



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

265 630

(11) (B1)

(13)

(51) Int. Cl.⁴

H 01 F 1/16
H 01 F 41/02

(22) Přihlášeno 23 12 87

(21) PV 9716-87.T

(40) Zveřejněno 10 02 89

(45) Vydáno 15 12 89

(75)

Autor vynálezu

PÁČL PETR ing., HORKÝ PAVEL RNDr. CSc., FRÝDEK-MÍSTEK,
BERÁNEK DUŠAN ing., KOŠICE, ŽÍDEK ARTUR ing. CSc., FRÝDEK-MÍSTEK,
JANOK JÁN ing., KOŠICE

(54) **Způsob výroby magneticky měkkých izotropních ocelových pásů
s vysokou magnetickou indukcí a nízkými ztrátami**

(57) Výchozí ocel obsahuje v hmotnostních procentech 2,5 až 4,0 % křemíku, 0,1 až 0,7 % hliníku, 0,1 až 0,5 % manganu, zbytek železo a nezbytné nečistoty, ocel se odlévá, válcuje za tepla, normalizačně žihá na teplotu 750 až 900 °C v ochranné atmosféře po dobu 0,5 až 20 hodin, ochlazuje se rychlostí maximálně 300 °C za hodinu, válcuje za studena s redukcí minimálně 70 % a nakonec žihá na teplotu 800 až 1 050 °C po dobu 2 až 8 minut, přičemž v první etapě žihání se pás ohřívá rychlostí minimálně 300 °C za minutu v oduhličující atmosféře a ve druhé etapě žihání se pás prodlouží o 0,05 až 0,5 procenta. Zlepšení tvařitelnosti pásu za studena se dosáhne předřazením žihání na teplotu 500 až 720 °C po dobu minimálně 1 minuty a/nebo ohřevem pásu na teplotu 50 až 200 °C.

Vynález se týká způsobu výroby magneticky měkkých izotropních ocelových pásů s vysokou magnetickou indukcí a velmi nízkými měrnými ztrátami.

Magneticky měkký materiál musí mít feritickou strukturu obsahující co nejméně nekovových nečistot jako vměstků a precipitátů zejména velikosti do $0,1 \mu\text{m}$, neboť tyto částice brzdí růst zrna s teplotou a znemožňují tak snížit na potřebnou úroveň hysterezní ztráty a navíc ztěžují pohyb magnetických domén při magnetizaci hotového výrobku a tím zvyšují koercitivní sílu a měrné ztráty.

Výchozí ocel pro výrobu magneticky měkkých materiálů obsahuje zpravidla maximálně 4,5 hmotnostních % součtu obsahu křemíku a hliníku, maximálně 0,5 hmotnostních % manganu a nezbytné nečistoty jako uhlík, kyslík, dusík, síru, fosfor a další, jejichž obsah se omezuje na minimum již při výrobě oceli například odsiřováním, vakuováním, nebo jinou mimopecní rafinací oceli.

Výchozí ocel se odlévá do kokil nebo kontinuálně, válcuje za tepla, moří, válcuje za studena v jedné etapě nebo více etapách s mezižiháním a konečně žihá rekrytalizačně za současného oduhličení pásu, pokud nebylo oduhličení provedeno již při mezižihání. Pro dosažení nejlepších výsledků je nezbytné provádět toto konečné žihání na vysoké teploty nad $1\,000^\circ\text{C}$ s cílem nárůstu zrna na optimální velikost.

