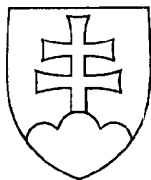


SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19) **SK**



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

285 279

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl. (2006):

C21D 8/12
C22C 38/02

- (21) Číslo prihlášky: **1334-2000**
(22) Dátum podania prihlášky: **8. 3. 1999**
(24) Dátum nadobudnutia účinkov patentu: **5. 10. 2006**
Vestník ÚPV SR č.: **10/2006**
(31) Číslo prioritnej prihlášky: **RM98A000149**
(32) Dátum podania prioritnej prihlášky: **10. 3. 1998**
(33) Krajina alebo regionálna organizácia priority: **IT**
(40) Dátum zverejnenia prihlášky: **9. 4. 2001**
Vestník ÚPV SR č.: **04/2001**
(47) Dátum sprístupnenia patentu verejnosti: **11. 9. 2006**
(62) Číslo pôvodnej prihlášky v prípade vylúčenej prihlášky:
(86) Číslo podania medzinárodnej prihlášky podľa PCT: **PCT/EP99/01466**
(87) Číslo zverejnenia medzinárodnej prihlášky podľa PCT: **WO99/46413**

(73) Majiteľ: **ACCIAI SPECIALI TERNI S.p.A., Terni, IT;**

(72) Pôvodca: **Fortunati Stefano, Ardea, IT;**
Cicale' Stefano, Rome, IT;
Abbruzzese Giuseppe, Montecastrilli, IT;

(74) Zástupca: **ROTT, RŮŽIČKA & GUTTMANN, v. o. s., Bratislava, SK;**

(54) Názov: **Spôsob výroby pásov s orientovaným zrnom z ocele na elektrotechnické účely**

(57) Anotácia:
Po žíhaní kontinuálne odliateho telesa je možné tvarovaním obmedzeného počtu precipitátov vhodných na riadenie rastu zrna a využitím pomeru redukcie hrúbky valcovaním za studena aspoň 70 % dosiahnuť v následnom kroku kontinuálneho nitrídovania priame vytváranie nitridov užitočných na riadenie rastu zrna a následne stále pri kontinuálnom spracovaní aspoň naštartovanie orientovanej sekundárnej rekryštalizácie.

SK 285279 B6

Oblasť techniky

Tento vynález sa týka spôsobu riadenia a vedenia sekundárnej rekryštalizácie vo výrobe pásov s orientovaným zrnom z ocele na elektrotechnické účely, presnejšie povedané, postupu, v ktorom je počas kontinuálneho spracovania po primárnej rekryštalizácii možné ukončiť alebo aspoň naštartovať orientovanú sekundárnu rekryštalizáciu.

Doterajší stav techniky

Je známe, že v pásoch s orientovaným zrnom z ocele na elektrotechnické účely sa požadované finálne magnetické charakteristiky získavajú pomocou komplexných radov od seba vzájomne závislých transformácií štruktúry pásov, ktoré sa objavujú počas finálneho spracovania sekundárnou rekryštalizáciou. Tento krok, tu sa myslí krok, v ktorom sa zrná majúce Millerov index $\langle 001 \rangle$ (110) vyvíjajú väčšou rýchlosťou, bol až doteraz dosiahnutý počas mimoriadne dlhého spracovania žiňaním pri vysokej teplote v stabilných žiňacích peciach (žiňanie v škatuliach), do ktorých sa zavádzajú studené tesne vinuté zvitky pásov, majúcich požadovanú konečnú hrúbku, majúcich hmotnosť typicky medzi 6 a 18 tonami, tieto zvitky sa žiňajú, chladia a potom vykladajú. Toto statické žiňanie tiež eliminuje z pásov prvky, ktoré by mohli zhoršiť ich konečnú akosť a vytvára na povrchu pásu povlak, nazývaný „sklený film“, užitočný na elektrické izolovanie pásu a vytvorenie substrátu pre ďalší nevyhnutný povlak.

