

取向硅钢表面缺陷研究

卢锋岗

无锡普天铁心股份有限公司 江苏无锡 214000

摘要: 取向硅钢在生产过程中成品表面有时会产生很多缺陷, 本文针对表面出现的小黑点, 采用扫描电镜EDS对黑点进行成份分析, 结果发现黑点中含有较多的Mg、Ca、S、Mn等元素, 认为黑点是由涂氧化镁时氧化镁溶液没有混合均匀或者沉淀造成的颗粒状物质附着在钢板表面, 经过高温退火时, 烧结在钢板表面, 高保温净化除杂时, 造成硫、碳等元素在颗粒处未完全净化而聚集形成的黑点所致, 通过清洗循环罐后黑点现象明显减轻。

关键词: 取向硅钢; 黑点; EDS

Study on surface defects of oriented silicon steel

Fenggang Lu

Wuxi Putian Iron Core CO., LTD. Jiangsu Wuxi city 214000

Abstract: There are some defects on the surface of the finished products of oriented silicon steel. In this paper, the composition of the black spots occurred in the procedure of the manufacture of the silicon steel is analyzed by scanning electron microscope EDS. The results show that the black spots contain more Mg, Ca, S, Mn and other elements. It is considered that the black spots are granular substances caused by the lack of mixing or precipitation of magnesium oxide solution when coating magnesium oxide, which are attached to the surface of the steel plate. After high temperature annealing, they are sintered on the surface of the steel plate. When removing impurities, the black spots occurred on the surface of the steel plate by the incomplete purification of sulfur, carbon and other elements at the particles. The black spots are significantly reduced after cleaning the circulating tank

Keywords: Oriented silicon steel; black spots, EDS

引言:

取向硅钢由于其生产工艺要求严格、工艺窗口很窄、生产工序也多, 因此被誉为钢铁材料中的“工艺品”^[1]。随着技术水平和设备水平的提高, 人们主要针对取向硅钢磁性能(如铁损、磁感)的研究也较多, 因为磁性能的好坏直接决定了硅钢的使用性能, 较低的铁损可以有效降低单位重量的铁心的空载损耗, 从而可以节约一定比例的电能, 高的磁感强度可以使在相同的磁场下获得更高的磁感, 使用该类型硅钢片时就可以减少铁心的体积和重量, 节约硅钢材料。

随着取向硅钢材料研究的深入, 各企业和机构也逐渐重视硅钢表面质量的好坏, 硅钢表面缺陷的存在, 不但影响外观质量, 还对其绝缘性能、附着性、叠装系数都有一定程度的影响, 如露金(包含点状露金和隐形露金)产生的原因一般为硅酸镁底层较薄或无底层形成所

致, 这一方面会降低硅钢片的绝缘电阻, 另一方面由于底层不良, 导致T2涂层涂覆之后其表面附着性较差, 很容易造成硅钢片在加工和使用过程中造成T2涂层脱落^[2], 致使材料的绝缘电阻不良(水印和色差产生原因也为底层形成厚薄不一引起)。而黑点对整个取向硅钢的影响也更大, 比如黑点的存在会影响T2涂液的涂敷, 最终影响产品的表面绝缘电阻, 同时由于黑点一般附着在钢板表面, T2涂液不能和硅酸镁底层紧密契合, 导致产品的附着性也会受影响, 同时由于黑点一般都有手感, 在叠片过程中对叠装系数也会产生不良影响。因此在研究硅钢磁性能的同时, 也需要对其表面缺陷进行研究, 本试验重点对硅钢表面的黑点进行检测和分析。

一、试验部分

本试验采用的硅钢原料主抑制剂为Cu₂S, 主要成分

为Mn含量为0.21%，Si含量为3.1%，P含量为0.06%，S含量为0.007%，Cu含量为0.48%，Als含量为0.017%^[3]，热轧板厚度为2.3mm，一次冷轧后的厚度为0.635mm，中间脱碳退火温度为830℃，二次冷轧厚度为0.27mm，氧化镁采用某厂家硅钢级氧化镁。配制氧化镁溶液时先将TiO₂、添加剂按照一定比例加入纯水中搅拌1个小时，确保各种组分已经完全混合均匀，然后再将氧化镁加入到上述溶液中继续搅拌1个小时，打入循环罐中准备使用。氧化镁涂布方式采用辊涂方式将氧化镁浆体涂到钢板上，然后钢带在650℃的干燥炉中干燥；高温退火时低保温温度为600℃，保温时间为30小时，气氛为混合气体（氮气和氢气比例为3：1），低保温结束后将钢带15℃/h的速度升温至1190℃，气氛同上，在1190℃下高保温25H，气氛为纯干氢^[4]，之后缓慢降温至室温，表面清洗干净后取得150×200mm的样片，样品1为循环罐使用3小时后取的样品，样品2为刚开始使用循环罐时取的样品，如下图所示。



图1 循环罐使用3小时成品表面

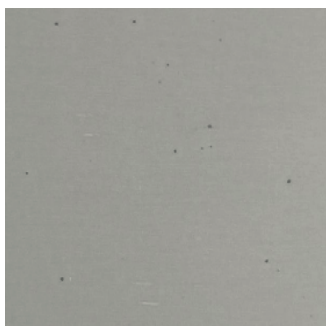


图2 循环罐刚投入使用成品表面

二、检测与分析

在黑点处和正常处取样，进行EDS检测（如图3、4），扫描电镜采用Axia ChemiSEM LoVac，结果如下所示：

表1 检测结果（%）

元素	C	O	Mg	Si	S	Ca	Ti	Mn	Fe
打点位置									
黑点处	5.1	30.8	29.5	5.0	11.8	2.0	2.0	8.9	4.5
正常处	2.8	35.9	25.9	12.3	0.9	0.2	0.6	0.7	19.1

