

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



# [12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200410099080.7

[51] Int. Cl.

*C22C 38/02 (2006.01)*

*C22C 33/04 (2006.01)*

*B21B 1/00 (2006.01)*

*C23C 8/24 (2006.01)*

*C21D 1/26 (2006.01)*

*C21D 7/13 (2006.01)*

[45] 授权公告日 2008年4月16日

[11] 授权公告号 CN 100381598C

[51] Int. Cl. (续)

*C21D 9/46 (2006.01)*

[22] 申请日 2004.12.27

[21] 申请号 200410099080.7

[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果园

[72] 发明人 张丕军 刘献东 陈晓 孙焕德  
李国保

[56] 参考文献

CN1228817A 1999.9.15

CN1414119A 2003.4.30

CN2471440Y 2002.1.16

CN1035853A 1989.9.27

审查员 张华山

[74] 专利代理机构 北京市金杜律师事务所

代理人 楼仙英

权利要求书 2 页 说明书 12 页

[54] 发明名称

一种取向硅钢及其生产方法和装置

[57] 摘要

一种取向硅钢及其生产方法和装置，其组分(重量百分比)为：C 0.035 ~ 0.060%、Si 2.5 ~ 3.5%、Mn 0.08 ~ 1.8%、S 0.005 ~ 0.010%、Al 0.015 ~ 0.035%、N 0.0050 ~ 0.0090%、Sn 0.01 ~ 0.15%、P 0.010 ~ 0.030%、Cu 0.05 ~ 0.12%、余 Fe。其生产方法包括：a. 冶炼；b. 热轧，铸坯加热到 1100 ~ 1200℃，开轧温度小于 1200℃，终轧温度 850℃ 以上，卷取温度 650℃ 以下；c. 常化，热轧板进行 1050 ~ 1180℃ (1 ~ 20 秒) 和 850 ~ 950℃ (30 ~ 200 秒) 的常化退火，并快速冷却；d. 冷轧，用一次或带中间退火的二次以上冷轧方法轧到成品板厚度；e. 渗氮、脱碳，涂布以 MgO 为主要成分的高温退火隔离剂；高温退火及热平整退火。