Nevýhodou uvedených postupů výroby magneticky měkkých ocelových plechů nebo pásů je ne-
možnost vyrobit materiál obsahující malé částice velikosti do $0,1 \mu\text{m}$ v množství menším než 10^7 až 10^{10} v objemu 1 mm^3 . Je to dáno tím, že při válcování za tepla je materiál ohříván na teplotu nad $1\,150^\circ\text{C}$, zpravidla na $1\,200^\circ\text{C}$, aby mohl být úspěšně tvářen a při této teplotě vždy přejde do tuhého roztoku část vměstků a precipitátů jako nitridů, karbidů a sulfidů, které se později při válcování za tepla vylučují v důsledku rychlého poklesu teploty za současného působení tváření materiálu ve formě velmi jemných částic sulfidů, karbidů a zejména nejjemnější precipitujiících nitridů. Počet těchto částic pak již nelze v průběhu zpracování zpravidla nijak podstatněji snížit a zejména, což je zvláště nevýhodné, zůstávají v plechu po dobu tváření za studena a ovlivňují tak nepříznivě výslednou texturu materiálu a jeho magnetické vlastnosti. Kromě toho, uvedené částice brzdí růst zrna s teplotou, takže pro dosažení optimální velikosti zrna je potřeba provádět konečné rekrytalizační a oduhličovací žihání na vysokou teplotu, zpravidla nad $1\,000^\circ\text{C}$ po dlouhou dobu několika hodin, aby došlo k žádanému zvětšení velikosti zrna materiálu.

Je znám ještě jiný způsob výroby magneticky měkkých izotropních pásů, podle kterého se vyrobí ocel o složení maximálně 4,5 hmotnostních % součtu obsahu křemíku a hliníku, z toho maximálně 4,0 hmotnostních % křemíku a maximálně 1,5 hmotnostních % hliníku, dále maximálně 0,5 hmotnostních % manganu, maximálně 0,020 hmotnostních % dusíku, maximálně 0,20 hmotnostních % uhlíku, maximálně 0,050 hmotnostních % kyslíku, maximálně 0,050 hmotnostních % síry, zbytek železo a nezbytné nečistoty, tato ocel se odlévá do kokil nebo kontinuálně a dále válcuje za tepla, moří, válcuje za studena v jedné nebo více etapách s mezižiháním a konečně žihá rekrytalizačně, přičemž po válcování za tepla nebo před poslední etapou válcování za studena, kdy má pás tloušťku 1 až 5 mm, se plech nebo pás žihá rafinačně na teplotu 900°C až $1\,300^\circ\text{C}$ po dobu 1 minuty až 50 hodin a toto žihání je prováděno tak, že při ohřevu, výdrži na teplotě a ochlazování se udržuje v peci vakuum nebo ochranná atmosféra, a ochlazování z teploty rafinačního žihání se provádí do teploty 400°C rychlostí maximálně 200°C za hodinu.

Dalším význačným rysem tohoto postupu je způsob konečného rekrytalizačního a oduhličovacího žihání, které se provádí v ochranné atmosféře na relativně nízké teploty 800°C až $1\,000^\circ\text{C}$ po krátkou dobu 0,1 minuty až 10 minut.

Výhody tohoto způsobu výroby magneticky měkkého ocelového plechu nebo pásu podle vynálezu spočívají především ve snížení počtu částic velikosti do $0,1 \mu\text{m}$ v objemu materiálu nejméně 500krát, přičemž toto zvýšení čistoty je prováděno již před poslední etapou válcování za stu-

dena. Zvýšení čistoty struktury vede ve svém důsledku k dosažení nejlepších magnetických vlastností charakterizovaných vysokou magnetickou indukcí a velmi nízkými měrnými ztrátami. Dosažené magnetické vlastnosti jsou lepší než vlastnosti nejlepších jakostí vyráběných jinými postupy. Zčásti je to způsobeno dosaženou vyšší čistotou hotového výrobku a zčásti výhodnější texturou, kterou lze charakterizovat omezením směrů nesnadné magnetizace (110) a (111) a naopak posílením směrů snadné magnetizace (100) v rovině plechu. Tato výhodnější textura vzniká právě v důsledku dosažení vyšší čistoty materiálu již před poslední etapou válcování, což je nový prvek tohoto postupu.

