



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108659584 A

(43)申请公布日 2018.10.16

(21)申请号 201810434083.3

C09D 7/61(2018.01)

(22)申请日 2018.05.08

C09D 7/65(2018.01)

(71)申请人 全球能源互联网研究院有限公司

地址 102209 北京市昌平区未来科技城滨河大道18号

申请人 国家电网公司

(72)发明人 程灵 杨富尧 韩钰 马光 高洁

吴雪 刘洋 何承绪 陈保安

樊超 聂京凯 陈新

(74)专利代理机构 北京三聚阳光知识产权代理

有限公司 11250

代理人 闫聪彦

(51)Int.Cl.

C09D 1/00(2006.01)

C09D 5/25(2006.01)

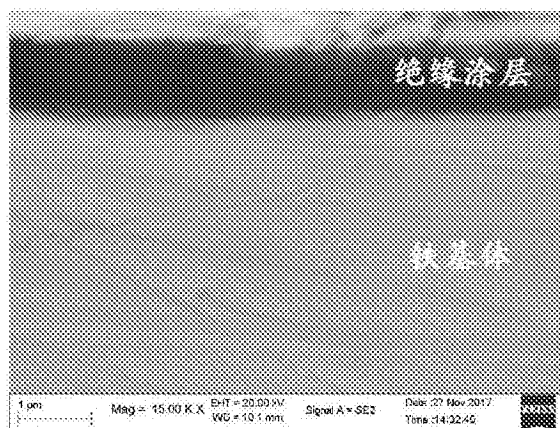
权利要求书2页 说明书11页 附图1页

(54)发明名称

一种超薄硅钢表面绝缘涂层及其制备方法

(57)摘要

本发明属于涂料组合物技术领域,具体涉及一种硅钢表面绝缘涂层及其制备方法。本发明提供的绝缘涂层,其原料组成包括磷酸二氢镁65~85份、绝缘无机纳米粒子0.1~1.5份、硅溶胶2~15份、硼酸2~4份和去离子水1~32.9份。上述各组分间的协同作用所形成的涂层对超薄硅钢的裸钢片表面具有优异的附着性能,同时保证了绝缘性能。本发明提供的绝缘涂层,其原料组成还包括0.01~5重量份的有机树脂,有机树脂的加入不仅能提高超薄硅钢表面涂层的附着性,而且还可抵抗后续的高温烧结,使得具有该涂层的超薄硅钢可适于制备饱和电抗器的卷铁芯,以满足高压阳极饱和电抗器的强振动、高温升等复杂运行工况。



1. 一种绝缘涂层,其特征在于,其原料组成按重量份计,包括,磷酸二氢镁65~85份、绝缘无机纳米粒子0.1~1.5份、硅溶胶2~20份、硼酸2~4份、去离子水1~32.9份。
2. 根据权利要求1所述的绝缘涂层,其特征在于,还包括,有机树脂0.01~5份。
3. 根据权利要求1或2所述的绝缘涂层,其特征在于,还包括,分散剂0.02~0.2份、消泡剂0.02~0.1份。
4. 根据权利要求1-3任一项所述的绝缘涂层,其特征在于,其原料组成按重量份计,包括磷酸二氢镁70~80份、绝缘无机纳米粒子0.5~1.2份、硼酸2.5~3.5份、有机树脂0.01~4份、硅溶胶3~12份、分散剂0.05~0.15份、消泡剂0.05~0.08份、去离子水1~32.9份。
5. 根据权利要求1-4任一项所述的绝缘涂层,其特征在于,所述磷酸二氢镁为磷酸和氧化镁在去离子水中的反应产物。
6. 根据权利要求5所述的绝缘涂层,其特征在于,所述磷酸和所述氧化镁的初始浓度分别为20~30wt%和5~15wt%。
7. 根据权利要求1-6任一项所述的绝缘涂层,其特征在于,所述绝缘无机纳米粒子为氮化钛;和/或所述有机树脂为硅树脂、环氧树脂、氟碳酸酯、聚酰亚胺、丙烯酸树脂中的一种或多种;和/或所述硅溶胶为碱性钠型硅溶胶;和/或所述分散剂包括硬脂酸镁、聚乙二醇、氧化聚乙烯蜡、三硬脂酸甘油酯中的一种或多种;所述消泡剂包括改性聚硅氧烷、聚醚改性有机硅、二甲基硅氧烷、磷酸三丁酯中的一种或多种;所述氮化钛为非胶状固体,其粒径为10~20nm;所述碱性钠型硅溶胶在25℃下的粘度为3~5mPa·s,其中二氧化硅的粒径为3~10nm。
8. 一种制备权利要求1-7任一项所述的绝缘涂层的方法,其特征在于,包括如下步骤:将各原料组分混合,得到涂液;将所述涂液涂覆在基体表面,干燥,无氧高温处理。
9. 根据权利要求8所述的绝缘涂层的制备方法,其特征在于,所述混合包括如下步骤:向去离子水中依次加入硅溶胶、磷酸二氢镁、硼酸、绝缘无机纳米粒子;或向去离子水中依次加入硅溶胶、磷酸二氢镁、硼酸、绝缘无机纳米粒子、有机树脂;或向去离子水中依次加入硅溶胶、磷酸二氢镁、硼酸、绝缘无机纳米粒子、分散剂、消泡剂;或向去离子水中依次加入硅溶胶、磷酸二氢镁、硼酸、绝缘无机纳米粒子、有机树脂、分散剂、消泡剂。
10. 根据权利要求9所述的绝缘涂层的制备方法,其特征在于,每完成向去离子水中添加一种组分后,静置20~30min;待涂液配制完成后静置1.5~2h。
11. 根据权利要求8-10任一项所述的绝缘涂层的制备方法,其特征在于,所述涂液的涂覆量为0.3g/m²~1g/m²,优选为0.55~0.98g/m²。
12. 根据权利要求8-11任一项所述的绝缘涂层的制备方法,其特征在于,所述干燥的温