1.一种取向硅钢，其组分的重量百分比为：

C 0.035~0.060%

Si 2.5~3.5%

Mn 0.08~1.8%

S 0.005~0.010%

Als 0.015~0.035%

N 0.0050~0.0090%

Sn 0.01~0.15%

P 0.010~0.030%

Cu 0.05~0.12%

其余为Fe及不可避免的夹杂物；

所述取向硅钢，由如下方法制造：

a.冶炼，用转炉或电炉炼钢，钢水经二次精炼和连铸后，获得铸坯；

b.热轧，铸坯加热到1100~1200℃，开轧温度小于1200℃，终轧温度850℃以上，卷取温度650℃以下；

c.常化处理，热轧板进行1050~1180℃下1~20秒，和850~950℃下30~200秒的常化退火，并进行快速冷却，冷却速度大于25℃ / s；

d.冷轧，用一次或带中间退火的二次以上冷轧方法轧到成品板厚度，其最终压下率必须超过80%；

e.渗氮、脱碳，对轧到成品厚度的钢板进行渗氮处理和脱碳退火，涂布以MgO为主要成分的高温退火隔离剂；

f.高温退火及热平整退火，按常规的高温退火及热平整工艺进行。

2.一种取向硅钢的生产方法，包括如下步骤，

a.冶炼，用转炉或电炉炼钢，钢水经二次精炼和连铸后，获得铸坯；

b.热轧，铸坯加热到1100~1200℃，开轧温度小于1200℃，终轧温度850℃以上，卷取温度650℃以下；

c.常化处理，热轧板进行1050~1180℃下1~20秒，和850~950℃下30~200秒的常化退火，并进行快速冷却，冷却速度大于25℃ / s；

d.冷轧，用一次或带中间退火的二次以上冷轧方法轧到成品板厚度，

其最终压下率必须超过80%；

e.渗氮、脱碳，对轧到成品厚度的钢板进行渗氮处理和脱碳退火，涂布以MgO为主要成分的高温退火隔离剂；

f.高温退火及热平整退火，按常规的高温退火及热平整工艺进行。

3.如权利要求2所述的取向硅钢的生产方法，其特征是，所述的渗氮工艺包括，

加热段露点：-20℃以下；

渗氮温度：750~900℃；

渗氮时间：5~50秒；

渗氮介质：NH<sub>3</sub>，要求使用干NH<sub>3</sub>，露点在-20℃以下；

保护气氛：H<sub>2</sub>与N<sub>2</sub>混合气体，H<sub>2</sub>含量：20~75%，气氛露点-20℃以下，NH<sub>3</sub>浓度：0.1~15%；

渗氮量：50~200ppm。

4.如权利要求2所述的取向硅钢的生产方法，其特征是，先对钢板渗氮再进行脱碳。

5.一种复合功能退火炉，其炉体包括加热段、渗氮段、脱碳段和还原段，其特征是，所述的加热段、渗氮段、脱碳段和还原段之间设置三个气氛隔离装置。

6.如权利要求5所述的复合功能退火炉，其特征是，所述的气氛隔离装置为隔板结构。

7.如权利要求5所述的复合功能退火炉，其特征是，所述的加热段为辐射管加热或电磁感应加热。

8.如权利要求5所述的复合功能退火炉，其特征是，所述的渗氮段、脱碳段和还原段采用电加热方式。

## 一种取向硅钢及其生产方法和装置

### 技术领域

本发明涉及一种取向硅钢及其生产方法，其特点是通过钢板渗氮（Nitriding）获得二次再结晶所需的抑制剂，最终高温退火时形成完善的Goss组织，并形成表面玻璃质薄膜，得到与传统取向硅钢形态相同的取向硅钢成品。

### 背景技术

传统上取向硅钢（Grain oriented silicon steel）的生产方法如下：

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]（0.01~0.10%）、Mn（0.03~0.1%）、S（0.012~0.050%）、Als（0.01~0.05%）、N（30~120ppm），有的成分体系还含有Cu、Mo、Sb、Cr、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1400℃左右的温度，并进行30分钟以上的保温，使夹杂物充分固溶，以便在随后的热轧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（或不常化）后，进行酸洗，除去表面氧化铁皮；用一次冷轧或包括中间退火的两次以上冷轧方法轧到成品厚度，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、Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>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。

传统取向硅钢的显著特点有：

（1）抑制剂从炼钢开始就形成，在其后的各工序，抑制剂都发挥作用，必须对它进行控制与调整；

（2）板坯高温加热，加热温度高达1420℃，为传统加热炉的极限水平，轧线温降的控制也是现有热轧技术的极限；

(3) 生产工艺技术的关键是控制各阶段钢板的组织、织构，以及抑制剂的行为；

(4) 由于高温加热，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，成本高。

高温取向硅钢生产技术经过半个多世纪的发展，已经非常成熟，为电力电子工业的发展做出了贡献，生产出了顶级的取向硅钢产品，但由于其生产工艺复杂、技术含量高、企业间的技术封锁严重及产品的专用性和总需求量较小等原因，掌握该项技术的钢铁制造商较少；另一方面，由于高温加热的特点，出现了一系列问题，如必须有专用高温加热炉、生产性差、成本高等。为了解决这些问题，在长期的生产实践和研究工作中，人们摸索和开发出了一些成功的办法，现简述如下：

#### (1) 电磁感应加热方法

新日铁和川崎都有电磁感应加热技术，从本质上来看，该方法仍然属于高温板坯加热方法，所不同的是在板坯的高温加热阶段，在电磁感应加热炉内，通入  $N_2$ 、 $H_2$  两种保护气体，精确控制气氛，减少钢坯的高温氧化，同时，由于加热速度快，降低高温在炉时间。该方法较好地解决了边裂问题，可以将边裂减少到 15mm 以下，改善了取向硅钢的生产性，但不能完全消除边裂。

