

硫元素对无取向硅钢显微组织和电磁性能的影响

张 峰

(宝山钢铁股份有限公司中央研究院,上海 201900)

摘 要: 为了弄清楚硫元素在无取向硅钢中的作用机理,结合工业化生产的 0.25%Si 硅钢,探讨了硫元素对钢的显微组织和电磁性能的影响。结果表明,钢中的硫含量从 0.001 9% 增加至 0.010 2% 时,试样的硫化物形貌、尺寸和数量发生了显著变化。硫化物形貌依次表现为“胶囊形”→“椭球形”→“类球形”,组成依次演变为“单个的 MnS”→“复合的 MnS + Cu_xS”→“单个的 Cu_xS”。由于 Cu_xS 钉扎晶界和降低了晶粒长大扩散率,导致了 0.010 2%S 试样出现了“细晶偏聚”和“岛状晶粒”现象,最终引起晶粒尺寸偏小且非均匀分布。总的来说,0.010 2%S 试样的磁感要优于 0.001 9%S 试样,但 0.010 2%S 试样的铁损要劣于 0.001 9%S 试样。两者铁损中的涡流损耗差值基本恒定,但磁滞损耗的差值会随着退火温度的升高而出现增大,这是造成 0.010 2%S 试样铁损偏高的主导因素。

关键词: 无取向硅钢; 硫含量; 退火温度; 夹杂物; 析出物; 显微组织; 晶体结构; 电磁性能

中图分类号: TF76 **文献标志码:** A **文章编号:** 1004-7638(2020)03-0143-07

DOI: 10.7531/j.issn.1004-7638.2020.03.025

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 Sulfur Element on Microstructure and Magnetic Properties of the Finished Non-oriented Silicon Steel Sheets

Zhang Feng

(Central Institute, Baoshan Iron & Steel Co., Ltd., Shanghai 201900, China)

Abstract: Based on the industrial manufactured 0.25%Si non-oriented silicon steel sheets, the effect of sulfur concentration on microstructure and magnetic properties of the finished steel sheets was discussed, in order to find out the mechanism of sulfur element acting in non-oriented silicon steel sheets. The results show that when the sulfur concentration increases from 0.001 9% to 0.010 2%, there is a significant change of the morphology, size and number of the sulfides. The morphology of sulfide will change from cap-sular to ellipsoidal and then to spherical, and thus its type will change from the single MnS to the complex of MnS and Cu_xS, and then to single Cu_xS, respectively. The Cu_xS particles can pin the grain boundary and reduce the diffusion rate of grain growth effectively. Thus, fine grain segregation and island grain growth appear, which results in the heterogeneous distribution of fine grains. In a word, the magnetic induction of 0.010 2%S sample is superior to the 0.001 9%S sample, but the iron loss of which is inferior to the 0.001 9%S sample. Both of the difference value of eddy loss can keep steady, but the difference value of hysteresis loss will increase with the increasing of annealing temperature. This is the main factor causing the increase of total iron loss for 0.010 2%S sample.

Key words: non-oriented silicon steel sheets, sulfur concentration, annealing temperature, inclusion, precipitation, microstructure, crystal texture, magnetic property

收稿日期: 2019-10-31

基金资助: 国家自然科学基金资助项目(A16EC17604)。

作者简介: 张 峰(1976—)男,河南正阳人,博士,高级工程师,主要从事硅钢产品一贯制工艺技术管理和新工艺、新产品技术开发, E-mail: zhangfengbaosteel@163.com。

0 引言

通常,对于无取向硅钢而言,希望钢中的硫含量越低越好。一般要求将其限制在 60×10^{-6} 或以下,实际上会控制在 40×10^{-6} ,甚至是 20×10^{-6} 左右^[1]。为了获得较低的硫含量,往往借助一种或多种脱硫手段^[2-3],或者采用钙、稀土处理等措施对硫化物变性^[4-5],旨在减少硫元素和硫化物对钢电磁性能的危害。这导致钢的制造成本和生产难度大大增加。当钙、稀土处理不当时,还会产生多种钢质缺陷,劣化钢的电磁性能^[6-7]。这也是部分生产厂家没有采用钙、稀土处理的原因之一。Oda 等人^[8]研究了 2.7%Si 硅钢,发现硫含量降低到 4×10^{-6} 时,试样表面更容易吸氮和生成 AlN,能有效钉扎晶界和抑制晶粒长大,对钢的电磁性能非常不利。Yashiki 等人^[9]研究了 0.5%Si 硅钢,指出当硫含量低于 10×10^{-6} 时, MnSiN_2 对晶粒长大的抑制效果最强,而当硫含量增加到 170×10^{-6} 时,则以 MnS 对晶粒长大的抑制为主。Liu 等人^[10]报道了,在超低碳钢中加入适量的锡,可以抑制 MnS 析出并促进 Cu_xS 析出,同时可以减少晶界处的硫化物数量。由此可见,钢的成分和生产工艺不同,硫化物在尺寸、形貌和数量等方面差异显著,最终影响了钢的微观组织和电磁性能。因此,为了弄清楚硫元素在不同钢种之间的作用机理,笔者结合工业化生产的 0.25%Si 硅钢,探讨了硫元素对钢的显微组织和电磁性能的影响。