Toto žiňanie v škatuliach má však niektoré podstatné nevýhody, medzi nimi dlhý čas spracovania vyžadujúci si niekoľko dní a skutočnosť, že jednotlivá vsádzka zahrnuje veľký počet zvitkov. Tieto zvitky sa vplyvom vysokých teplôt a dlhých dôb pri spracovaní deformujú pod svojou vlastnou hmotnosťou, čo vedie k nutnosti odstrániť deformované zóny odrezávaním kotúčovými nástrojmi. Ďalší odpad vzniká v dôsledku vyčnievania susedných závitov zvitku, ku ktorému dochádza, aj keď sa použijú separátory žiňania na báze prášku oxidov. Ešte viac odpadu vyplýva z problémov akosti (pochádzajúcich jednak zo škôd prisudzovaných zaobchádzaniu so zvitkami počas vkladania do škatule žiňacej pece a vykladania z nej, jednak z rozdielnych podmienok spracovania, ktorým boli vystavené najvonkajšie a najvnútornejšie závity zvitkov počas procesu pomalého žiňania), ktoré vyžadujú elimináciu počiatočných a koncových závitov zvitkov. Okrem toho proces dodáva v dôsledku zvinutia pásov tvar, takže tieto musia byť ďalej spracované, aby nadobudli svoj pôvodný plochý tvar, nevyhnutný na výrobu finálnych produktov, bežne jadier transformátorov.

Ďalšie nevýhody pochádzajúce zo žiňania v škatuliach, použitého na metalurgické finálne spracovanie pásov s orientovanými zrnami, sa týkajú riadenia procesu.

V skutočnosti, zatiaľ čo na jednej strane nie je čistenie pásov pri vysokej teplote v podstate dosahované extrakciou pevnej fázy prvkov, ako síry a dusíka, interakciou so žihacou atmosférou, kriticky ovplyvnené atmosférickými a teplotnými rozdielmi pozdĺž navinutého pásu (pozdĺžne a priečne gradienty), na druhej strane rast zŕn a orientovaná sekundárna rekryštalizácia sú takými rozdielmi veľmi ovplyvňované.

Prakticky v dôsledku mikroskopického meradla takýchto metalurgických procesov a charakteristických vlastností orientovanej sekundárnej rekryštalizácie je priebeh

procesu kriticky ovládaný fyzikálnym a chemickým „mikroskopickým prostredím“, v ktorom sú rôzne časti pásu.

Na lepšie objasnenie dôležitosti riadenia procesu počas konečného metalurgického žiňania, ako aj relevantných ťažkostí spojených so statickým tepelným spracovaním, budú v tomto dokumente neskôr vyložené niektoré detaily vo vzťahu k doterajšiemu stavu techniky a k fyzikálnym a chemickým javom vyskytujúcim sa počas spracovania.

Konečný výsledok orientovanej sekundárnej rekryštalizácie je polykryštalická štruktúra iso-orientovaná pozdĺž kryštalografického smeru ľahšej magnetizácie ($\langle 100 \rangle$ podľa konvencie Millerových indexov) s uhlovou disperziou, ktorá je pre dobré priemyselné výrobky menšia než 10° . Taký výrobok sa získa citlivým postupom, pri ktorom sa vyberajú na rast iba kryštály, ktoré už majú uvedenú orientáciu, ako kryštály predstavujúce pred konečným žiňaním veľmi malý zlomok východiskovej mikroštruktúry. V tomto procese dochádza ku zmene rozmerov štruktúry výrobku, ktorá sa mení z niekoľkých mikrometrov pred žiňaním do niekoľkých milimetrov po ňom.

Žiadaný výsledok tohto procesu, neľahko uskutočniteľný v priemyselnom meradle, veľmi závisí od podmienok spracovania predchádzajúcich konečnému žiňaniu a určujúcich geometriu, stav povrchu a mikroštruktúru pásu.

Ako už bolo uvedené, získa sa výsledok počas konečného metalurgického žiňania kriticky riadeným spôsobom pomocou rozvoja kinetiky rozmerov niektorých častíc, ako sulfidov a nitridov, prítomných v základnej kovovej hmote a pomocou difúzie relevantných prvkov tvoriacich zloženie medzi rovnakými časticami, ako aj smerom k povrchu pásu a cez neho tak ku vonkajšku, ako i ku vnútru základnej kovovej hmoty. Dva posledné javy sú riadené interakciou so žihacou atmosférou (mikroprostredím).

Rovnako malé zmeny v kinetike uvedených procesov (ako aj teplôt, pri ktorých sa procesy aktivujú a rozvíjajú) v rôznych zónach pásu v závislosti od rôznych mikroprostredí, vytváraných počas žiňania v škatuliach, prispievajú k rozdielom rozvoja rastu zŕn, ktoré v najlepšom prípade znamenajú konečné rozmery zŕn a orientácie rozdielne od zóny k zóne, majúce za následok variácie magnetických charakteristík pozdĺž pásu a v priečnom smere.

