒, 曹建春. 取向硅钢中晶粒抑制剂及其应用研究进展 [J]. *材料导报*, 2009, 23(14): 500-506.)
- [4] Zhang Ying, Fu Yunli, Wang Ruwu *et al.* Inhibitors in high magnetic induction grain-oriented silicon steel [J]. *China Metallurgy*, 2008, 18(11): 5-7.
(张颖, 傅耘力, 汪汝武, 等. 高磁感取向硅钢中的抑制剂 [J]. *中国冶金*, 2008, 18(11): 5-7.)
- [5] Li Wenda. Rstrain phases for cold-rolling oriented silicon sheet [J]. *Special Steel*, 1998, 19(6): 1.
(李文达. 冷轧取向硅钢片中的抑制相 [J]. *特殊钢*, 1998, 19(6): 1.)
- [6] Yong Qilong, Wu Baoyong, Bai Emin *et al.* Calculation for the composition of niobium carbonitride in niobium microalloy steels [J]. *Journal of Iron and Steel Research*, 1990, 2(2): 37-41.
(雍歧龙, 吴宝榕, 白埃民, 等. 铌微合金钢中碳氮化铌化学组成的计算与分析 [J]. *钢铁研究学报*, 1990, 2(2): 37-41.)
- [7] Zhang Ying, Fu Yunli, Wang Ruwu *et al.* Feasibility of Nb (C, N) as Inhibitors in oriented silicon steel [J]. *China Metallurgy*, 2008, 18(7): 14.
(张颖, 傅耘力, 汪汝武, 等. Nb (C, N) 作为取向硅钢中抑制剂的可行性 [J]. *中国冶金*, 2008, 18(7): 14.)
- [8] Yong Qilong, Pei Hezhong, Tian Jianguo *et al.* Basic data of physical metallurgy in steel [J]. *Journal of Iron and Steel Research*, 1998, 10(2): 66-67.
(雍歧龙, 裴和中和, 田建国, 等. 铌在钢中物理冶金学基础数据 [J]. *钢铁研究学报*, 1998, 10(2): 66-67.)
- [9] Wang Chunlei, Li Jingshe, Zhao Heming *et al.* Influence factors on solid-solution of carbonitride of niobium in steel [J]. *Journal of Beijing University of Science and Technology*, 2009, 31(1): 194-196.
(汪春雷, 李京社, 赵和明, 等. 影响钢中铌的碳氮化物固溶的因素分析 [J]. *北京科技大学学报*, 2009, 31(1): 194-196.)
- [10] Zhou Yijun, Xia Zhaosuo, Wang Quanli *et al.* Precipitating characteristics of inhibitors in grain-oriented electrical steel produced by low slab reheating temperature techniques during secondary recrystallization annealing [J]. *Metal Heat Treatment*, 2012, 37(1): 42-48.
(周谊军, 夏兆所, 王全礼, 等. 取向硅钢低温板坯加热高温二次再结晶退火中抑制剂的析出特点 [J]. *金属热处理*, 2012, 37(1): 42-48.)
- [11] Takeshi Kubota, Masahiro Fujikura, Yoshiyuki Ushigami. Recent progress and future trend on grain-oriented silicon steel [J]. *J Magn Mater*, 2000, 69(9): 215-216.
- [12] Zhang Xin, Du Wei, Huang Xunzeng. Effect of Nb and Ti on second-phase precipitation and mechanical properties of 430 ferritic stainless steel [J]. *Baosteel Technology*, 2015(2): 6-12.
(张鑫, 杜伟, 黄训增. 铌钛对 430 铁素体不锈钢第二相析出及力学性能的影响 [J]. *宝钢技术*, 2015(2): 6-12.)
- [13] Qi Liang, Zhao Zhengzhi, Zhao Aimin *et al.* Effect of niobium on second phase precipitation and austenite grain growth behavior in high-grade pipeline steel [J]. *Journal of Beijing University of Science and Technology*, 2013, 35(3): 304-311.
(齐亮, 赵征志, 赵爱民, 等. 铌对高钢级管线钢中第二相析出与奥氏体晶粒长大行为的影响 [J]. *北京科技大学学报*, 2013, 35(3): 304-311.)
- [14] Meng Zhaobin, Zhao Yu, He Zhongzhi *et al.* Influence of slab heating temperature and Mo on precipitation morphology of second phase in high-induction grain-oriented silicon steels [J]. *Journal of Iron and Steel Research*, 1996(6): 19-23.
(蒙肇斌, 赵宇, 何忠治, 等. 铸坯加热温度和 Mo 对高磁感取向硅钢第二相析出形态的影响 [J]. *钢铁研究学报*, 1996(6): 19-23.)

编辑 杨冬梅