Nevýhodou tohoto postupu je skutečnost, že jím nelze dosáhnout vysoké směrové izotropie magnetických vlastností v rovině plechu, což je jedním ze základních požadavků na tento materiál při aplikaci pro jádra točivých strojů. Další nevýhodou jsou vysoké výrobní náklady v důsledku zařazení rafinačního žíhání za tepla válcovaného pásu na vysoké teploty po dlouhou dobu. Jinou nevýhodou je nebezpečí vzniku křehkosti pásu po rafinačním žíhání, která je způsobena jednak enormním vzrůstem velikosti zrna a jednak precipitací zbylých nečistot, zejména karbidu uhlíku, po hranicích zrn. Tato mezioperační křehkost způsobuje obtíže při následném válcování za studena a zvyšuje výrobní náklady a odpad.

Nevýhody všech známých postupů výroby magnetických měkkých izotropních pásů odstraňuje způsob výroby magneticky měkkých izotropních ocelových pásů podle vynálezu, podle kterého se vyrobí ocel o složení v hmotnostních procentech 2,5 až 4,0 % křemíku, 0,1 až 0,7 % hliníku, 0,1 až 0,5 % manganu a dále maximálně 0,04 % uhlíku, 0,03 % síry, 0,1 % fosforu, 0,005 % kyslíku a 0,010 % dusíku, zbytek železo a nezbytné nečistoty, odléváním této oceli do kokil nebo kontinuálně a dále válcováním za tepla, mořením, válcováním za studena a konečně rekrystalizačním a oduhličujícím žíháním, jehož podstata spočívá v tom, že před válcováním za studena se za tepla válcovaný pás žíhá normalizačně na teplotu 750 až 900 °C po dobu 0,5 až 20 hodin v ochranné atmosféře, přičemž toto žíhání se provede v průběhu a/nebo po ukončení ochlazování z teploty doválcování pásu za tepla, ochlazování z teploty žíhání se provede rychlostí maximálně 300 °C za hodinu, válcování za studena se provede s celkovou redukcí minimálně 70 % buď jednostupňově nebo dvoustupňově s mezižíháním, když ve druhém stupni se použije redukce 3 až 10 % a nakonec se provede rekrystalizační a oduhličovací žíhání na teplotu 800 až 1 050 °C po dobu 2 až 8 minut v ochranné atmosféře v jednom nebo dvou po sobě následujících žíhacích cyklech, přičemž v první etapě žíhání se pás ohřívá rychlostí minimálně 300 °C za minutu a žíhá se v oduhličující atmosféře směsí vodíku a dusíku s teplotou rosného bodu +10 až +60 °C a ve druhé etapě žíhání se pás tahem prodlouží o 0,05 až 0,5 %.

V případě, že pás je po normalizačním žíhání křehký, pak se v průběhu ochlazování za tepla válcovaného pásu po normalizačním žíhání a/nebo po ochlazení pás udržuje na teplotě 500 až 720 °C po dobu minimálně 1 minuty. Další zlepšení tvažitelnosti lze dosáhnout ohřevem pásu na teplotu 50 až 200 °C před válcováním za studena.

Výhody postupu podle vynálezu spočívají v tom, že se tímto postupem dosáhnou vynikající magnetické vlastnosti, zejména nízké ztráty, vysoká magnetická indukce a nízká anizotropie těchto vlastností, a to relativně jednodušším postupem ve srovnání s postupem s rafinačním žíháním za tepla válcovaného pásu na relativně vysoké teploty po dlouhou dobu. Navíc, mezioperační křehkost je zcela potlačena. Uvedené výhody si vysvětlují autoři tak, že když žíhání za tepla válcovaného pásu není vedeno jako rafinační, ale jen jako normalizační, nedojde k rafinanci nečistot, ale k zhrubnutí částic, takže počet těchto částic kritické velikosti do 0,1 μm se sníží stejně efektivně jako v případě rafinačního žíhání. Navíc vzhledem k relativně nižší teplotě normalizačního žíhání nedojde k enormnímu růstu zrna a tím zvýšení mezioperační křehkosti a zhoršení tvažitelnosti za studena. Pokud se přesto tyto problémy vyskytnou, je vhodné v průběhu ochlazování a/nebo po ochlazení pás žíhat při teplotě 500 až 720 °C, aby došlo ke zhrubnutí precipitátů po hranicích zrn a k odstranění mezioperační křehkosti. Při teplotě okolo 700 °C stačí doba žíhání okolo 1 minuty, při teplotě blízké se 500 °C je potřeba žíhat po dobu několika hodin.