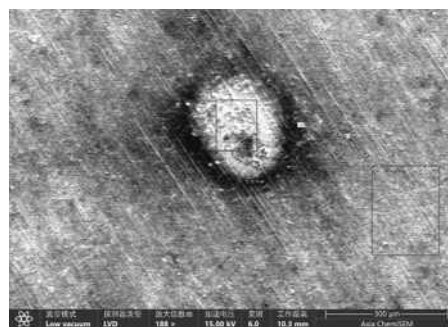


图3 能谱位置测试示意图

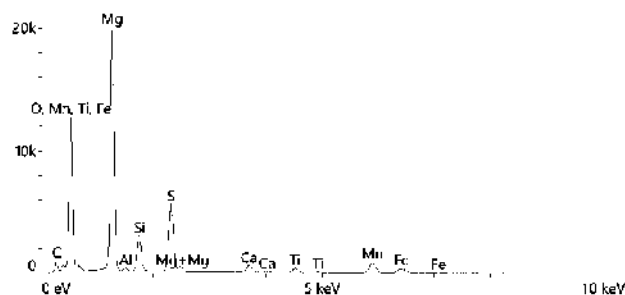


图4 黑点处EDS能谱图

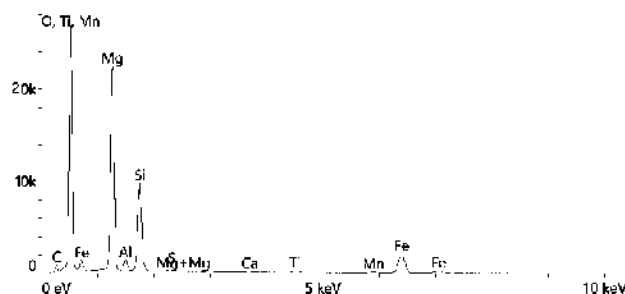


图5 正常处EDS能谱图

从表1中可以看出，黑点处的Mg、Ca、Ti元素比正常位置的含量都高，这是由于这些元素在钢带基体的含量都很低，均为配置氧化镁溶液时添加的元素（Ti元素来源于TiO₂添加剂，Mg元素和Ca元素来源于MgO粉末），氧化镁溶液在搅拌和循环使用的过程中，存在细小未溶的颗粒，颗粒的大小和所采用的氧化镁类型及搅拌使用时间有关，这些颗粒经过涂辊涂敷时会分散的附着在钢带表面，经过干燥炉后以小圆块体的形式存在。高温退火时，随着硅酸镁底层的慢慢形成，小圆块体中的水分完全脱除之后，凝结在基体表面，造成此位置的硅酸镁底层的形成也不完全，成为肉眼可看到的黑点。这些小黑点由于附着在钢带表面的深度不同，所以形成时的大小不一样，黑点位置越接近钢带表面，黑点的尺寸越大。

另外，使用后的涂液在回流到循环罐的过程中，由于杂质颗粒的密度相对氧化镁溶液来说更大，因此在搅拌的过程中这些颗粒也会在循环罐中向罐体的底部沉淀而越积越多（严重时还会造成泵的堵塞），随着生产时间

越来越长,产品的表面上的黑点也会越来越多。通过对比发现,每次更换完新的循环罐之后,黑点的数量明显比更换之前要少,也说明这些杂质颗粒是产生黑点的重要因素。因此,在实际生产中,每次更换循环罐时,需要对罐体的中下部位和底部进行冲洗,确保整个循环罐已完全清洗干净。

同时还发现,黑点处的Mn元素和S元素比正常位置的含量也高,这是因为高温退火高保温过程的主要作用为净化钢质,即通过通入纯干氢气将钢板内已经发挥抑制作用的抑制剂元素净化充分分解掉,以降低硅钢材料的铁损,而在前阶段形成的小圆块体聚集的位置由于该块体的存在,势必会影响该位置的净化效果,基体内S元素由于无法和氢气充分反应,不能还原并分解彻底,造成诸如黑点位置的Mn、S元素含量会比其它正常位置要高^[5]。

三、结论

综上所述,成品硅钢板上的黑点产生原因为涂氧化镁时氧化镁溶液没有混合均匀或者循环使用时沉淀造成的颗粒状物质的沉淀有关,这些颗粒以小圆块体的形式

附着在钢板表面不同位置,黑点的大小和小圆块体和小圆块体存在位置的深度有关,在每次换循环罐之前先将罐体清洗干净再使用时,环罐清洗干净后黑点数量明显减少。高保温净化钢质时,小圆块体的存在会一定程度的阻碍S元素的还原,造成S、Mn元素的聚集,因此这些点S、Mn元素的含量比正常点的要高。

参考文献:

- [1]何忠治.电工钢[M].北京:冶金工业出版社,1996.
- [2]刘敏,胡守天,刘婷等.取向硅钢底层结构对表层附着性的影响.电工钢2019,(1):33-41.
- [3]党宁,张文康,李志超等.高温退火工艺对CGO硅钢GOSS织构及测性能的影响.金属热处理,2016,(1):24-28.
- [4]张宗恩,蔡伟,林一凡等.高温罩式退火对取向硅钢表面和板形质量的影响.国产高性能电工钢生产技术与应用研讨会论文集,2016:126-129.
- [5]肖丽俊,项利,岳尔斌等.低温加热生产取向硅钢中MnS和Cu₂S的竞相析出.钢铁研究学报,2010,(4):48-51.