1 试验方法

结合工业化生产的 0.25%Si 硅钢进行试验。两

炉试验用钢(分别简称 1[#]和 2[#])的主成分 Si、Mn、Al 含量设计相同、实绩相当,硫含量分别为 0.001 9%和 0.010 2%,C、O、N、Ti 等有害元素含量均在 10×10^{-6} 之内。RH 精炼脱碳结束之后,先采用 Al 元素对钢液进行预脱氧,再采用 Si 元素对钢液进行终脱氧和调整 Si 成分。连铸坯切割之后热送热装。热轧温度制度为 1 180 °C 均热×60 min 保温。经过热轧之后的钢卷不进行常化处理,直接冷轧至目标厚度 0.50 mm。最后,按照试验设计要求进行连续退火、试样剪切和磁性测量。其中,连续退火炉内气氛为 30% H_2 + 70% N_2 。试验结束之后,取有代表性的成品钢试样,借助非水溶液电解提取+SEM/TEM 设备,观察试样的夹杂物形貌和尺寸,借助设备自带的 EDS 能谱装置,确定夹杂物的组成和种类,利用图像分析软件统计夹杂物的尺寸和数量分布。其中,非水溶液电解提取夹杂物的试样溶解量在 0.1 g 以上,过滤夹杂物用的滤膜孔径为 50 nm。每个试样连续观测和拍摄 50 个视场,观测面积约为 $4.0 \times 10^{-3} \text{ mm}^2$ 。借助光学显微镜观察试样的微观组织,观察面为垂直于试样轧制方向的横截面。试样的晶粒尺寸测量采用截线法。试样的电磁性能测试采用爱泼斯坦方圈法,16 片试样纵横各半,测量点分别为铁损 $P_{15/50}$ 和磁感 B_{50} 。

2 数据分析与讨论

2.1 硫含量对钢的夹杂物的影响

采用 SEM 设备在 $\times 1\,000$ 、 $\times 5\,000$ 、 $\times 10\,000$ 倍率下,观察 1[#]、2[#] 试样有代表性的视场,夹杂物的形貌和尺寸分布如图 1 所示。