Plasticitu materiálu při válcování za studena lze ještě zvýšit tak, že se válcuje pás

ohřátý na teplotu 50 až 200 °C. Pokud se týká nízké anizotropie magnetických vlastností, autoři na základě provedených zkoušek dospěli k názoru, že ji významně ovlivňuje zejména způsob válcování za studena. Čím je použito vyšší celkové redukce, tím je anizotropie menší. Proto je válcování za studena provedeno jako jednostupňové s celkovou redukcí minimálně 70 %. Pokud je však potřeba dosáhnout co nejnižší měrné ztráty hotového výrobku i za cenu mírného zvýšení anizotropie, zařadí se ještě druhý stupeň válcování za studena po mezižhánání, přičemž celková redukce ve druhém stupni činí 3 až 10 %. Snížení anizotropie lze pak dosáhnout snížením teploty konečného žhánání pod 1 000 °C, čímž se zamezí enormnímu růstu zrna a dále urychlením ohřevu na teplotu žhánání, což vysvětlíme podrobněji.

Při konečném žhánání musí dojít k rekrytalizaci struktury po válcování za studena, oduhličení na co nejnižší obsah uhlíku, zpravidla pod 0,005 hmotnostních % a konečně k růstu zrna na optimální velikost. Autoři zjistili, že k nejlepšímu oduhličení dochází tehdy, jestliže probíhá současně s rekrytalizací. Žhánání obecně je možno provést v jednom nebo dvou žhánacích cyklech. V prvním případě se pás v první etapě ohřívá zpravidla na nižší teplotu v rozmezí teplot 800 až 900 °C s cílem rekrytalizace struktury a oduhličení a poté v druhé etapě (druhé části průběžné pece) se ještě ohřívá na vyšší teplotu v rozmezí teplot 900 až 1100 °C s cílem zajištění růstu zrna. Někdy se tato druhá etapa vypouští, pokud je dosaženo optimální velikosti zrna již za teploty žhánání v první etapě. Při rozdělení žhánání do dvou žhánacích cyklů se realizuje první etapa v prvním cyklu (v jedné peci) a druhá etapa v druhém cyklu (nejčastěji v druhé peci).

Aby byla zajištěna podmínka pokud možno současněho průběhu rekrytalizace a oduhličení, zařadili autoři do postupu podmínku, že ohřev na teplotu žhánání v první etapě se provede maximální rychlostí, čímž se potlačí průběh rekrytalizace za nižších teplot. Rychlost ohřevu má být obecně co nejvyšší, minimálně však 300 °C za minutu. Žhánání se realizuje v oduhličovací atmosféře, nejlépe směsi vodíku a dusíku s určitou teplotou rosného bodu. Nejlepší výsledky byly získány při teplotě rosného bodu +10 až 60 °C. Tato oduhličovací atmosféra by měla být v peci již při ohřevu na teplotu žhánání. Naopak, ve druhé etapě žhánání, kdy dochází k růstu zrna, je nejvýhodnější použít suchou atmosféru zabraňující vnitřní oxidaci pásu.