#### (2) 中温取向硅钢生产方法

俄罗斯的 VIZ 等厂采用中温取向硅钢生产技术，板坯加热温度 1250~1300℃，化学成分中含较高的 Cu，以 AlN 和 Cu 为抑制剂。该方法的抑制剂与高温法类似，也是一种先天性的抑制剂。可以完全避免高温加热带来的边裂问题，但缺点是只能生产一般取向硅钢，不能生产高磁感取向硅钢。

#### (3) 日本的低温板坯加热方法

板坯在 1250℃ 以下加热，热轧板无边裂，生产性好。抑制剂通过脱碳退火后的渗氮而获得，是一种后天的获得型抑制剂，既可以生产一般取向硅钢产品，又可以生产高磁感取向硅钢产品。

#### (4) CSP 生产取向硅钢方法

该方法也解决了取向硅钢的热轧边裂问题，提高了生产性，降低了生

产成本。抑制剂也可以是后天获得型，通过渗氮获得。

显然，低温板坯加热技术彻底解决了高温板坯加热技术的固有缺陷，提高了生产性，降低了成本，代表了技术发展的方向。

低温取向硅钢技术如日本专利[平 3-211232]所公开的方法，其化学成分 1 为：[C] 0.025%~0.075%，Si 2.5%~4.5%， $S \leq 0.015\%$ ，Als 0.010~0.050%， $N \leq 0.0010 \sim 0.0120\%$ ，Mn 0.05~0.45%，Sn 0.01~0.10%其余为 Fe 及不可避免的夹杂物。板坯在 1200℃ 以下加热后进行热轧，用 1 次冷轧或有中间退火两次以上的冷轧方法轧制到最终产品厚度，冷轧压下率在 80% 以上，接着进行脱碳退火和高温退火，在脱碳退火和高温退火的二次再结晶开始阶段渗氮。

日本专利特开平 5-112827，化学成分：[C] 0.025%~0.075%，Si 2.5%~4.5%， $S \leq 0.012\%$ ，Als 0.010~0.060%， $N \leq 0.010\%$ ，Mn 0.08~0.45%，P 0.015~0.045%，其余为 Fe 及不可避免的夹杂物。板坯 1200℃ 以下加热后，进行热轧。用 1 次冷轧或有中间退火两次以上的冷轧方法轧制到最终产品厚度，脱碳退火后钢板在行进过程中进行连续渗氮，涂隔离剂后进行高温退火，生产磁性和底层质量俱佳的取向硅钢。

连续渗氮方法：保护气氛为  $H_2$  和  $N_2$  的混合气体，其中  $NH_3$  含量为 1000ppm 以上，氧势为  $PH_2O/PH_2 \leq 0.04$ ，渗氮温度为 500~900℃；高温退火时，在 600~850℃ 的温度范围内保持弱氧化性气氛。

还有如阿奇亚斯佩丝阿里特尔尼公司的低温技术，中国专利 CN-1228817A，化学成分：Si 2.5~5%，C 0.002~0.075%，Mn 0.05~0.4%， $S$ (或  $S+0.503Se$ )  $< 0.015\%$ ，酸可溶 Al 0.010~0.045%，N 0.003~0.013%， $Sn \leq 0.2\%$ ，其余为 Fe 及不可避免的杂质。上述成分的钢浇铸成薄板坯，在 1150~1300℃ 的温度加热，热轧后，进行常化退火及压下率大于 80% 的最终冷轧，最终高温退火时，控制退火气氛，使钢的吸氮量小于 50ppm。这种方法主要适合于薄板坯连铸生产取向硅钢；但其没有采用渗氮工艺。

中国专利 CN-1231703A，化学成分体系属于低碳且含铜的成分体系，生产方法也基本一致，不同的是在脱碳退火后对钢板进行渗氮，渗氮温度为 900~1050℃，渗氮量低于 50ppm。适合于薄板坯生产取向硅钢。