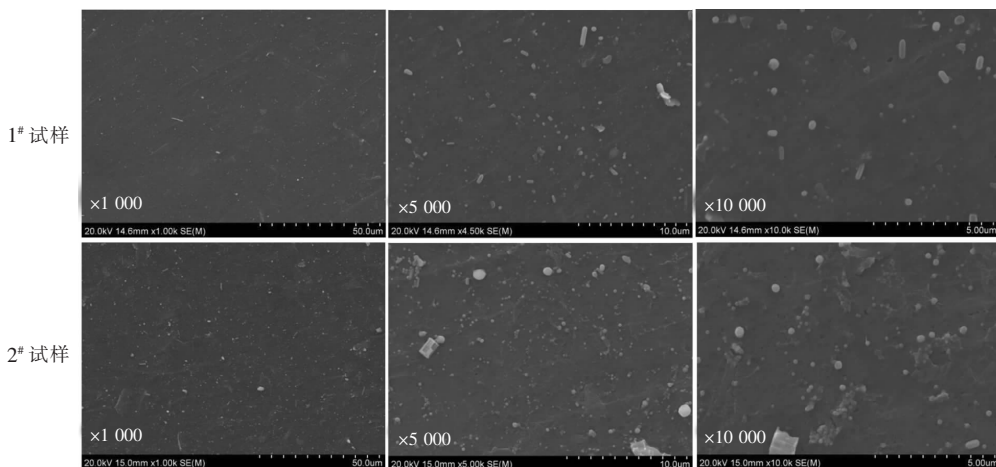


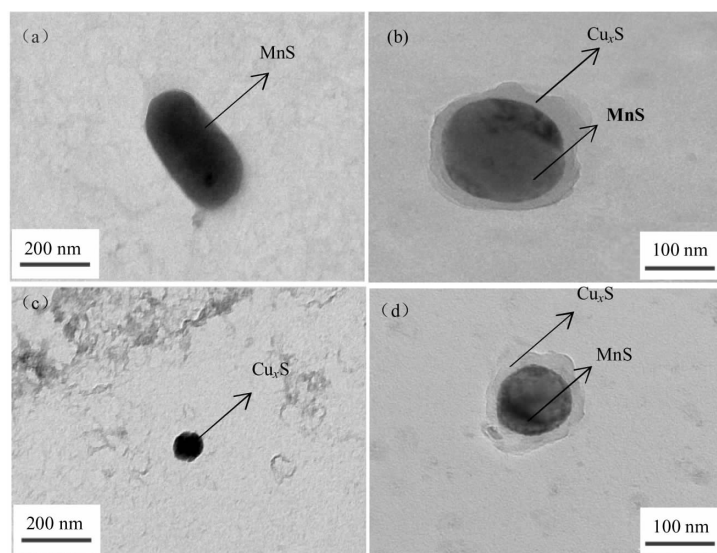
图 1 成品试样中的夹杂物分布情况

Fig.1 Distribution of inclusions of the finished steel samples under different sulfur concentrations

可以看出,不同的观察倍率下,1[#]试样的夹杂物数量明显要少于2[#]试样。1[#]试样的夹杂物尺寸主要分布在0~1.0 μm ,且以0.2~0.5 μm 和0.5~0.8 μm 为主。其中,0.2~0.5 μm 的夹杂物形貌呈“椭球形”,0.5~0.8 μm 的夹杂物形貌呈“胶囊形”。2[#]试样的夹杂物尺寸也主要分布在0~1.0 μm ,以0~0.2 μm 和0.2~0.5 μm 为主。其中,0~0.2 μm 的夹杂物形貌呈“类球形”,0.2~0.5 μm 的夹杂物形貌呈“椭球形”。此外,0.2~0.5 μm 的夹杂物尺寸,总体要略小于同等条件下的1[#]试样。

进一步,采用TEM设备对1[#]、2[#]试样的典型夹杂物进行观察,借助设备自带的EDS装置确定夹杂物的组成,其形貌、尺寸和组成如图2所示。结果表明,1[#]试样中呈“胶囊形”的夹杂物是单个的MnS。因为1[#]试样的硫含量较低,MnS的析出温度也较低,在钢液凝固末期就会析出。同时,由于连铸冷速较慢,MnS的析出动力学条件好,故能大量析出MnS,经过热轧轧制之后会变形拉长^[11]。呈“椭球形”的夹杂物,主要是复合的MnS + Cu_xS。其中,MnS是核心、外包Cu_xS。由于1[#]试样的硫含量为

0.001 9%,热轧期间硫化物的固溶量少、析出时机推迟,因此析出的MnS数量少、尺寸大,在粗轧和精轧过程中,仍有机会进一步变形长大,其长短轴之比约为1.25。在后续的热轧轧制过程中,Cu_xS以MnS为核心复合析出^[12]。2[#]试样中呈“椭球形”的夹杂物,也主要是复合的MnS + Cu_xS。同样,复合的MnS和Cu_xS以MnS为核心、外包Cu_xS。2[#]试样的硫含量为0.010 2%,热轧期间硫化物的固溶量多、析出时机早,先期析出的MnS数量多、尺寸小,在粗轧和精轧过程中不容易变形,长短轴之比约为1.05。在后续的热轧轧制过程中,Cu_xS以MnS为核心复合析出。呈“类球形”的夹杂物主要是单个的Cu_xS^[13]。这是因为,随着热轧钢卷温度不断降低,试样中[Cu][S]浓度积逐渐增加并最终超出平衡浓度,会自发析出单个的Cu_xS,这部分Cu_xS没有经过轧制变形,基本呈“类球形”出现,而尺寸则明显变小。这与Yashiki等人报道的结果,低温阶段的夹杂物以MnSiN₂为主不尽相同^[9]。原因是,该文献没有提及最终退火气氛,并且试验所用钢中O、N含量普遍偏高。



(a)1[#]试样,胶囊状;(b)1[#]试样,椭球状;(c)2[#]试样,类球状;(d)2[#]试样,椭球状

图2 成品试样的硫化物形貌和组成

Fig.2 Microstructure and component of sulfide of the finished steel samples under different sulfur concentrations

借助图像分析软件,统计了1[#]、2[#]试样中0~1.0 μm 夹杂物的数量及尺寸分布,结果如图3所示。由图3可知,1[#]试样“胶囊形”的单个MnS和“椭球形”的复合MnS + Cu_xS,平均尺寸分别为0.71 μm 和0.36 μm ;2[#]试样“椭球形”的复合MnS + Cu_xS和