Druhým důvodem pro použití maximální rychlosti ohřevu v první etapě žhánání je potřeba co nejvíce potlačit selektivitu růstu zrn s orientací (110) /001/. Při vysoké rychlosti ohřevu se zvyšuje teplota rekrytalizace a při následném růstu zrna rostou rychleji zrna všech orientací současně, což zvyšuje izotropii magnetických vlastností hotového výrobku. Konečně posledním faktorem zvyšujícím izotropii je určité optimální prodloužení pásu ve druhé etapě konečného žhánání, které lze vyvolat tahem pásu v žhánací lince. I když není jasné, jakým mechanismem toto optimální prodloužení pásu působí, bylo jednoznačně zjištěno, že jestliže se pohybuje v intervalu 0,05 až 0,5 %, dojde ke snížení anizotropie magnetických vlastností. Pokud je prodloužení vyšší nebo nižší než toto optimum, účinek se neprojeví. Regulovat prodloužení lze nejnázne pomocí automatické regulace tahu v páse.

Postup výroby podle vynálezu je zřejmý z následujícího příkladu. Vyrobit se ocel o složení v hmotnostních %: 0,02 % C, 0,5 % Al, 0,40 % Mn, 3,3 % Si, 0,015 % S, 0,050 % P, 0,002 % O₂ a 0,006 % N₂, zbytek železo a nezbytné nečistoty dané způsobem výroby, ocel se odlíje do ingotů, válcuje za tepla na bramy, bramy se válcují na pás tloušťky 1,8 mm, omořený pás se žihá normalizačně na teplotu 850 °C po dobu 8 hodin v ochranné atmosféře, ochlazuje se rychlostí 50 °C za hodinu na teplotu 100 °C a poté se pás válcuje za studena na tloušťku 0,35 mm, což odpovídá celkové redukci 80 %. Pak se pás žihá v prvním cyklu na teplotu 820 °C po dobu 3,0 min v atmosféře 40 % N₂ + 60 % H₂ s teplotou rosného bodu +35 °C a ve druhém cyklu na teplotu 950 °C po dobu 3,0 min v sušené atmosféře 40 % N₂ + 60 % H₂ s rosným bodem - 40 °C, přičemž ve druhém žhánacím cyklu se pás tahem prodlouží o 0,02 %. Výrobek má tyto magnetické vlastnosti: P_{1,0} = 1,10 W/kg, P_{1,5} = 2,7 W/kg, B₂₅₀₀ = 1,59 T, anizotropie ztrát P_{1,5} je menší než 10 % a anizotropie indukce B₂₅₀₀ je menší než 0,1 T.

Jinou variantou postupu je druhý příklad, podle kterého se pás po normalizačním žhánání

podle prvního příkladu žihá pro zvýšení tvařitelnosti průběžně na teplotu 700 °C po dobu 2 minuty a poté se válcuje za studena a dále dokončí podle prvního příkladu. Místo uvedeného žihání při teplotě 700 °C je možno provést žihání při teplotě 600 °C po dobu 2 hodiny a získá se stejný účinek na zvýšení tvařitelnosti za studena.

Ještě jinou variantou postupu je třetí příklad, podle kterého za studena válcovaný pás podle prvního nebo druhého příkladu je žihán v jednom cyklu tak, že první etapa žihání na 820 °C a druhá etapa žihání na 950 °C se provede v jediné průběžné peci, tj. v první části pece se žihá na 820 °C a ve druhé části pece na 950 °C, přičemž prodloužení pásu se udržuje na hodnotě 0,1 %.

Jinou variantou postupu je čtvrtý příklad, podle kterého se válcování pásu za tepla dokončí při teplotě 900 °C a pás se svine do svitku bez jeho předchozího ochlazení vodou a poté se svitek volně ochlazuje na vzduchu nebo pod poklopem tak, že zchladne z teploty svinutí okolo 850 °C na teplotu 750 °C za 4 hodiny. Takové tepelné zpracování svitku je vlastně normalizačním žiháním. Pás se po ochlazení omoří a dále zpracuje počínaje válcováním za studena podle kteréhokoliv z předchozích příkladů.