中国专利 CN-1242057A，化学成分：Si 2.5~4.5%；C 150~750ppm，

最好 250~500ppm; Mn 300~4000ppm, 最好 500~2000ppm; S < 120ppm, 最好 50~70ppm; 酸可溶 Al 100~400ppm, 最好 200~350ppm; N 30~130ppm, 最好 60~100ppm; Ti < 50ppm, 最好小于 30ppm; 其余为 Fe 及不可避免的杂质。板坯加热温度 1200~1320℃, 渗氮温度 850~1050℃。其余工艺与上面两个基本相同。

再有浦项制铁 Posco 的低温技术, 其低温取向硅钢化学成分为: C 0.02~0.045%, Si 2.9~3.30%, Mn 0.05~0.3%, 酸可溶 Al 0.005~0.019%, N 0.003~0.008%, S < 0.006%, Cu 0.30~0.70%, Ni 0.30~0.70%, Cr 0.30~0.70%, 其余为 Fe 及不可避免的杂质。此外, 钢中含 B 0.001~0.012%; 脱碳与渗氮同时进行, 在湿气氛中渗氮。该方法的基础是以 BN 为主抑制剂。

通过对国内外基于渗氮工艺的低温板坯加热生产取向硅钢技术分析, 可以发现: 日本的技术集中在脱碳退火后到二次再结晶过程中, 对钢板渗氮, 渗氮温度低, 抑制剂在高温退火的前期形成; 欧洲的技术为脱碳退火后进行渗氮, 或者脱碳退火与渗氮同时进行, 渗氮温度高; 浦项制铁 Posco 的技术适用于其低碳低 Al 高 Cu、Ni、Cr 合金成分体系, 渗氮与脱碳同时进行。

用日本的渗氮工艺生产取向硅钢时, 由于钢板内没有抑制剂, 不能抑制一次再结晶晶粒的长大, 一次再结晶晶粒尺寸主要由温度和时间进行控制, 因而脱碳退火及渗氮工艺的控制要求高, 工艺窗口窄; 另一方面, 由于渗氮在脱碳退火后进行, 钢板表面已经形成一层以  $\text{SiO}_2$  为主要成分的氧化层, 渗氮的均匀性和渗氮行为易受表面氧化层的影响。阿奇亚斯佩丝阿里特尔尼公司技术特点在于高温渗氮, 为了实现该工艺, 热轧板中必须有弥散析出的第二相质点, 板坯的加热温度较高, 如 1250℃ 左右, 因而要控制热轧板中的有利夹杂。另外, 其渗氮在脱碳后或者与脱碳退火同时进行, 渗氮也会受到钢板表面氧化层的影响。Posco 也是采取脱碳、渗氮同时进行的工艺方式, 钢板表面氧化层对渗氮的影响不可避免; 此外, 钢中的 Al 含量低, 以 BN 为主抑制剂, B 的不稳定性将导致抑制能力的不稳定, 磁性的稳定性会受到很大影响。

几种低温板坯加热技术取向硅钢的化学成分体系比较如表 1 所示。

表 1 化学成分体系比较 单位 wt.%

	C	Si	Mn	P	S	N	Als	Cu	Sn	B	Ni	Cr
日本	0.025	2.5	0.05	0.015	≤	0.0010	0.010	/	0.01	0.0005	/	/
	~ 0.075	~ 4.5	~ 0.45	~ 0.045	0.015	~ 0.0120	~ 0.050		~ 0.10	~ 0.0080		
AST	0.002	2.5	0.05	/	≤	0.003	0.010	/	≤	/	/	/
	~ 0.075	~ 5	~ 0.4		0.015	~ 0.013	~ 0.045		0.2			
Posco	0.02	2.9	0.05	/	<	0.003	0.005	0.30	/	0.001	0.30	0.30
	~ 0.045	~ 3.30	~ 0.3		0.006	~ 0.008	~ 0.019	~ 0.70		~ 0.012	~ 0.70	~ 0.70