“类球形”的单个Cu_xS,平均尺寸分别为0.28 μm 和0.07 μm 。这说明,随着硫含量的上升,热轧轧制过程中硫化物的析出时机延长,硫化物的形貌依次表现为“胶囊形”→“椭球形”→“类球形”,尺寸不断变小,数量不断增加。其中,0~1.0 μm 2[#]试样的硫

化物总量约为1[#]试样的2.1倍。两者的主要差异是在0~0.2 μm 2[#]试样的单个Cu_xS数量要远多于1[#]试样,前者几乎为后者的6.1倍;在0.2~0.5 μm 2[#]试样的复合MnS + Cu_xS数量只是略多于1[#]试样,前者为后者的1.3倍;在0.5~0.8 μm 2[#]试样的单个MnS数量则要低于1[#]试样,前者为后者的0.5倍;0.8~1.0 μm 1[#]试样、2[#]试样的夹杂物为多元复合,数量很少,基本相当。

2.2 硫含量对钢显微组织的影响

经过750℃和900℃最终退火后,1[#]、2[#]试样的显微组织变化如图4所示。可以看出,经过750℃退火后,1[#]试样的等轴晶粒形状规则,尺寸相对均匀。

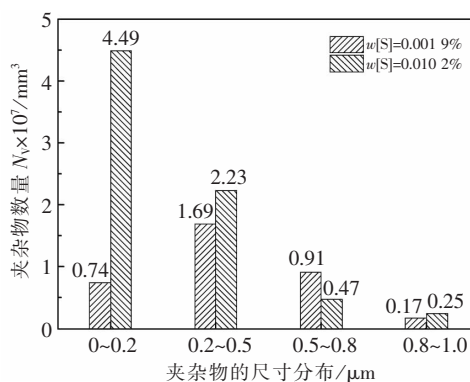


图3 成品试样中夹杂物数量和尺寸的关系
Fig.3 Relation between size and number of inclusions of the finished steel samples under different sulfur concentrations

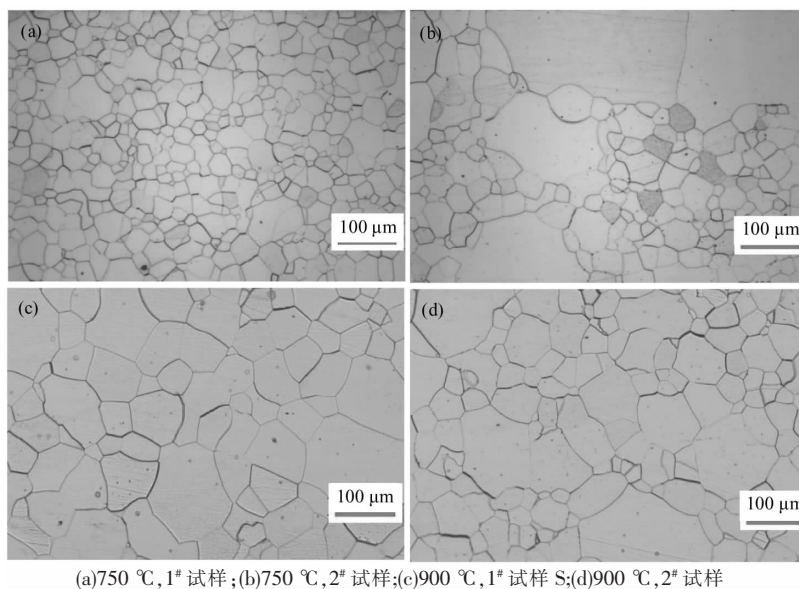


图4 连退温度对成品试样晶粒尺寸的影响
Fig.4 Effects of continuous annealing temperature on grain size of the finished steel sheets under different sulfur concentrations

因为退火温度偏低,晶粒尺寸普遍偏小。2[#]试样的晶粒形状不规则,尺寸波动大,主要是未能充分成长的“细晶偏聚”和异常长大的“岛状晶粒”。这是因为,1[#]试样是亚晶粒的长大加剧了形核,而2[#]试样是硫化物析出、粗化加剧了形核。当硫化物析出和应力诱发晶界迁移相互作用时,首次形核后产生的畸形晶粒开始长大时,马上会被其它晶粒边界所吞噬。然后,再继续长大时,因为晶界的压力更高,又满足再形核的要求,所以,再形核和长大方向高度各向异性的结果,导致了形貌不规则的再结晶晶粒产生。同时,晶界处的硫化物析出、富集时,间距太