V kritickejších prípadoch, ktoré však nie sú v priemyselnej praxi tak neobvyklé, vedú také rozdiely ku strate ovládania orientovanej sekundárnej rekryštalizácie s úplne neprimeranými magnetickými charakteristikami v časti konečného produktu, ktorý sa potom musí na konci výrobného cyklu ďalej kondicionovať alebo zaradiť do nižšej kategórie, alebo vyradiť do odpadu.

Z analogických dôvodov závisia chemické reakcie pri povrchu od mikroprostredia, napríklad vývoj povrchovej oxidačnej vrstvy v závislosti od času a počas tepelného spracovania veľmi ovplyvňuje výmenná reakcia medzi základnou kovovou hmotou a žihacou atmosférou a ďalej komplikuje už citlivé aspekty riadenia metalurgického procesu.

Rozdiely medzi rôznymi povrchovými reakciami indukované rôznymi mikroprostrediami, závislými od geometrie vinutia (začiatok a koniec pásu, vonkajšie vrstvy a jadro zvitku a podobne), vedú viac k rozdielom v morfológii a zložení povrchovej vrstvy pásov.

Povrchové charakteristiky sú iným dôležitým aspektom pásov s orientovaným zrnom, v ktorých priamo alebo nepriamo ovplyvňujú ich magnetické a izolačné charakteristiky. Teda zmeny v kvalite povrchu pozdĺž pásu vytvárajú priemyselný problém akosti produktu a preto aj riadenia procesu.

Teraz je jasné, že žihanie v škatuliach pásov s orientovaným zrnom z ocele na elektrotechnické účely, ktoré majú konečnú hrúbku, používané na naštartovanie a vývoj orientovanej sekundárnej rekryštalizácie, ako aj na modifikovanie povrchovej štruktúry a morfológie a na čistenie základnej hmoty od niektorých prvkov nežiaducich v konečnom produkte, je technika spracovania, pre niektoré aspekty nevhodná a nákladná, pre ktorú je potrebný veľký počet zariadení na udržanie primeranej výrobnéj kapacity. Táto technika má malú produktivitu, dá sa ťažko fyzikálne ovládať a predovšetkým neumožňuje uskutočňovať prevádzkovú kontrolu, ktorá je absolútne potrebná na takú komplikovanú výrobu, a ktorá existuje vo všetkých ostatných výrobných krokoch, od výroby ocele po primárnu rekryštalizáciu.

Ako už bolo povedané, sekundárna rekryštalizácia spočíva, pri tomto druhu produktov, v selektívnom raste niektorých zŕn majúcich špecifickú orientáciu s ohľadom na smer vinutia a povrch pásu. Komplexným procesom, ktorý je odborníkom dobre známy, je možné nechať rásť predovšetkým žiadané zrná s použitím takzvaných inhibítorov rastu zŕn, t. j. bezkyslíkatých precipitátov (sulfidov, selenidov, nitridov), ktoré interagujú s rozhraniami zŕn, pričom narušujú a/alebo zabraňujú ich pohybu (a teda rastu zŕn).

Pokiaľ sú inhibítory v základnej hmote homogénne distribuované, stáva sa štruktúra zŕn nepatrne citlivou na tepelné spracovanie do teploty, pri ktorej špecifické inhibítory, vo vzťahu ku svojej vlastnej termodynamickej stabilite zliatiny a chemickému zloženiu základnej kovovej hmoty, začínajú zmenšovať svoje rozmery pôsobením procesu rozpúšťania alebo rozpúšťania a rastu, v každom prípade s čistým výsledkom progresívneho znižovania počtu precipitátov (fyzikálny jav rastu zrna je riadený množstvom druhých fáz na povrchu, tvoriacich rozhranie so základnou kovovou hmotou).

Zároveň s týmto procesom môžu rozhrania zŕn naštartovať významný pohyb umožňujúci rast týchto zŕn, ktoré sa môžu tvoriť včasnejšie a rýchlejšie. Pokiaľ bola uplatnená kontrola procesu počas celého cyklu a počas konečného žihania, len málo zŕn by rástlo selektívne, z dôvodov dobre známych odborníkom, s požadovanou orientáciou, s osou <100> rovnobežne so smerom vinutia, podľa Millerových indexov. Čím vyššia teplota, pri ktorej sa proces odohráva, tým lepšia je orientácia narastených zŕn a tým lepšie sú konečné magnetické charakteristiky produktu.