如前所述，高温板坯加热方法生产取向硅钢具有能耗高、加热炉使用效率低、热轧板边裂大、生产性不好、成本低等固有缺点，低温板坯加热技术生产取向硅钢可以较好地解决这些问题，因而具有强大的开发动力。目前专利文献中公开的低温板坯加热技术生产取向硅钢，几乎都是建立在渗氮工艺的基础上的，渗氮工艺技术是实现低温板坯加热的关键。既有的渗氮方法中，钢板中的渗氮量及均匀性受到表面氧化层的影响，从而对磁性产生影响。

采用板坯高温加热的方式生产取向硅钢，板坯加热温度高达 1400℃，使有利夹杂充分固溶，并在加热后进行高温轧制，获得有利的夹杂物分布与尺寸，在高温退火时，抑制初次再结晶晶粒，获得良好的二次再结晶组织。该生产方法的缺点在于：

- (1) 必须专用的高温加热炉；
- (2) 由于高温加热，板坯表面熔渣严重，导致加热炉必须频繁修补，维护费用高，炉子的作业率低下；
- (3) 板坯的厚度一般为 200~250mm，为了加热均匀，必须长时间加热，能耗高；
- (4) 板坯内的柱状晶发达，晶界氧化，导致边裂严重，后工序生产性差，成材率低，生产成本高。



## 发明内容

本发明的目的在于提供一种取向硅钢及其生产方法，在脱碳退火前对钢板进行渗氮处理，钢板表面没有氧化层，克服了其它类似方法的缺陷；另一方面，在脱碳退火中，钢板中的氮进一步扩散，并形成 (Al、Si) N 有利夹杂，利用其对一次再结晶晶粒的抑制作用，可以有效地控制钢板的一次再结晶组织，对获得稳定、完善的二次再结晶成品组织非常有利。使得本发明的方法与其它方法相比有很大的优越性。

为达到上述目的，本发明的技术方案是，一种取向硅钢，其组分（重量百分比）为：

C	0.035~0.060%
Si	2.5~3.5%
Mn	0.08~1.8%
S	0.005~0.010%
Als	0.015~0.035%
N	0.0050~0.0090%
Sn	0.01~0.15%
P	0.010~0.030%
Cu	0.05~0.12%

其余为 Fe 及不可避免的夹杂物。

本发明的取向硅钢的生产方法，包括如下步骤，

- a. 冶炼，用转炉或电炉炼钢，上述成分的钢水经二次精炼和连铸后，获得铸坯；
- b. 热轧，铸坯加热到 1100~1200℃，开轧温度小于 1200℃，终轧温度 850℃ 以上，卷取温度 650℃ 以下；
- c. 常化处理，热轧板进行 1050~1180℃（1~20 秒）和 850~950℃（30~200 秒）的常化退火，并进行快速冷却，冷却速度大于 25℃/s；
- d. 冷轧，用一次或带中间退火的二次以上冷轧方法轧到成品板厚度，其最终压下率必须超过 80%；

e. 渗氮、脱碳，对轧到成品厚度的钢板进行渗氮处理和脱碳退火，涂布以 MgO 为主要成分的高温退火隔离剂；

f. 高温退火及热平整退火，按常规的高温退火及热平整工艺进行。

其中，所述的渗氮工艺包括，

加热段露点：-20℃ 以下；

渗氮温度：750~900℃；

渗氮时间：5~50 秒；

渗氮介质：NH<sub>3</sub>，要求使用干 NH<sub>3</sub>，露点在-20℃ 以下；

保护气氛：H<sub>2</sub> 与 N<sub>2</sub> 混合气体，H<sub>2</sub> 含量：20~75%，气氛露点-20℃ 以下，NH<sub>3</sub> 浓度：0.1~15%；

渗氮量：50~200ppm，渗氮的目的在于形成有利夹杂，按本发明的渗氮方法，在渗氮完成后，钢板脱碳过程中，渗入钢板表面的氮将扩散，并形成以 (Al、Si) N 为主的有利夹杂，对一次晶粒的长大起抑制作用，便于进行晶粒组织的调整。