小不会发生再形核,由此产生了畸形的“岛状晶粒”。另一方面,假定其单位体积内的原子数为 N_v ,则发生再结晶时的临界形核率 n_v 可以表示为^[14]:

$$n_v = N_v \exp(-\Delta G/kT) \quad (1)$$

式中, ΔG 为形核壁垒, k 为常数, T 为退火温度。2[#]试样中,百纳米级的夹杂物数量远多于1[#]试样,在低温退火时产生的钉扎力,要明显大于晶界迁移所需的驱动力。与此同时,发生再结晶时的回复度会降低,即 $-\Delta G$ 降低,则形核率大大增加。根据JMAK经典理论,热处理退火过程中,最终的晶粒尺寸大小 d 主要取决于形核率和晶粒生长速度^[15]。即:

$$d = k(g_v/n_v)^{1/4} \quad (2)$$

式中 g_v 为再结晶激活能, n_v 为形核率。同时, 再结晶晶粒的长大速度 v 由晶界扩散率 M 和晶粒长大驱动力 P 决定^[16]。即:

$$v = M \times P \quad (3)$$

则在相同的退火温度条件下, 驱动力 P 保持不变, 晶粒的长大速度只取决于晶粒长大的扩散率 M 。根据 Cahn 理论, 晶粒长大的扩散率 M 可以表示为^[17]:

$$M = \left(\frac{1}{M_{\text{pure}}} + \alpha_m C_s \right)^{-1} \quad (4)$$

其中,

$$M_{\text{pure}} = \frac{A}{T} \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (5)$$

$$\alpha_m = \frac{\delta N_v (k_b T)^2}{E_b D_x} \left[\sinh\left(\frac{E_b}{k_b T}\right) - \frac{E_b}{k_b T} \right] \quad (6)$$

式中 M 为考虑硫存在时的晶界扩散率, M_{pure} 为不考虑硫存在时的晶界扩散率, C_s 为试样中硫的百分含量, E_b 为硫元素与晶界的结合能, D_x 为硫在晶界处的扩散系数, δ 为晶界宽度, k_b 为玻尔兹曼常数, A 为常数, Q 为扩散活化能。可以看出, 随着硫含量 C_s 的增加, 晶界扩散所需的活化能 Q 开始增加, 由此导致了 M_{pure} 和 M 的降低。2[#] 试样的硫含量远高

于 1[#] 试样, 相同的退火温度下, 其晶界扩散率 M 的降低会直接导致晶粒尺寸变小。当退火温度升高到 900 °C 时, 晶粒长大的驱动力得以明显提高, 晶界受力均匀, 基本上可以实现等速扩散, 晶粒开始匀速长大。之前的“岛状晶粒”转化成形态规则的等轴晶粒, 尺寸相对均匀, 而前期未能充分长大的“细晶偏聚”虽然也有所长大但仍显偏小, 需要进一步提高退火温度以改善其晶界扩散率。

图 5 显示经过 900 °C 最终退火后, 1[#]、2[#] 试样的晶粒尺寸分布情况。其中, 1[#] 试样平均晶粒尺寸为 73 μm, 主要集中在 26~150 μm, 并以 51~75 μm 居多。2[#] 试样平均晶粒尺寸为 41 μm, 主要集中在 0~100 μm, 并以 26~50 μm 居多。可以看出, 2[#] 试样平均晶粒尺寸还是要小于 1[#] 试样, 并且整体向小尺寸方向偏移分布。1[#] 试样晶粒尺寸相对分布均匀, 除少量晶粒分布在 0~25、151~300 μm, 其余的大多数分布在 26~150 μm, 占到了总数的 87.4%; 2[#] 试样晶粒尺寸分布差异较大, 显微组织中表现出粗细不均, 除少量晶粒分布在 101~300 μm, 其余的 93.6% 的晶粒分布在 0~100 μm, 其中 26~50 μm 就占到了 38.4%。

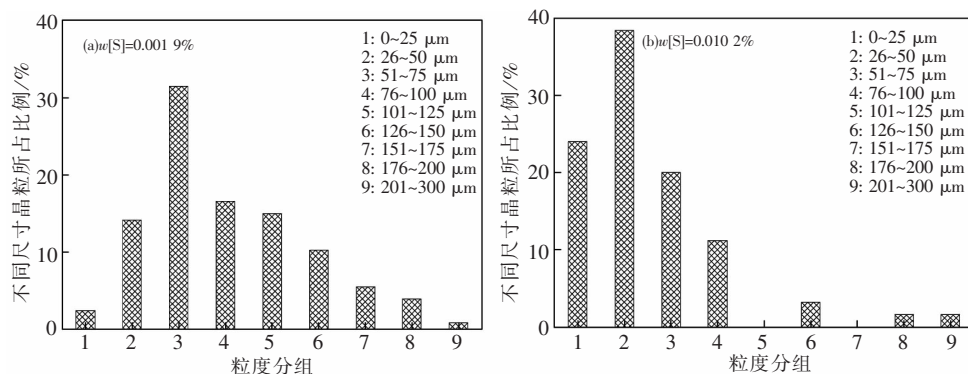


图5 成品试样中的晶粒尺寸分布情况

Fig.5 Distribution of grain size of the finished steel sheets under different sulfur concentrations