度不超过150℃。

13. 根据权利要求8-12任一项所述的绝缘涂层的制备方法,其特征在于,所述无氧高温处理的温度为400~750℃、时间为10~30s。

14. 根据权利要求8-13任一项所述的绝缘涂层的制备方法,其特征在于,所述无氧高温处理是在氮气气氛下完成的,所述氮气气氛中含有体积分数为0~20%的还原性气体。

15. 根据权利要求14所述的绝缘涂层的制备方法,其特征在于,所述还原性气体为氢气。

16. 根据权利要求8-15任一项所述的绝缘涂层的制备方法,其特征在于,所述基体为硅钢,在所述硅钢完成再结晶退火后48小时内进行所述涂覆步骤。

17. 一种硅钢,其特征在于,具有权利要求1-7任一项所述的绝缘涂层或权利要求8-16任一项所述的制备方法制得绝缘涂层。

一种超薄硅钢表面绝缘涂层及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于涂料组合物技术领域,具体涉及一种硅钢表面绝缘涂层及其制备方法。

背景技术

[0002] 换流阀是直流输电工程的核心设备,其通过依次将三相交流电压连接到直流端以得到期望的直流电压,并实现对功率的控制。换流阀中设置有晶闸管和饱和电抗器,其中,晶闸管是决定换流阀流通能力的关键组件,而饱和电抗器是一种无功补偿装置,能够抑制阀内因元件导通而突然上升的电流,并平缓线路中故障引起的浪涌电流,从而避免烧毁晶闸管元件,起到保护晶闸管的作用。饱和电抗器中的关键元器件是卷铁芯。

[0003] 由于用于高压直流输电换流器装置中的阳极饱和电抗器对承受浪涌电流能力和局放等都有更高的要求,因此其所采用的卷铁芯是由厚度为0.05mm~0.10mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片制备而成。与普通的取向硅钢不同,该超薄硅钢表面无玻璃膜,为裸钢面,这就使得用于阳极饱和电抗器的超薄硅钢表面的绝缘涂层应具有以下性质:极薄的厚度(低于1 μ m)、超高的附着性(B级以上)和较好的绝缘性(表面绝缘电阻 $>10\Omega\cdot\text{cm}^2/\text{片}$)、耐750 $^{\circ}\text{C}$ 高温退火,如此才能适应高压阳极饱和电抗器的强振动、高温升等复杂运行工况。再加之,欧盟成员国已于2006年强制实施RoHS《电子设备中限制使用某些有害物质指令》,对六价铬 Cr^{6+} 等有害物质的使用进行了限制,所以理想的绝缘涂层还应该环保无铬。

[0004] 目前,应用于取向硅钢表面的绝缘涂层的厚度在2~3 μm 范围内,若将其直接涂覆于超薄硅钢表面,会导致超薄硅钢的叠装系数较低,不利于卷铁芯的制备。除此之外,现有的取向硅钢绝缘涂层都是针对具有玻璃膜的硅钢所研发的,这样的涂层在超薄硅钢的裸钢片表面的附着力较差,造成由超薄硅钢制得的卷铁芯无法满足阳极饱和电抗器的强振动复杂工况。鉴于此,设计开发一种可适用于生产卷铁芯的超薄硅钢表面绝缘涂层,对于本领域技术人员而言依然是一个亟待解决的技术难题。

发明内容

[0005] 本发明所解决的技术问题是现有的取向硅钢表面绝缘涂层较厚、且对无玻璃膜的超薄硅钢表面附着力差的缺陷,进而提供一种厚度为0.7~1 μm 、附着性高、绝缘电阻大、可耐高温退火、适配于无玻璃膜的超薄硅钢表面绝缘涂层及其制备方法。

[0006] 本发明的上述目的是通过以下技术方案实现的:

[0007] 一种绝缘涂层,其原料组成按重量份计,包括,

[0008] 磷酸二氢镁65~85份、绝缘无机纳米粒子0.1~1.5份、硅溶胶2~15份、硼酸2~4份、去离子水1~32.9份。

[0009] 还包括,有机树脂0.01~5份。

[0010] 还包括,分散剂0.02~0.2份、消泡剂0.02~0.1份。

[0011] 其原料组成按重量份计,包括磷酸二氢镁70~80份、绝缘无机纳米粒子0.5~1.2

份、硼酸2.5~3.5份、有机树脂0.01~4份、硅溶胶3~12份、分散剂0.05~0.15份、消泡剂0.05~0.08份、去离子水1~32.9份。

[0012] 所述磷酸二氢镁为磷酸和氧化镁在去离子水中的反应产物。

[0013] 所述磷酸和所述氧化镁的初始浓度分别为20~30wt%和5~15wt%。

[0014] 所述绝缘无机纳米粒子为氮化钛；和/或

[0015] 所述有机树脂为硅树脂、环氧树脂、氟碳酸酯、聚酰亚胺、丙烯酸树脂中的一种或多种；和/或

[0016] 所述硅溶胶为碱性钠型硅溶胶；和/或

[0017] 所述分散剂包括硬脂酸镁、聚乙二醇、氧化聚乙烯蜡、三硬脂酸甘油酯中的一种或多种；

[0018] 所述消泡剂包括改性聚硅氧烷、聚醚改性有机硅、二甲基硅氧烷、磷酸三丁酯中的一种或多种；

[0019] 所述氮化钛为非胶状固体，其粒径为10~20nm；

[0020] 所述碱性钠型硅溶胶在25℃下的粘度为3~5mPa·s，其中二氧化硅的粒径为3~10nm。

[0021] 一种制备所述绝缘涂层的方法，包括如下步骤：

[0022] 将各原料组分混合，得到涂液；将所述涂液涂覆在基体表面，干燥，

[0023] 无氧高温处理。

[0024] 所述混合包括如下步骤：

[0025] 向去离子水中依次加入硅溶胶、磷酸二氢镁、硼酸、绝缘无机纳米粒子；或

[0026] 向去离子水中依次加入硅溶胶、磷酸二氢镁、硼酸、绝缘无机纳米粒子、有机树脂；或

[0027] 向去离子水中依次加入硅溶胶、磷酸二氢镁、硼酸、绝缘无机纳米粒子、分散剂、消泡剂；或

[0028] 向去离子水中依次加入硅溶胶、磷酸二氢镁、硼酸、绝缘无机纳米粒子、有机树脂、分散剂、消泡剂。

[0029] 每完成向去离子水中添加一种组分后，静置20~30min；待涂液配制完成后静置1.5~2h。

[0030] 所述涂液的涂覆量为0.3g/m²~1g/m²，优选为0.55~0.98g/m²。

[0031] 所述干燥的温度不超过150℃。

[0032] 所述无氧高温处理的温度为400~750℃、时间为10~30s。

[0033] 所述无氧高温处理是在氮气气氛下完成的，所述氮气气氛中含有体积分数为0~20%的还原性气体。

[0034] 所述还原性气体为氢气。

[0035] 所述基体为硅钢，在所述硅钢完成再结晶退火后48小时内进行所述涂覆步骤。

[0036] 一种硅钢，具有所述的绝缘涂层或所述的制备方法制得绝缘涂层。

[0037] 本发明的技术方案具有以下有益效果：

[0038] 1. 本发明提供的绝缘涂层，其原料组成包括磷酸二氢镁65~85份、绝缘无机纳米粒子0.1~1.5份、硅溶胶2~20份、硼酸2~4份和去离子水1~32.9份。上述各组分间的协同

作用所形成的涂层对超薄硅钢的裸钢片表面具有优异的附着性能,可达B级,同时保证了绝缘性能。

[0039] 其中,磷酸二氢镁作为涂层的无机材料,具有附着性良好、绝缘电阻大、耐高温的特点,由于0.05~0.10mm超薄硅钢表面不存在传统取向硅钢所具有的玻璃膜底层,因此若仍采用磷酸二氢铝作为无机部分,将无法实现涂层与Fe基体之间的紧密结合;采用硼酸代替工业铬酸酐,发挥改进涂液浸润性、耐腐蚀性、提高涂层稳定性和外观质量的作用,并且还避免了六价铬在制备及硅钢带材服役寿命结束后回收过程中可能带来的环境污染问题;硅溶胶使得涂层在固化烧结后能够产生一定的张应力,当涂层应用于超薄硅钢时,能够降低超薄硅钢的铁损;绝缘无机纳米粒子的加入不仅可提高涂层的耐高温特性,还可增大超薄涂层的绝缘电阻,有效弥补因未添加铬化合物而导致涂层耐热性下降的不足。

[0040] 2.本发明提供的绝缘涂层,其原料组成还包括0.01~5重量份的有机树脂,有机树脂的加入不仅能提高超薄硅钢表面涂层的附着性,而且还可抵抗后续的高温烧结。但有机树脂的含量不宜太高,否则超薄硅钢在去应力退火后涂层附着性及表面电阻值均会明显下降。优选碱性钠型硅溶胶,其粒径为3~10nm,25℃下的粘度为3~5mPa·s,该硅溶胶具有较强的粘结力,由于其膨胀系数小于基体Fe带材,固化烧结后可产生一定大小的张应力,进而可降低超薄硅钢的铁损。通过进一步添加0.02~0.2重量份的分散剂和0.02~0.1重量份的消泡剂,能够进一步提高涂液的分散性和均一性,从而杜绝超薄硅钢表面涂层出现露晶、气泡等影响涂层绝缘电阻及外观质量的缺陷。

[0041] 3.本发明提供的绝缘涂层能够与取向硅钢的裸钢表面牢固结合,并能耐750℃高温退火,使得具有该涂层的超薄硅钢可适于制备饱和电抗器的卷铁芯,以满足高压阳极饱和电抗器的强振动、高温升等复杂运行工况。