Každý druh inhibítora má svoju vlastnú teplotu rozpúšťania, stúpajúcu od sulfidov a selenidov k nitridom. Vplyvom pomalého zahrievania zvitkov v škatuli konečného žihania, zodpovedá reálna teplota rozpúšťania inhibítorov v podstate termodynamickej teplote a preto teplota sekundárnej rekryštalizácie je v podstate spojená s typom použitého inhibítora a so zložením zliatiny.

Preto možnosť zvýšiť magnetické charakteristiky konečného produktu je zhruba obmedzená v podstate teplotou rozpúšťania zvoleného inhibítora.

V tomto bode je užitočné upozorniť, ako sa tvoria inhibítory užitočné na riadenie rastu zŕn.

Počas pomerne pomalých solidifikačných procesov kvapalnej ocele v priebehu jej odlievania a nasledujúceho chladenia, elementárne zložky inhibítorov, ktoré sa nehomogénne koncentrujú v niektorých zónach základnej hmoty, pôsobením segregácie zvýšenej zdĺhavosťou takých procesov, sa môžu ľahšie agregovať v nerovnomerne distribuované hrubé častice, ktoré sú nepoužiteľné na účinnú inhibíciu pohybu rozhraní zŕn, a preto na ich rast do žiadanej teploty.

Pretože transformačný proces od kremíkovej ocele po pás zahrnuje veľký počet spracovaní pri vysokej teplote, samozrejme v každom z uvedených spracovaní by mohol začať nekontrolovaný rast zrna s následnou, pravdepodobne vysokou, stratou kvality. To je dôvod, prečo procesy bežne používané na výrobu pásov z ocele na elektrické účely zahŕňujú spracovanie kontinuálne odlievaného telesa (obvykle plátu) pri vysokej teplote, na rozpustenie hrubo vyzrážaných inhibítorov, aby boli neskôr znovu precipitované v jemnejšej a rovnomernejšie distribuovanej forme.

Po tomto spracovaní všetky ostatné spracovania pri vysokej teplote musia byť starostlivo riadené, aby sa vylúčili alebo obmedzili kolísania v distribúcii veľkosti častíc druhých fáz. Takéto riadenie je samozrejme veľmi chýlostivé a neľahké.

Ako odpoveď na uvedené problémy bolo navrhnuté, napríklad v US patente 4,225,366 a EP patente 0 339 474, radikálne modifikovať tento postup udržiavaním prakticky nezmenených hrubých precipitátov získaných počas tuhnutia ocele tým, že následné spracovania sa uskutočňujú pri teplote nižšej než sú obvyklé a vytváraním inhibítorov užitočných na inhibíciu rastu zrna len v posledných krokoch procesu pomocou zavádzania dusíka do pásu, čiže pomocou tvorby nitridov.

Táto technológia, ktorá bola, aspoň vo svojich základných aspektoch, navrhnutá v r. 1966 (japonská patentová prihláška, číslo priority 41-26533), má ešte niektoré ťažkosti na priemyselnej úrovni, medzi iným skutočnosť, že vplyvom nedostatku inhibítorov sa všetky tepelné spracovania, dokonca pri pomerne nízkych teplotách, musia starostlivo riadiť na vylúčenie nežiaduceho rastu zrna a že distribúcia inhibítorov užitočná na kontrolu rastu zrna a orientovanej sekundárnej rekryštalizácie sa získava počas pomalého zahrievania na žihaciu teplotu pri konečnom žíhaní v škatuliach, buď pomocou prenikania dusíka priamo do tejto fázy a následnou difúziou a precipitáciou ako nitridy cez celú hrúbku pásu, alebo kontinuálnym nitridovaním (pred žíhaním v škatuliach), ktoré je však nevyhnutne obmedzené na nepríliš vysoké teploty a tým dochádza na povrchu pásu k precipitácii nízkostabilných nitridov v podstate s kremíkom, ktorý je prítomný v nadbytku v základnej hmote kovu a viaže dusík pri povrchu pásu, čím blokuje jeho ďalšiu difúziu. Takéto nitridy na báze kremíka sú nepoužiteľné na požadovanú inhibíciu rastu zrna a len počas následného pomalého zahrievania pri žíhaní v škatuliach sa rozložia a teda uvoľnia dusík, ktorý teraz môže difundovať do pásu a vytvoriť potrebné stabilné nitridy na báze hliníka (Takahashi, Harase: Materials Science Forum, 1966, Vol. 204 - 204, strany 143 až 154; EP 0 494 730 A2, str. 5, riadok 3 až 44).