本发明的复合功能退火炉，其炉体包括加热段、渗氮段、脱碳段和还原段，其特征是，所述的加热段、渗氮段、脱碳段和还原段之间设置三个气氛隔离装置，方便各炉段的气氛控制，使之不会相互影响。

其中，所述的气氛隔离装置为隔板结构。

所述的加热段为辐射管加热或电磁感应加热，快速将钢带加热到渗氮温度。

所述的渗氮段、脱碳段和还原段采用电加热方式。

脱碳段既起对钢板脱碳的作用，还起 N 扩散作用，形成 (Al、Si) N 抑制剂。

#### A) 冶炼

一般认为用渗氮法生产取向硅钢需将 S 控制在 0.007% 以下。但本发明发现，当 S<0.005% 时，反而会影响二次再结晶及磁性能，这可能是 AlN 与 (Mn,Cu) S 之间存在一定的位相关系：(2110)<sub>AlN</sub>//(110)<sub>(Mn,Cu)S</sub> 有关，S 含量过高或过低都会影响 AlN 的析出形态。为此，本发明中将 S 含量控制在 0.005%~0.010% 之间。

加 Cu 可以析出微量细小弥散 (Cu,Mn)<sub>x</sub>S 或 Cu<sub>x</sub>S 粒子，抑制力增强，

提高成品磁性。加 Cu 还可以提高热轧板及脱碳退火后的(110)<001>位向晶粒，减少(100)<001>位向晶粒，促进二次再结晶。但 Cu 含量在 0.12% 以上时会使析出物在常化时迅速粗化，从而影响 AlN 的析出形态和分布。因此，本发明中将 Cu 含量控制在 0.05%~0.12% 之间。

本发明由于采用传统的连铸过程，因此与专利 CN-1228817A、US6273964B1、US6296719B1 等揭示的采用薄板坯连铸连轧的取向钢生产工艺有较大区别。

### B) 热轧

铸坯在加热炉内加热到 1100~1200℃，小于 1200℃ 开轧，850℃ 以上的温度终轧，轧成 1.5~3.5mm 厚度的热轧板，卷取温度 650℃ 以下。

板坯的加热温度主要由以下两个因素所决定，其一是为了确保热加工的稳定性，一般要求加热温度高一些，这构成了温度下限；其二是为了防止磁性能的劣化，要求加热温度低一些，这就构成了温度上限。传统的取向钢生产工艺中，为在热轧或热轧板的退火过程中形成细小、均匀的 MnS、AlN 等抑制剂，必须先将铸坯加热到 1350~1400℃ 使铸坯中粗大的 MnS、AlN 析出物固溶，因此是一种板坯高温加热技术。

为克服高温加热技术带来的氧化、边裂等严重问题，现有采用渗氮形成获得性抑制剂等取向硅钢板坯低温加热技术(Low temperature slab reheating)，主要有如下几类：一是在高温退火隔离剂中添加渗氮化学成分，然后在高温退火阶段使钢带渗氮形成(Al, Si)N 等抑制剂，如特许公报平 1-230721、平 1-283324 等；另一类是利用高温退火升温阶段的渗氮气氛进行渗氮。这两类均因渗氮不均匀等原因而没能获得磁性稳定的产品。在此基础上，出现的又一种技术是在中间退火、脱碳退火以后、或在脱碳退火的同时在气氛中通入活性较强的氨，如日本特许公报平 2-182866、平 2-228425、平 2-294428、平 3-2324、WO9902742 等所揭示的技术。专利 US6273964B1 和 US6296719B1 揭示了采用薄板坯连铸连轧的取向钢生产工艺，由于铸坯的冷却速度很快，能显著减小铸坯内析出物的平均尺寸，因此在随后的加热炉中，只要对薄板坯实行较低温度(1150℃~1300℃)和较短时间(10~20 分钟)的加热即能使抑制剂固溶，故也能实现板坯低温加热；如辅之以脱碳工序的渗氮，可获得高磁感产品。