[0042] 4.本发明提供的绝缘涂层的制备方法,通过将各原料组分混合得到涂液,再将涂液涂覆在基体表面,干燥,无氧高温处理即得。本发明限定涂液的涂覆量为 $0.3\text{g}/\text{m}^2\sim 1\text{g}/\text{m}^2$,这样得到的涂层厚度在 $0.7\mu\text{m}\sim 1\mu\text{m}$ 之间,叠装系数大于0.960。当涂覆量低于 $0.3\text{g}/\text{m}^2$ 时,涂层太薄,钢带表面容易露晶,成为卷铁芯服役过程中的局部热点;涂覆量高于 $1\text{g}/\text{m}^2$ 时,涂层太厚,导致超薄硅钢的叠装系数下降,难以满足后续阳极饱和电抗器卷铁芯的设计要求。

[0043] 此外,由于基体表面氧化膜的厚度会对涂层附着性产生不利影响,因此对于超薄硅钢而言,涂覆涂液应在超薄硅钢完成再结晶退火后48小时内进行。

[0044] 5.本发明提供的绝缘涂层的制备方法,限定烧结的温度为400~750℃,若烧结温度低于400℃,涂液难以有效成膜,而烧结温度高于750℃时,会造成有机树脂提升附着性的效果明显下降,因此对于烧结温度的选取应考虑涂液中有有机树脂的含量,不含或含量较低时可适当提高烧结温度并缩短烧结时间。

[0045] 此外,在无氧烧结过程中,可在氮气保护气氛中混合体积比不高于20%的还原气氛,以进一步提升超薄硅钢表面涂层的洁净度;当然,若采用纯氮气保护,烧结后的涂层仍可满足性能要求。

附图说明

[0046] 为了更清楚地说明本发明具体实施方式中的技术方案,下面将对具体实施方式描述中所需要使用的附图作简单地介绍。

[0047] 图1为实施例1中超薄硅钢涂层的侧面微观形貌；

[0048] 图2为实施例1中超薄硅钢涂层的表面微观形貌。

具体实施方式

[0049] 下面将结合附图对本发明的技术方案进行清楚、完整地描述，显然，所描述的实施例是本发明一部分实施例，而不是全部的实施例。此外，下面所描述的本发明不同实施方式中所涉及的技术特征只要彼此之间未构成冲突就可以相互结合。

[0050] 实施例1

[0051] 本实施例提供了一种绝缘涂层，其原料组成为：磷酸二氢镁75g、氮化钛1.2g、硼酸3g、硅溶胶10g、硬脂酸镁0.12g、改性聚硅氧烷0.06g、硅树脂3g、去离子水7.62g。其中，磷酸二氢镁是由初始浓度为23wt%的磷酸和8wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0052] 本实施例的绝缘涂层是通过以下方法制得的，将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀，静置30min，然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氮化钛、硅树脂、硬脂酸镁、改性聚硅氧烷，各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌，以确保涂液混合均匀，悬浮颗粒弥散分布，每加入一种组分后均静置30min，加入消泡剂搅拌均匀后静置2小时，得到涂液。

[0053] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上，该超薄硅钢不设置玻璃薄膜，绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下：

[0054] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上，并在低于150℃的温度下烘干，然后在氮气气氛中于750℃高温处理20s。

[0055] 本实施例中，涂液的涂覆量为0.98g/m²。

[0056] 实施例2

[0057] 本实施例提供了一种绝缘涂层，其原料组成为：磷酸二氢镁70g、氮化钛0.8g、硼酸2g、硅溶胶12g、AFCONA-4530 0.12g、二甲基硅氧烷0.06g、成膜树脂3g、去离子水12.02g。其中，磷酸二氢镁是由初始浓度为20wt%的磷酸和5wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0058] 本实施例的绝缘涂层是通过以下方法制得的，将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀，静置30min，然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氮化钛、成膜树脂、分散剂、消泡剂，各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌，以确保涂液混合均匀，悬浮颗粒弥散分布，每加入一种组分后均静置30min，加入消泡剂搅拌均匀后静置2小时，得到涂液。

[0059] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上，该超薄硅钢不设置玻璃薄膜，绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下：

[0060] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上，并在低于150℃的温度下烘干，然后在氮气气氛中于650℃高温处理20s。

[0061] 本实施例中，涂液的涂覆量为0.75g/m²。

[0062] 实施例3

[0063] 本实施例提供了一种绝缘涂层，其原料组成为磷酸二氢镁78g、氮化钛0.5g、硼酸2.2g、硅溶胶5g、氧化聚乙烯蜡0.09g、AFCONA-2592 0.06g、成膜树脂2.5g、去离子水11.65g。其中，磷酸二氢镁是由初始浓度为30wt%的磷酸和15wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0064] 本实施例的绝缘涂层是通过以下方法制得的，将去离子水与硅溶胶搅拌混合均

匀,静置30min,然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氯化钛、成膜树脂、分散剂、消泡剂,各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌,以确保涂液混合均匀,悬浮颗粒弥散分布,每加入一种组分后均静置30min,加入消泡剂搅拌均匀后静置2小时,得到涂液。