Prihlasovateľ, uvedomujúc si ťažkosti známych spôsobov výroby pásov s orientovaným zrnom z ocele na elektrotechnické účely, objavil novú a vysoko inovačnú technológiu, podľa ktorej je užitočné dovoliť vytváranie obmedzeného množstva potrebných inhibítorových precipitátov pri kontinuálne liatej oceli, po vysokoteplotnom žíhaní liateho telesa alebo po valcovaní za tepla na potlačenie kritickosti teplôt spracovania a konkrétnejšie na využitie dostatočne vysokých teplôt počas kontinuálneho nitridovania, aby sa umožnila penetrácia dusíka celou hrúbkou pásu a zároveň vytváranie nitridov na báze hliníka majúcich morfológiu užitočnú na riadenie potlačenia rastu zrna.

Uvedená technológia je opísaná v PCT prihláškach PCT/EP97/ 04005, PCT/EP97/04007, PCT/EP97/04080 a PCT/97/04089.

Aj keď opísané nové technológie predstavujú dôležité kroky vo výrobe pásov z ocele na elektrotechnické účely, buď typu s „konvenčne orientovaným zrnom“ (s magnetickou permeabilitou do asi 1890 mT) alebo „super orientovaného“ typu (s magnetickou permeabilitou vyššou než 1900 mT), existuje ešte mnoho dôležitých bodov vyžadujúcich rozsiahle skúmania a primerané riešenia.

Medzi také body patrí statické žihanie v škatuliach, ktoré, ako bolo predtým opísané, je stále považované za neodmysliteľné na získanie požadovaných magnetických vlastností a využívané výrobcami ocele na elektrotechnické účely na celom svete, hoci prináša dôležité problémy produktivity, nákladov a riadenia procesu.

Predmetom tohto vynálezu je vyhnúť sa opísaným ťažkostiam, navrhnutím výrobného postupu, kde sekundárna rekryštalizácia, ktorá dosiaľ prebiehala výlučne v peciach na žihanie v škatuliach, sa realizuje alebo aspoň významne naštartuje v rýchlom kontinuálnom spracovaní nasledovným primárnou rekryštalizáciou a nitrídaním s priamym vytváraním nitrídov na báze hliníka, čím sa umožňuje primeranejšie riadenie výroby počas fázy orientovanej sekundárnej rekryštalizácie a dovoľuje zvoliť štartovaciu teplotu rekryštalizácie, čo uľahčí a urobí menej kritickým riadenie žihacích pecí.

Podstata vynálezu

Spôsob výroby pásov z ocele na elektrotechnické účely s orientovaným zrnom podľa predloženého vynálezu zahrnuje kroky: (i) príprava tekutého kúpeľa kremíkovej ocele potrebného zloženia, (ii) kontinuálne odlievanie tejto ocele, (iii) spracovanie kontinuálne odliateho telesa pri teplote medzi 1100 a 1300 °C na upravenie heterogénneho rozloženia inhibítorov v odlíatom telese pomocou ich čiastočného rozpustenia a následného valcovania za tepla na opakovanú precipitáciu predtým rozpustených inhibítorov v jemnej a rovnomernej rozloženej podobe na získanie danej úrovne homogénnej inhibície, (iv) valcovanie ocele za studena, je charakterizovaný kombináciou nasledujúcich krokov v kooperačnom vzťahu:

- (a) valcovanie za studena s redukciou aspoň 70 %,
- (b) kontinuálne žihanie na primárnu rekryštalizáciu pri teplote medzi 700 a 1000 °C, výhodne medzi 800 a 900 °C, tiež zahrnujúce možné dekarburizačné a riadené povrchové oxidačné fázy;
- (c) následné kontinuálne spracovanie pri teplote medzi 800 a 1100 °C, výhodne medzi 900 a 1000 °C, v nitrídačnej atmosfére vhodnej na priame získanie nitrídov užitočných na inhibíciu rastu zŕn pri vysokej teplote, ktoré sú rovnomerne rozložené po celej hrúbke pásu;
- (d) ďalšie kontinuálne spracovanie pri teplote medzi 1000 a 1200 °C, výhodne medzi 1050 a 1150 °C, v dusíkovovo-vodíkovej atmosfére na vykonanie alebo aspoň naštartovanie procesu sekundárnej rekryštalizácie;
- (e) možné ďalšie kontinuálne tepelné spracovanie pri vysokej teplote.