Ještě jinou variantou postupu je pátý příklad, podle kterého se vyžíhaný za tepla válcovaný pás podle kteréhokoliv z předchozích příkladů válcuje za studena v prvním stupni na tloušťku 0,52 mm, poté se provede rekrystalizační mezižihání při teplotě 850 °C po dobu 2 minuty v oduhličující ochranné atmosféře, načež se pás doválcuje ve druhém stupni s redukcí 6 % na konečnou tloušťku 0,49 mm. Pak následuje konečné žihání v jednom cyklu, u něhož je možno vynechat prvou oduhličující etapu žihání a žihá se na 950 °C po dobu 3 minuty v ochranné atmosféře za účelem růstu zrna. Je však také možno provést konečné žihání podle kteréhokoliv z předchozích příkladů.

Konkrétní neoptimálnější podmínky zpracování závisí na složení tavby. Např. při snížení obsahu uhlíku v oceli vakuováním na 0,01 hmotnostních % nebo snížení obsahu křemíku výrazně pod 3,0 hmotnostních % se zjednoduší podmínky pro oduhličovací žihání a zlepší se tvařitelnost za studena, takže není potřeba provádět žihání na 500 až 720 °C po normalizačním žihání. Pokud se mimopecním zpracováním oceli sníží obsah nečistot, zejména síry a dusíku, pak konečné žihání je možno provádět na nízké teploty pod 1 000 resp. 970 °C. Rovněž optimální výše teploty normalizačního žihání závisí na složení výchozí oceli, zejména obsahu hliníku a také na podmínkách válcování za tepla.

P R E D M Ě T V Y N Ā L E Z U

1. Způsob výroby magneticky měkkých izotropních ocelových pásů s vysokou magnetickou indukci s nízkými měrnými ztrátami, z výchozí oceli obsahující v hmotnostních procentech 2,5 až 4,0 % křemíku, 0,1 až 0,7 % hliníku, 0,1 až 0,5 % manganu a dále maximálně 0,04 % uhlíku, 0,03 % síry, 0,1 % fosforu, 0,005 % kyslíku a 0,010 % dusíku, zbytek železo a nezbytné nečistoty, odléváním této oceli do kokil nebo kontinuálně a dále válcováním za tepla, mořením, válcováním za studena a konečně rekrystalizačním a oduhličujícím žiháním, vyznačený tím, že před válcováním za studena se za tepla válcovaný pás normalizačně žihá na teplotu 750 až 900 °C po dobu 0,5 až 20 hodin, kteréžto žihání se provede v průběhu a/nebo po ukončení ochlazení z teploty doválcování pásu za tepla, ochlazení z teploty žihání se provede rychlostí maximálně 300 °C za hodinu, válcování za studena se provede s celkovou redukcí minimálně 70 % buď jednostupňově nebo dvoustupňově s mezižiháním, přičemž ve druhém stupni se válcuje s redukcí 3 až 10 % a konečné rekrystalizační a oduhličovací žihání se provede na teplotu 800 až 1 050 °C po dobu 2 až 8 minut v jednom nebo dvou po sobě následujících žihacích cyklech, přičemž v první etapě žihání se pás ohřívá rychlostí minimálně 300 °C za minutu a žihá se v oduhličující atmosféře směsí vodíku a dusíku s teplotou rosného bodu +10 až +60 °C a ve druhé etapě žihání se pás tahem prodlouží o 0,05 až 0,5 %.

2. Způsob výroby podle bodu 1, vyznačený tím, že v průběhu ochlazování a/nebo po ukončení ochlazování po normalizačním žíhání za tepla válcovaného pásu se pás udržuje na teplotě 500 až 720 °C po dobu minimálně 1 minuty.

3. Způsob výroby podle bodu 1, vyznačený tím, že před válcováním za studena se pás ohřeje na teplotu 50 až 200 °C.