[0065] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上,该超薄硅钢不设置玻璃薄膜,绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下:

[0066] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上,并在低于150℃的温度下烘干,然后在氮气气氛中于500℃高温处理30s。

[0067] 本实施例中,涂液的涂覆量为0.67g/m²。

[0068] 实施例4

[0069] 本实施例提供了一种绝缘涂层,其原料组成为磷酸二氢镁73g、氯化钛0.5g、硼酸2.8g、硅溶胶11g、BYK-803 0.09g、BYK-3760 0.06g、成膜树脂2.5g、去离子水10.05g。其中,磷酸二氢镁是由初始浓度为26wt%的磷酸和12wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0070] 本实施例的绝缘涂层是通过以下方法制得的,将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀,静置30min,然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氯化钛、成膜树脂、分散剂、消泡剂,各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌,以确保涂液混合均匀,悬浮颗粒弥散分布,每加入一种组分后均静置30min,加入消泡剂搅拌均匀后静置2小时,得到涂液。

[0071] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上,该超薄硅钢不设置玻璃薄膜,绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下:

[0072] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上,并在低于150℃的温度下烘干,然后在氮气气氛中于400℃高温处理30s。

[0073] 本实施例中,涂液的涂覆量为0.86g/m²。

[0074] 实施例5

[0075] 本实施例提供了一种绝缘涂层,其原料组成为磷酸二氢镁72g、氯化钛1.1g、硼酸3.2g、硅溶胶10g、聚乙二醇0.15g、AFCONA-2720 0.1g、成膜树脂4g、去离子水9.49g。其中,磷酸二氢镁是由初始浓度为22wt%的磷酸和11wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0076] 本实施例的绝缘涂层是通过以下方法制得的,将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀,静置30min,然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氯化钛、成膜树脂、分散剂、消泡剂,各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌,以确保涂液混合均匀,悬浮颗粒弥散分布,每加入一种组分后均静置30min,加入消泡剂搅拌均匀后静置2小时,得到涂液。

[0077] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上,该超薄硅钢不设置玻璃薄膜,绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下:

[0078] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上,并在低于150℃的温度下烘干,然后在氮气气氛中于750℃高温处理10s。

[0079] 本实施例中,涂液的涂覆量为0.92g/m²。

[0080] 实施例6

[0081] 本实施例提供了一种绝缘涂层,其原料组成为磷酸二氢镁79g、氯化钛0.9g、硼酸2.9g、硅溶胶6g、AFCONA-6226 0.15g、磷酸三丁酯0.06g、成膜树脂4g、去离子水6.99g。其中,磷酸二氢镁是由初始浓度为28wt%的磷酸和质量分数为10%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0082] 本实施例的绝缘涂层是通过以下方法制得的,将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀,静置30min,然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氯化钛、成膜树脂、分散剂、消泡剂,各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌,以确保涂液混合均匀,悬浮颗粒弥散分布,每加入一种组分后均静置30min,加入消泡剂搅拌均匀后静置2小时,得到涂液。

[0083] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上,该超薄硅钢不设置玻璃薄膜,绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下:

[0084] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上,并在低于150℃的温度下烘干,然后在氮气气氛中于750℃高温处理20s。

[0085] 本实施例中,涂液的涂覆量为0.85g/m²。

[0086] 实施例7

[0087] 本实施例提供了一种绝缘涂层,其原料组成为磷酸二氢镁76g、氯化钛0.7g、硼酸2.5g、硅溶胶9g、三硬脂酸甘油酯0.2g、改性聚硅氧烷0.1g、成膜树脂1.5g、去离子水10.17g。其中,磷酸二氢镁是由初始浓度为25wt%的磷酸和8wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0088] 本实施例的绝缘涂层是通过以下方法制得的,将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀,静置30min,然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氯化钛、成膜树脂、分散剂、消泡剂,各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌,以确保涂液混合均匀,悬浮颗粒弥散分布,每加入一种组分后均静置30min,加入消泡剂搅拌均匀后静置2小时,得到涂液。

[0089] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上,该超薄硅钢不设置玻璃薄膜,绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下:

[0090] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上,并在低于150℃的温度下烘干,然后在氮气气氛中于750℃高温处理20s。

[0091] 本实施例中,涂液的涂覆量为0.55g/m²。

[0092] 实施例8

[0093] 本实施例提供了一种绝缘涂层,其原料组成为磷酸二氢镁80g、氯化钛1g、硼酸3.5g、硅溶胶3g、聚乙二醇0.07g、二甲基硅氧烷0.06g、成膜树脂1.5g、去离子水10.87g。其中,磷酸二氢镁是由初始浓度为28wt%的磷酸和13wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0094] 本实施例的绝缘涂层是通过以下方法制得的,将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀,静置30min,然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氯化钛、成膜树脂、分散剂、消泡剂,各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌,以确保涂液混合均匀,悬浮颗粒弥散分布,每加入一种组分后均静置30min,加入消泡剂搅拌均匀后静置2小时,得到涂液。

[0095] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上,该超薄硅钢不设置玻璃薄膜,绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下:

[0096] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上,并在低于150℃的温度下烘干,然后在氮气气氛中于550℃高温处理20s。