Toto posledné spracovanie pri vysokej teplote sa môže uskutočniť v nitrídačnej atmosfére. Oceľ, ktorá sa má použiť podľa tohto vynálezu, obsahuje v hmotnostných percentách nasledujúce prvky: Si 2,0 - 5,5; C 0,003 - 0,08; Al_s 0,010 - 0,040; N 0,003 - 0,010; Cu 0 - 0,40; Mn 0,03 - 0,30; S 0,004 - 0,30; Sn < 0,20; tiež iné prvky môžu byť prítomné ako Cr, Mo, Ni, v celkovom množstve nižšom než 0,35 % hmotn. Okrem toho môžu byť prítomné tiež iné prvky

tvoriace nitrídy, ako Ti, V, Zr, Nb. Zvyšok ocele tvorí v podstate železo a ostatné nevyhnutné nečistoty. Výhodne musia byť niektoré prvky prítomné v týchto množstvách, v % hmotn.: C 0,03 - 0,06; Al_s 0,025 - 0,035; N 0,006 - 0,009; Mn 0,05 - 0,15; S 0,006 - 0,025. Medz môže byť tiež prítomná v množstvách medzi 0,10 a 0,2 % hmotn.

Roztavená oceľ sa môže kontinuálne odlievať ktorýmkoľvek známym spôsobom, tiež s použitím kontinuálneho odlievania tenkého plátu alebo pásu.

Počas chladnutia kontinuálne odliateho telesa po zahrievaní na vysokú teplotu a počas valcovania za tepla sa použijú pracovné podmienky, známe odborníkom, aby sa získala úrovne užitočnej inhibície medzi 300 a 1400 cm⁻¹, vyjadrené vzorcom:

$$I_z = 1,9 f_v/r,$$

v ktorom I_z je inhibičná úroveň, f_v je objemová frakcia užitočných precipitátov a r je stredný rozmer týchto precipitátov.

Rozmery zŕn získané počas primárnej rekryštalizácie a následne riadený rast sú regulované teplotou a časom dekarburizácie; vzťah medzi týmito dvoma parametrami spracovania a získanými rozmermi zŕn závisí od použitého chemického zloženia, od tepelného cyklu odliateho telesa a od hrúbky pásu.

Rozmery zŕn získané pred nitrídačným spracovaním závisia tiež od času, počas ktorého pás dosiahne teplotu spracovania pri kontinuálnom spracovaní.

Napríklad nasledujúca tabuľka 1 ukazuje koreláciu medzi rozmermi zŕn a teplotou spracovania pre oceľový pás hrúbky 0,30 mm, obsahujúci Al 290 ppm, N 80 ppm, Mn 1400 ppm, Cu 1000 ppm, S 70 ppm, za tepla valcovaný pri teplote zahrievania plátu 1300 °C; rozmery zŕn boli získané analýzou valcovaných vzoriek vyrobených pri rôznych teplotách v prvej časti kontinuálneho tepelného spracovania a zastavením spracovania pred krokom nitrídovania pri vysokej teplote.

Tabuľka 1

Teplota	Stredný priemer zrna, μm
830	18
850	20
870	22
890	25

Pokiaľ majú použité zloženia ocele veľmi malý obsah uhlíka, nie je potrebné kontrolovať dekarburizáciu, obvykle spojenú s primárnou rekryštalizáciou.

Dusík, ktorý hlboko preniká do oceľového pásu počas nitrídácie pri vysokej teplote, tvorí výhodne nitrídy na báze hliníka. Ale v tomto vynáleze je tiež možné využiť iné užitočné prvky tvoriace nitrídy, ako napríklad Ti, V, Zr, Nb.

Spracovanie pri vysokej teplote nasledujúce po nitrídácii má naštartovať a pokiaľ možno aj ukončiť orientovanú sekundárnu rekryštalizáciu. V skutočnosti je možné ukončiť krok nitrídácie skôr, ako pás prejde cez nitrídačnú pec. To sa môže výhodne využiť aspoň na štart sekundárnej rekryštalizácie vnútri nitrídačnej pece. Ale kontinuálne spracovanie má tendenciu aspoň naštartovať sekundárnu rekryštalizáciu by sa tiež mohlo uskutočniť v ďalšej peci, dokonca aj po chladení pásu.