2.3 硫含量对钢电磁性能的影响

测试了不同退火温度下 1[#]、2[#] 试样的铁损、磁感变化, 作于图 6。图 6 中, 各退火温度下, 1[#] 试样的铁损都要优于 2[#] 试样, 但 1[#] 试样的磁感却要劣于 2[#] 试样。主要表现为, 随着退火温度的升高, 1[#] 试样的磁感迅速降低, 并在 850 °C 及以上保持稳定, 磁感从最高 1.758 T 降低到了 1.749 T, 下降幅度为 0.009 T; 2[#] 试样的磁感也有所降低, 从最高 1.765 T 下降到了 1.762 T, 下降幅度为 0.003 T。由此, 导致了两者之

间的磁感差值, 从最初的 0.007 T 扩大到 0.013 T。这主要是因为, 1[#] 试样是亚晶粒的长大加剧了形核, 晶界受力均匀, 储能高, 而高储能的取向晶粒会优先发生再结晶形核, 其取向储能顺序依次为 $\{110\} > \{111\} > \{112\} > \{100\}$ 。由于工业化生产时, 钢中的 $\{100\}$ 和 $\{110\}$ 取向晶粒并不多, 而 $\{111\}$ 和 $\{112\}$ 晶粒取向具有长大优势, 会择优形核、长大并成为再结晶组织的主要发源地^[18], 最终导致 1[#] 试样的磁感出现较大劣化。

另一方面,随着退火温度的升高,1[#]、2[#]试样的铁损都呈快速下降趋势,但1[#]试样的铁损下降速度似乎更快,尤其是在700℃→750℃。而后,两者的铁损下降速度几乎相同,并在850℃以后开始减弱。最终,两者之间的铁损差值从最初的0.63 W/kg扩大到0.88 W/kg。由此推断,在低温退火阶段,2[#]试样的晶粒长大速度要低于1[#]试样,这是由于2[#]试样所需克服晶界迁移的驱动力较大引起的。随着退火温度的升高,2[#]试样的晶粒长大速度逐渐增加。相

应的,两者的铁损下降速度和下降幅度几乎相同。这是因为在1.5 T的磁场强度下,铁损的降低是由晶粒尺寸、织构参数TP和涡流损耗三者共同决定的。随着退火温度的继续升高,达到850℃及之后,随着晶粒尺寸的不断长大,晶界迁移率和晶粒长大速度均变慢,相应的,铁损的下降速度和下降幅度也逐渐变缓。同时,由于在各个退火温度下,2[#]试样的平均晶粒尺寸要小于1[#]试样,因此,其铁损控制效果也要劣于1[#]试样。

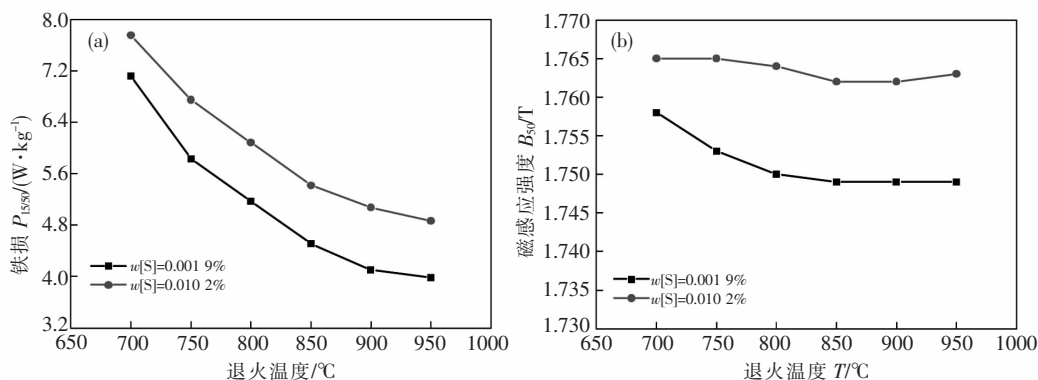


图6 退火温度对成品试样电磁性能的影响

Fig.6 Effect of annealing temperature on magnetic properties of the finished steel samples