[0097] 本实施例中,涂液的涂覆量为0.45g/m²。

[0098] 实施例9

[0099] 本实施例提供了一种绝缘涂层,其原料组成为磷酸二氢镁74g、氯化钛0.5g、硼酸2.2g、硅溶胶7g、硬脂酸镁0.05g、改性聚硅氧烷0.06g、去离子水16.19g。其中,磷酸二氢镁

是由初始浓度为21wt%的磷酸和11wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0100] 本实施例的绝缘涂层是通过以下方法制得的,将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀,静置30min,然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氯化钛、分散剂、消泡剂,各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌,以确保涂液混合均匀,悬浮颗粒弥散分布,每加入一种组分后均静置30min,加入消泡剂搅拌均匀后静置2小时,得到涂液。

[0101] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上,该超薄硅钢不设置玻璃薄膜,绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下:

[0102] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上,并在低于150℃的温度下烘干,然后在氮气气氛中于750℃高温处理20s。

[0103] 本实施例中,涂液的涂覆量为0.68g/m²。

[0104] 实施例10

[0105] 本实施例提供了一种绝缘涂层,其原料组成为磷酸二氢镁71g、氯化钛1.2g、硼酸3.1g、硅溶胶11g、氧化聚乙烯蜡0.05g、聚醚改性有机硅0.06g、去离子水13.59g。其中,磷酸二氢镁是由初始浓度为26wt%的磷酸和14wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0106] 本实施例的绝缘涂层是通过以下方法制得的,将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀,静置30min,然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氯化钛、分散剂、消泡剂,各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌,以确保涂液混合均匀,悬浮颗粒弥散分布,每加入一种组分后均静置30min,加入消泡剂搅拌均匀后静置2小时,得到涂液。

[0107] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上,该超薄硅钢不设置玻璃薄膜,绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下:

[0108] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上,并在低于150℃的温度下烘干,然后在氮气气氛中于400℃高温处理20s。

[0109] 本实施例中,涂液的涂覆量为0.75g/m²。

[0110] 实施例11

[0111] 本实施例提供了一种绝缘涂层,其原料组成为磷酸二氢镁65g、氯化锆0.3g、硼酸4g、硅溶胶2g、去离子水23.48g。其中,磷酸二氢镁是由初始浓度为26wt%的磷酸和13wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0112] 本实施例的绝缘涂层是通过以下方法制得的,将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀,静置30min,然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氯化锆,各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌,以确保涂液混合均匀,悬浮颗粒弥散分布,每加入一种组分后均静置30min,搅拌均匀后静置2小时,得到涂液。

[0113] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上,该超薄硅钢不设置玻璃薄膜,绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下:

[0114] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上,并在低于150℃的温度下烘干,然后在氮气气氛中于750℃高温处理20s。

[0115] 本实施例中,涂液的涂覆量为0.3g/m²。

[0116] 实施例12

[0117] 本实施例提供了一种绝缘涂层,其原料组成为磷酸二氢镁85g、氯化钛0.1g、硼酸2g、硅溶胶2g、成膜树脂5g、去离子水5.75g。其中,磷酸二氢镁是由初始浓度为30wt%的磷

酸和10wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0118] 本实施例的绝缘涂层是通过以下方法制得的,将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀,静置30min,然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氯化钛、成膜树脂,各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌,以确保涂液混合均匀,悬浮颗粒弥散分布,每加入一种组分后均静置30min,搅拌均匀后静置2小时,得到涂液。

[0119] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上,该超薄硅钢不设置玻璃薄膜,绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下:

[0120] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上,并在低于150℃的温度下烘干,然后在氮气气氛中于750℃高温处理20s。

[0121] 本实施例中,涂液的涂覆量为1g/m²。

[0122] 实施例13

[0123] 本实施例提供了一种绝缘涂层,其原料组成为磷酸二氢镁78g、氯化钛0.5g、硼酸2.2g、硅溶胶20g、硬脂酸镁0.02g、二甲基硅氧烷0.02g、成膜树脂2.5g。其中,磷酸二氢镁是由初始浓度为20wt%的磷酸和100wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0124] 本实施例的绝缘涂层是通过以下方法制得的,将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀,静置30min,然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氯化钛、成膜树脂、分散剂、消泡剂,各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌,以确保涂液混合均匀,悬浮颗粒弥散分布,每加入一种组分后均静置30min,加入消泡剂搅拌均匀后静置2小时,得到涂液。

[0125] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上,该超薄硅钢不设置玻璃薄膜,绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下:

[0126] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上,并在低于150℃的温度下烘干,然后在氮气气氛中于600℃高温处理20s。

[0127] 本实施例中,涂液的涂覆量为0.67g/m²。

[0128] 对比例1

[0129] 本对比例提供了一种绝缘涂层,其原料组成为磷酸二氢镁75g、氯化钛1.2g、硼酸3g、硅溶胶10g、硬脂酸镁0.12g、改性聚硅氧烷0.06g、硅树脂3g、去离子水7.62g。其中,磷酸二氢镁是由初始浓度为20wt%的磷酸和10wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0130] 本对比例的绝缘涂层是通过以下方法制得的,将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀,静置30min,然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氯化钛、成膜树脂、分散剂、消泡剂,各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌,以确保涂液混合均匀,悬浮颗粒弥散分布,每加入一种组分后均静置30min,加入消泡剂搅拌均匀后静置2小时,得到涂液。