Výrazom „štartovanie orientovanej sekundárnej rekryštalizácie“ sa myslí proces, podľa ktorého malý zlomok

zrn, ktoré sú prítomné v základnej hmote a majú orientáciu požadovanú pre konečný produkt, začne rýchlo a podstatne rásť, dosahujúc tak neobyčajne odlišný (väčší) rozmer než majú zvyšné zrná (stredný rozmer). V tomto vynáleze je selektívny rast uvedeného zlomku zrn taký, že tieto zrná sú na konci spracovania kontinuálnym žihaním a po vhodnej príprave vzorky viditeľné okom (ich väčší rozmer je okolo 0,3 mm).

Aspoň niektorý z rôznych krokov zahrievania opísaného spôsobu sa môže uskutočniť pri veľkej rýchlosti asi 400 až 800 °C/s; tak sa môže predĺžiť čas, počas ktorého sa môže pás udržiavať na teplote spracovania, čo pri rovnakej dĺžke zariadenia zvýši produktivitu výrobného procesu.

Okrem toho, ako je známe, rýchle zahrievanie pri vysokej teplote na primárnu rekryštalizáciu má za následok veľký počet kryštalických zárodkov, ktoré sa zapoja do procesu, ako aj kryštálov, ktoré následne môžu rásť. Následkom toho sa zodpovedajúcim spôsobom zapojí do sekundárnej rekryštalizácie veľký počet zrn urýchľujúcich proces sekundárnej rekryštalizácie, ktorá štartuje a končí skôr.

Dosiahnutie teploty spracovania pri tak vysokej rýchlosti, ale typickej rýchlosti pre spracovanie kontinuálnym žihaním, počas tretej fázy cyklu podľa tohto vynálezu (bezprostredne po kroku nitridácie) dovoľuje a priori definovať teplotu, pri ktorej bude štartovať sekundárna rekryštalizácia, na rozdiel od procesu v peci na žihanie v škatuliach, pri ktorom vplyvom nevyhnutne nízkej rýchlosti zahrievania je štartovacia teplota sekundárnej rekryštalizácie spojená v komplexnom a nekontrolovateľnom spôsobe s druhom použitého inhibítora a súborom podmienok a mikroprostredí, ktoré sú pevne stanovené na povrchu pásu počas dlhého cyklu spracovania.

Podľa tohto vynálezu štartovacia teplota sekundárnej rekryštalizácie takisto ako teplota, pri ktorej sa tá istá rekryštalizácia vyvíja a končí, sú prevažne nezávislé od termodynamických a fyzikálno-chemických obmedzení, takých ako solubilita zložiek inhibítorov, difúzne koeficienty, mobilita rozhraní zrn atď.

Realizácia alebo aspoň naštartovanie procesu sekundárnej rekryštalizácie počas kontinuálneho spracovania nasledujúceho po primárnej rekryštalizácii a vytvorení požadovanej inhibície vnútri základnej hmoty kovového pásu umožňuje tiež pri priemyselnej výrobe veľmi presnú kontrolu podmienok žiňania (napr. teploty a zloženia žiňacích atmosfér). Také podmienky sa môžu zaistiť ako konštantné po celej dĺžke a šírke pásu a môžu byť upravené podľa potreby pre každý zvitok.

Dalšou dôležitou charakteristikou tohto vynálezu je možnosť riadiť podmienky procesu konečného žiňania priamym meraním magnetických charakteristík, vyplývajúcich z vývinu sekundárnej orientovanej rekryštalizácie, na výstupe linky kontinuálneho spracovania.

Použitie kontinuálnych meraní magnetických charakteristík na konci spracovania dynamickým žiňaním je známa technika, v niektorých prípadoch úspešne zavedená, na nepriame hodnotenie ostatných metalurgických charakteristík oceľového pásu, takých ako rozmerov zrna.

V tomto prípade sa môže uskutočňovať priame meranie funkčných charakteristík produktu so zrejmyými výhodami praxe kontroly procesu.

Čo sa týka uvedeného, je dôležité pripomenúť, že vo všetkých výrobných cykloch pásov z ocele na elektrotechnické účely s orientovaným zrnom, prakticky používaných a tiež riadne opísaných v literatúre, sa orientovaná sekundárna rekryštalizácia štartuje a ukončuje v statickom žiňaní,

a teda ak sa raz naštartuje žiňanie, obvykle vyžadujúce väčší počet zvitkov v tom istom čase, nie je možné meniť podmienky spracovania s cieľom ovplyvnenia ich výsledkov. V skutočnosti konečné magnetické charakteristiky môžu byť stanovené len na konci následného spracovania tepelným vyrovnávaním a pokrytím.