### C) 常化

热轧板进行 1050~1180℃ (1~20 秒) + (850~950℃ × 30~200 秒) 的常化退火, 并进行快速冷却, 冷却速度大于 25℃/s。

### D) 冷轧

用一次或带中间退火的二次以上冷轧法轧到成品板厚度, 但最终压下率必须超过 80%。

### E) 渗氮、脱碳

对轧到成品厚度的钢板进行渗氮处理和脱碳退火 (Decarburization annealing), 涂布以 MgO 为主要成分的高温退火隔离剂。作为本发明关键技术的渗氮技术说明如下:

US6296719B1 所描述的渗氮过程在脱碳退火之后, 渗氮温度为 900~1050℃, 通常在 1000℃ 以上。通过渗氮, 钢带能增加 50ppm 的氮含量, 从而形成细小的氮化铝析出相, 此过程必须含 0.5~100g/m<sup>3</sup> 的水蒸汽。而本专利的渗氮过程在脱碳之前, 且气氛中的水含量远低于 0.5g/m<sup>3</sup>。

日本特许公报平 2-294428、WO9902742 所揭示的渗氮方法都与脱碳同时进行, 主要在钢带表层的晶界中形成(Al, Si) N 等抑制剂, 因此使初次再结晶的表层晶粒得到有效抑制而很细小, 但内部晶粒却很粗大, 结果使二次再结晶变得不稳定; 而且由于必须同时控制脱碳和渗氮过程, 增加了困难和复杂性, 因此这种方法也难以获得磁性稳定的产品。本发明由于在脱碳之前进行渗氮处理, 因而脱碳和渗氮过程可以单独、有效地得到控制, 确保了脱碳量、渗氮量的稳定控制, 从而获得了稳定的磁性。

日本特许公报平 2-182866 揭示的是在脱碳退火之后的渗氮方法, 但该方法由于钢板内没有抑制剂, 不能抑制一次再结晶晶粒的长大, 一次再结晶晶粒尺寸主要由温度和时间进行控制, 因而脱碳退火及渗氮工艺的控制要求高, 工艺窗口窄; 另一方面, 由于渗氮在脱碳退火后进行, 钢板表面已经形成一层以 SiO<sub>2</sub> 为主要成分的氧化层, 渗氮的均匀性和渗氮行为易受表面氧化层的影响。而本发明由于先于脱碳进行渗氮处理, 因此可避免上述渗氮法生产取向硅钢工艺的固有缺点, 获得了良好的磁性能。

### 本发明的有益效果

- (1) 渗氮效率高，钢板渗氮没有表面氧化膜的影响；
- (2) 渗氮温度较高，实验结果钢板在 800~900℃ 范围内渗氮最好；
- (3) 渗氮后脱碳退火，渗入钢板中的氮扩散，形成抑制剂；
- (4) 完全解决了高温取向硅钢生产方法的固有矛盾，能耗低、生产成本低，此外，由于不需要专用的高温板坯加热炉，生产的灵活性大大提高，不构成热轧机的产能限制，潜在效益大。

### 具体实施方式

实施例 1：用 500kg 真空炉炼钢，化学成分和热轧条件如表 2 和表 3 所示。常化条件 1150℃×5s+930℃×70s+50℃/s 的冷却，带钢冷轧到 0.30mm，850℃ 渗氮，渗氮约 110ppm，脱碳及涂布 MgO 隔离剂后进行高温退火和平整退火，涂绝缘层，测磁。实验结果如表 4 所示。

表 2 实验钢化学成分 单位：%

实施例	C	Si	Mn	P	S	Al	N	Cu	Sn
A	0.055	3.20	0.13	0.020	0.0060	0.0275	0.0070	0.065	0.08
B	0.049	3.26	0.15	0.017	0.0075	0.0234	0.0085	0.061	0.03

表 3 实验钢热轧条件 单位℃

	加热温度	终轧温度	卷取温度	厚度 (mm)
A	1170	920	500	2.3
B	1140	900	520	2.3

表 4 实验结果

	B8 (T)	P1.7/50 (w/kg)
AA	1.93	0.97
BB	1.93	0.99

实施例 2:用表 2 中 A 成分和表 3 中 A 热轧条件钢进行渗氮条件实验,在  $850^{\circ}\text{C} \times 10\text{s}$  下,露点对渗氮量的影响如表 5 所示,渗氮量与磁性的关系如表 6 所示。