[0131] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上,该超薄硅钢不设置玻璃薄膜,绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下:

[0132] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上,并在低于150℃的温度下烘干,然后在氮气气氛中于750℃高温处理20s。

[0133] 本对比例中,涂液的涂覆量为1.31g/m²。

[0134] 对比例2

[0135] 本对比例提供了一种绝缘涂层,其原料组成为磷酸二氢镁75g、氯化钛1.2g、硼酸3g、硅溶胶10g、硬脂酸镁0.12g、改性聚硅氧烷0.06g、硅树脂3g、去离子水7.62g。其中,磷酸

二氢镁是由初始浓度为20wt%的磷酸和10wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0136] 本对比例的绝缘涂层是通过以下方法制得的,将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀,静置30min,然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氯化钛、成膜树脂、分散剂、消泡剂,各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌,以确保涂液混合均匀,悬浮颗粒弥散分布,每加入一种组分后均静置30min,加入消泡剂搅拌均匀后静置2小时,得到涂液。

[0137] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上,该超薄硅钢不设置玻璃薄膜,绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下:

[0138] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上,并在低于150℃的温度下烘干,然后在氮气气氛中于750℃高温处理20s。

[0139] 本对比例中,涂液的涂覆量为0.28g/m²。

[0140] 对比例3

[0141] 本对比例提供了一种绝缘涂层,其原料组成为磷酸二氢镁70g、硼酸2g、硅溶胶12g、硬脂酸镁0.12g、改性聚硅氧烷0.06g、硅树脂3g、去离子水12.82g。其中,磷酸二氢镁是由初始浓度为22wt%的磷酸和10wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0142] 本对比例的绝缘涂层是通过以下方法制得的,将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀,静置30min,然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氯化钛、成膜树脂、分散剂、消泡剂,各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌,以确保涂液混合均匀,悬浮颗粒弥散分布,每加入一种组分后均静置30min,加入消泡剂搅拌均匀后静置2小时,得到涂液。

[0143] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上,该超薄硅钢不设置玻璃薄膜,绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下:

[0144] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上,并在低于150℃的温度下烘干,然后在氮气气氛中于750℃高温处理20s。

[0145] 本对比例中,涂液的涂覆量为0.75g/m²。

[0146] 对比例4

[0147] 本对比例提供了一种绝缘涂层,其原料组成为磷酸二氢镁73g、氯化钛0.5g、硼酸2.8g、硅溶胶11g、硬脂酸镁0.09g、改性聚硅氧烷0.06g、硅树脂8g、去离子水4.55g。其中,磷酸二氢镁是由初始浓度为30wt%的磷酸和15wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0148] 本对比例的绝缘涂层是通过以下方法制得的,将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀,静置30min,然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氯化钛、成膜树脂、分散剂、消泡剂,各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌,以确保涂液混合均匀,悬浮颗粒弥散分布,每加入一种组分后均静置30min,加入消泡剂搅拌均匀后静置2小时,得到涂液。

[0149] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上,该超薄硅钢不设置玻璃薄膜,绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下:

[0150] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上,并在低于150℃的温度下烘干,然后在氮气气氛中于750℃高温处理20s。

[0151] 本对比例中,涂液的涂覆量为0.86g/m²。

[0152] 对比例5

[0153] 本对比例提供了一种绝缘涂层,其原料组成为磷酸二氢镁55g、氯化钛1.1g、硼酸3.2g、硅溶胶10g、硬脂酸镁0.15g、改性聚硅氧烷0.06g、硅树脂4g、去离子水26.49g。其中,

磷酸二氢镁是由初始浓度为20wt%的磷酸和5wt%的氧化镁在去离子水中反应得到。

[0154] 本对比例的绝缘涂层是通过以下方法制得的,将去离子水与硅溶胶搅拌混合均匀,静置30min,然后依次加入磷酸二氢镁、硼酸、氯化钛、成膜树脂、分散剂、消泡剂,各组分添加过程均采用自动搅拌机充分搅拌,以确保涂液混合均匀,悬浮颗粒弥散分布,每加入一种组分后均静置30min,加入消泡剂搅拌均匀后静置2小时,得到涂液。

[0155] 将绝缘涂层涂覆在厚度为0.08mm的高导磁超薄取向冷轧硅钢片上,该超薄硅钢不设置玻璃薄膜,绝缘涂层涂覆在裸钢片上。具体操作步骤如下:

[0156] 将上述涂液采用刻槽橡胶辊涂覆在该超薄硅钢片上,并在低于150℃的温度下烘干,然后在氮气气氛中于750℃高温处理20s。

[0157] 本对比例中,涂液的涂覆量为0.92g/m²。

[0158] 按照国标GB/T 2522-2007《电工钢片(带)表面绝缘电阻、涂层附着性测试方法》测试个实施例和对比例所得超薄硅钢表面绝缘电阻及涂层附着性,其中附着性由好至差分为A、B、C、D级。按照GB/T 20831-2007《电工钢片(带)层间绝缘涂层温度特性测试方法》评价涂层的耐热性,用√表示耐热性良好,用○表示耐热性一般,用×表示耐热性差。采用蔡司电子扫描电镜在放大1.5万倍视场下,分别观察试样的侧面及表面,可以从侧面看到涂层的厚度,误差为±0.1μm。观察超薄硅钢表面涂层是否存在漏晶、气泡、夹杂物等缺陷,用☆表示外观良好,用□表示外观一般,用△表示外观差。