为了深入研究1[#]、2[#]试样的铁损差异所在,分别测试了两者铁损 $P_{15/50}$ 的涡流损耗 P_e 和磁滞损耗 P_h ,计算了两者在各退火温度下的 $P_{15/50}$ 、 P_e 、 P_h 差值,作于图7。可以看出,在各退火温度下,1[#]、2[#]试样的涡流损耗 P_e 差值稳定,平均约为0.38 W/kg。1[#]试样的涡流损耗 P_e 要高于2[#]试样,是因为其夹杂物数量少,平均晶粒尺寸大所致。这间接的说明了,对于不同含硫量的试样而言,两者的涡流损耗 P_e 差值,主要取决于晶界的扩散率而不是退火温度。此外,两者的磁滞损耗 P_h 差值变化规律与总损耗 $P_{15/50}$ 的变化规律基本一致。如前所述,在700℃→750℃,1[#]试样的铁损下降速度明显要快于2[#]试样,主要是其晶界的扩散率远大于2[#]试样,晶粒尺寸的快速长大,造成磁滞损耗 P_h 大幅降低。随着退火温度的升高,两者之间的晶界扩散率都有所降低,但其晶粒尺寸差异越来越大,由此导致了两者之间的磁滞损耗 P_h 差值越来越大。而造成磁滞损耗 P_h 增加的根本原因是,2[#]试样中与畴壁厚度相近的百纳米级夹杂物^[19],主要是“类球形”的单个 Cu_xS ,有效的钉扎了退火过程中的晶界扩散和晶粒长大,晶粒尺寸偏低导致了磁滞损耗 P_h 增加,而磁滞损耗 P_h 增加直接对总损耗 $P_{15/50}$

的劣化起到了主导作用。

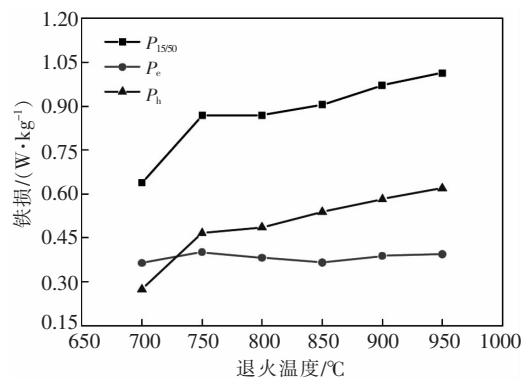


图7 退火温度对铁损分离的影响

Fig.7 Effect of annealing temperature on iron loss deviations of the finished steel samples

3 结论

结合工业化生产的0.25%Si硅钢,探讨了硫元素对钢的显微组织和电磁性能的影响,得出以下结论:

1) 钢中的硫含量从0.001 9%增加至0.010 2%时,硫化物形貌依次表现为“胶囊形”→“椭球形”→“类球形”,组成依次演变为“单个的 MnS ”→“复合的

$\text{MnS} + \text{Cu}_x\text{S} \rightarrow \text{“单个的 Cu}_x\text{S”}$ 。相应地, 硫化物平均尺寸不断减小, 最终主要集中在 $0 \sim 0.2 \mu\text{m}$, 数量级可以达到 $\times 10^7$ 级别。

2) 受 Cu_xS 钉扎晶界和降低晶粒长大扩散率的影响, 0.010 2% S 试样经过低温退火之后, 出现了“细晶偏聚”和“岛状晶粒”现象, 最终导致了晶粒尺寸偏小且非均匀分布。最终退火温度的升高, 可以促进晶粒尺寸长

大, 改善晶粒尺寸分布, 但无法完全消除这种差异。

3) 随着退火温度的升高, 0.001 9% S 试样的铁损快速降低, 磁感也快速降低; 0.010 2% S 试样的铁损快速降低, 磁感基本保持稳定。不同的退火温度下, 两者之间的涡流损耗差值保持恒定, 但磁滞损耗差值会随着退火温度的升高而增大, 这是引起总铁损劣化的主导因素。