表 5 露点与渗氮量的关系

	加热段露点( $^{\circ}\text{C}$ )	渗氮露点( $^{\circ}\text{C}$ )	渗氮量(ppm)
1	-25	-25	150
2	-20	-30	145
3	-5	-10	70

表 6 渗氮量与磁性的关系

	渗氮量(ppm)	B <sub>8</sub> (T)	P <sub>1.7/50</sub> (w/kg)
1	90	1.91	1.00
2	120	1.95	0.95
3	150	1.93	0.97

本发明的其他实施例见表 7:

表 7

单位: wt%

实施例	C	Si	Mn	P	S	Al <sub>sol.</sub>	N	Cu	Sn	B <sub>8</sub> (T)	P <sub>17/50</sub>
1	0.045	3.25	0.18	0.023	0.006	0.027	0.0070	0.05	0.08	1.93	0.98
2	0.035	3.20	0.16	0.020	0.005	0.028	0.0074	0.06	0.08	1.91	1.00
3	0.050	3.22	0.15	0.021	0.005	0.025	0.0081	0.07	0.04	1.95	0.95
4	0.051	3.18	0.14	0.019	0.007	0.026	0.0075	0.05	0.07	1.93	0.98
5	0.047	3.15	0.13	0.018	0.008	0.024	0.0065	0.08	0.06	1.94	0.96
6	0.055	3.30	0.17	0.022	0.008	0.027	0.0068	0.07	0.09	1.93	0.96
7	0.049	3.26	0.15	0.017	0.007	0.023	0.0085	0.06	0.03	1.93	0.99
8	0.055	3.15	0.13	0.015	0.007	0.019	0.0080	0.07	0.05	1.90	1.02
9	0.050	3.48	0.12	0.019	0.006	0.015	0.0072	0.08	0.10	1.94	0.95

10	0.040	3.50	0.10	0.025	0.007	0.020	0.0063	0.09	0.14	1.91	1.02
11	0.043	2.50	0.11	0.030	0.009	0.021	0.0052	0.09	0.01	1.90	1.03
12	0.060	3.05	0.12	0.011	0.005	0.031	0.0070	0.09	0.12	1.92	0.99
13	0.053	3.10	0.08	0.025	0.008	0.035	0.0091	0.10	0.08	1.92	1.00
14	0.045	2.95	0.15	0.012	0.007	0.017	0.0083	0.12	0.09	1.91	1.01
15	0.052	3.15	0.17	0.022	0.008	0.026	0.0075	0.07	0.06	1.94	0.97
16	0.055	3.20	0.13	0.020	0.006	0.028	0.0070	0.07	0.15	1.93	0.97
比较例	0.051	3.10	0.15	/	0.007	0.021	0.0080	/	/	1.88	1.15

注：比较例为 CN 1242057A 中的数据

本发明的方法有效地解决了现有技术存在的问题，而且与日本、Posco 及阿奇亚斯佩丝阿里特尔尼公司的类似方法相比，本发明的方法，在脱碳退火前对钢板进行渗氮处理，钢板表面没有氧化层，克服了其它类似方法的缺陷；另一方面，在脱碳退火中，钢板中的氮扩散，并形成 (Al、Si) N 有利夹杂，利用其对一次再结晶晶粒的抑制作用，可以有效地控制钢板的一次再结晶组织，对获得稳定、完善的二次再结晶成品组织非常有利。使得本发明的方法与其它方法相比有很大的优越性。

低温板坯加热技术生产取向硅钢代表了取向硅钢发展的前沿技术，本发明方法的实施除了渗氮脱碳炉需特殊设计外，其余设备均为生产取向硅钢的常规设备，而且可以将常规脱碳退火炉改造成渗氮脱碳炉，实现技术简单易行，因而具有良好的推广应用前景。