[0159] 表1超薄硅钢表面涂层各项性能比较

[0160]

编号	表面绝缘电阻(Ω·cm ² /片)	涂层附着性	涂层耐热性	涂层厚度(μm)	外观质量
1	12.84	A	√	0.9	☆
2	16.68	A	√	0.7	☆
3	10.63	A	√	0.7	☆
4	14.78	A	√	0.8	☆
5	23.54	A	√	0.9	☆
6	12.47	A	√	0.8	☆
7	14.06	A	√	0.7	☆
8	24.15	A	√	0.7	□
9	18.22	B	√	0.8	☆
10	16.43	B	√	0.8	☆

[0161]		11	12.38	B	√	0.7	□
		12	15.51	A	√	0.9	□
		13	23.54	B	√	0.7	□
	对比例	1	77.82	B	√	1.5	□
		2	3.82	A	√	0.4	△
		3	5.67	A	√	0.8	□
		4	12.31	A	×	0.8	☆
		5	7.21	C	○	0.9	☆

[0162] 表1总结了各实施例和对比例所得绝缘涂层的性能测试结果,可以看出,对比例1所用涂覆量过大,导致涂层厚度较厚,进而使得涂层附着性和表面质量下降;而对比例2所用涂覆量过小,导致表面出现漏晶(即指硅钢表面无法被涂层完全覆盖而直接暴露在空气中);对比例3所得涂层的表面绝缘电阻低于 $10 \Omega \cdot \text{cm}^2/\text{片}$;对比例4的耐热性差,导致去应力退火后绝缘电阻值下降明显,这可能是由于涂层中成膜树脂含量过高造成的;对比例5的绝缘电阻值和附着性均无法满足制备卷铁芯的要求,这可能是由于磷酸二氢镁的含量过低,导致涂层与硅钢片表面无法良好紧密贴合。

[0163] 显然,上述实施例仅仅是为清楚地说明所作的举例,而并非对实施方式的限定。对于所属领域的普通技术人员来说,在上述说明的基础上还可以做出其它不同形式的变化或变动。这里无需也无法对所有的实施方式予以穷举。据此引伸出的显而易见变化或变动仍处于本发明的保护范围之内。

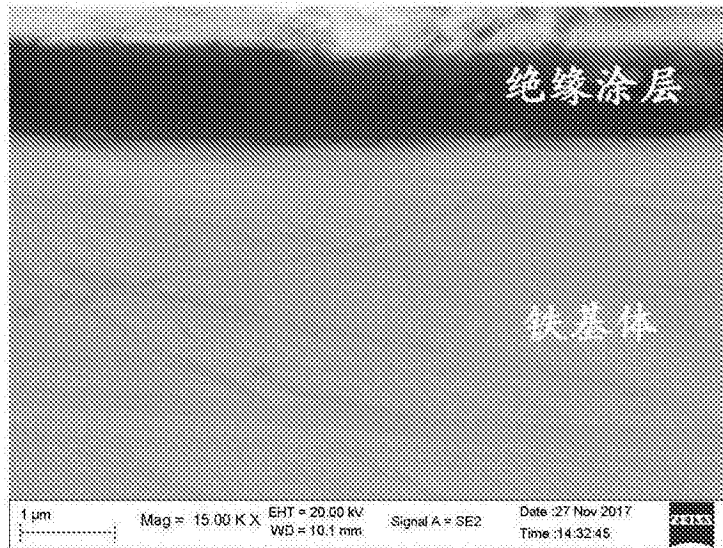


图1

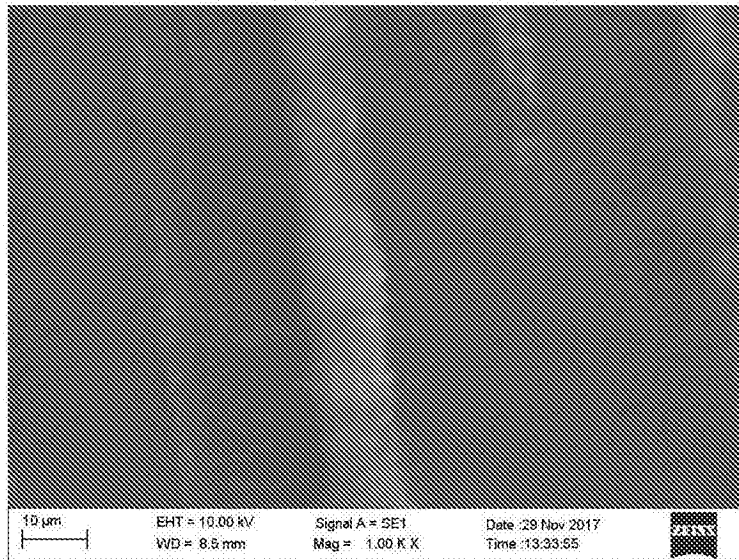


图2