参考文献

- [1] Yan Zhiwei, Zhang Xia, Hou Dongtao *et al.* Analysis on behavior of carbon and sulfur of silicon steel in RH process [J]. Steel Making, 2013, 29(4): 44–48.
(闫志伟, 张霞, 侯东涛, 等. 硅钢 RH 处理过程碳和硫行为分析 [J]. 炼钢, 2013, 29(4): 44–48.)
- [2] Wu Ming, Li Yingjiang. Study on non-oriented silicon steel desulphurizing technology of 120 t BOF [J]. Iron & Steel, 2011, 46(2): 30–34.
(吴明, 李应江. 120 t 转炉冶炼无取向硅钢脱硫技术研究 [J]. 钢铁, 2011, 46(2): 30–34.)
- [3] Zhang Zouhua, Lü Jiping, Guan Pingping *et al.* Process practice of desulfurization in silicon steel produced by the KR-BOF-RH-CC [J]. Iron Steel Vanadium Titanium, 2015, 36(4): 124–127.
(张邹华, 吕继平, 官平平, 等. KR-BOF-RH-CC 流程冶炼硅钢的脱硫实践 [J]. 钢铁钒钛, 2015, 36(4): 124–127.)
- [4] Zhang F, Li G Q, Wang B *et al.* Effects of calcium treatment on magnetic properties of high efficient non-oriented silicon steel sheets [C] // AIST 2011, USA, 2011: Vol. II 651–660.
- [5] Hou C K, Liao C C. Effect of cerium content on the magnetic properties of non-oriented electrical steels [J]. ISIJ International, 2008, 48(4): 531–539.
- [6] Zhang F, Ma C S, Wang B *et al.* Control of non-metallic inclusions of non-oriented silicon steel sheets by RE treatment [J]. Baosteel Technical Research, 2011, 15(2): 14–18.
- [7] Kruosaki Y, Shiozaki M, Higashine K *et al.* Effect of oxide shape on magnetic properties of semi processed non oriented electrical steel sheets [J]. ISIJ International, 1999, 39(6): 607–613.
- [8] Oda Y, Tanaka Y, Yamagami N *et al.* Ultra-low sulfur non-oriented electrical steel sheets for highly efficient motors: NKB-CORE [J]. NKK Technical Review, 2002, 87: 12–18.
- [9] Yashiki H, Kaneko T. Effects of Mn and S on the grain growth and texture in cold rolled 0.5% Si steel [J]. ISIJ International, 1990, 30(4): 325–330.
- [10] Liu Z Z, Kuwabara M, Satake R *et al.* Effect of Sn on microstructure and sulfide precipitation in ultra low carbon steel [J]. ISIJ International, 2009, 49(7): 1087–1093.
- [11] Yang Chengwei, Lü Naibing, Zhuo Xiaojun *et al.* Study of MnS precipitation on Ti–Al complex de-oxidation inclusions [J]. Iron & Steel, 2010, 45(11): 32–36.
(杨成威, 吕迺冰, 卓晓军, 等. MnS 在 Ti–Al 复合脱氧氧化物上的析出研究 [J]. 钢铁, 2010, 45(11): 32–36.)
- [12] Jenkins K, Lindenm M. Precipitates in electrical steels [J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2008, 320: 2423–2429.
- [13] Lü Xuejun, Zhang Feng, Wang Bo *et al.* Effect of inclusion on magnetic properties of non-oriented silicon steel [J]. Special Steel, 2012, 33(4): 22–25.
(吕学钧, 张峰, 王波, 等. 夹杂物对无取向硅钢磁性能的影响 [J]. 特殊钢, 2012, 33(4): 22–25.)
- [14] Doherty R D, Hughes D A, Humphreys F J *et al.* Current issues in recrystallization: a review [J]. Materials Science and Engineering A, 1997, 238: 219–274.
- [15] Davies C H J. Growth of nuclei in a cellular automaton simulation of re-crystallization [J]. Scripta Materialia, 1997, 36: 35–40.
- [16] Reis A C C, Bracke L, Petrov R *et al.* Grain refinement and texture change in interstitial free steels after severe rolling and ultra-short annealing [J]. ISIJ International, 2003, 43(8): 1260–1267.
- [17] Furumai K, Wang X, Zurob H *et al.* Evaluating the effect of the competition between NbC precipitation and grain size evolution on the hot ductility of Nb containing steels [J]. ISIJ International, 2019, 59(6): 1064–1071.
- [18] Zhao Hu, Kang Yonglin, Liu Guangming *et al.* Texture in extra-low carbon bake hardened steel [J]. Journal of Iron and Steel Research, 2007, 19(11): 47–50, 59.
(赵虎, 康永林, 刘光明, 等. 超低碳烘烤硬化钢板的织构 [J]. 钢铁研究学报, 2007, 19(11): 47–50, 59.)
- [19] Fan Yongfei, Yu Hao, Sun Jing *et al.* Study on precipitation and transition mechanisms from the magnetic properties of silicon steel during annealing [J]. International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, 2014, 21(4): 379–387.