V priemyselnej praxi je toto nebezpečné obmedzenie, ktoré boli výrobcovia nútení dodnes akceptovať; mohli by sa však vyskytnúť určité ťažkosti pri kontrole procesu počas výrobného cyklu, dôsledkom čoho môže byť výroba veľkého množstva produktov s nízkou alebo dokonca neprijateľnou akosťou, dlho pred poznaním, že nejaká ťažkosť nastala.

Podľa tohto vynálezu sa po sekundárnej rekryštalizácii v kontinuálnom cykle môže pás tiež kontinuálne spracovávať, aby sa odstránil dusík, ktorý už nie je užitočný, práve tak ako ďalšie prvky škodlivé pre konečnú kvalitu ocele, a aby sa podrobil konečnému spracovaniu na vytvorenie ochranného a izolačného povlaku. So zreteľom na toto posledné spracovanie je tiež možné uskutočniť spracovanie lesklým žiňaním alebo podobné, zabraňujúce vytvoreniu skleného filmu. V prípade iného typu povrchovej úpravy sa môžu použiť iné druhy povlakov, napríklad tenšie povlaky, na zlepšenie činiteľa plnenia pri výrobe finálneho tovaru, napríklad transformátorových jadier.

Oceľ, ktorá prešla sekundárnou rekryštalizáciou počas žiňania, sa môže tiež ďalej spracovať v krabicových peciach, napríklad s cieľom eliminovať síru. Toto spracovanie však nie je pevne obmedzené teplotnými gradientmi, rýchlosťou zahrievania a podobne, preto je jeho trvanie výrazne skrátené.

Pás vyrobený kontinuálnym spracovaním na linke môže priamo predstavovať finálny produkt, bez ďalšieho spracovania pokrytím izolačnou vrstvou, ktoré by sa uskutočnilo na inej linke, ale ktoré sa môže uskutočniť tiež procesom pri kontinuálnom prechode cez tú istú linku, v ktorej dochádza k primárnej rekryštalizácii, rastu zrn a sekundárnej rekryštalizácii.

Technické a kvalitatívne aspekty tohto vynálezu budú teraz znázornené v nasledujúcich príkladoch, uvedených výlučne na vysvetlenie a neobmedzujúcich charakter a rozsah ochrany tohto vynálezu.

Príklady uskutočnenia vynálezu

Príklad 1

Niekoľko zvitkov kremíkovej ocele bolo priemyselne vyrobených, všetky obsahujúce od 240 do 350 ppm hliníka rozpustného v kyseline, ale jeden od druhého odlišných v zložení, druhu a podmienkach liatia a podmienkach valcovania za tepla. Relevantné za tepla valcované pásy majú hrúbku medzi 2,1 a 2,3 mm boli potom spracované na pásy hrúbky 0,29 mm valcované za studena (v niektorých prípadoch s použitím priemyselného zariadenia, v iných prípadoch s použitím výskumného zariadenia). V každom prípade pred procesom valcovania za studena boli pásy skúšané, aby boli prispôbené podmienkam obsahu neoxidačných vtrúsenín. Úroveň inhibície každej vzorky bola potom odhadovaná z volumetrickej frakcie druhých fáz a zo stredných rozmerov pozorovaných častíc podľa definovaného vzťahu

$$I_z = 1,9 f \text{ v/r.}$$

V nasledujúcej tabuľke 2 sú uvedené hodnoty, získané pre sedem zvitkov:

Tabuľka 2

Vzorka	a	b	c	d	e	f	g
Iz (cm ⁻¹)	250	660	830	620	1015	2700	2010

Sedem zvitkov valcovaných za studena bolo potom kontinuálne žiháných podľa nasledujúceho cyklu:

- prvá zóna: spracovanie pri teplote 850 °C počas 210 sekúnd vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére, s pomerom $p_{H_2O}/p_{H_2} = 0,58$;
- druhá zóna: spracovanie pri teplote 970 °C počas 30 sekúnd vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére, s pomerom $p_{H_2O}/p_{H_2} = 0,03$, v plynnej zmesi obsahujúcej amoniak s ekvivalentnou rýchlosťou prúdenia 50 litrov NH_3 na štvorcový meter pásu a za minútu spracovania;
- tretia zóna: spracovanie pri teplote 1120 °C vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére, s pomerom $p_{H_2O}/p_{H_2} = 0,01$;
- chladenie v suchom dusíku na 200 °C a následné chladenie vzduchom na izbovú teplotu.

Takto vyrobené pásy boli pokryté vrstvou žihacím separátorom na báze MgO a čistené bežným žihacím spracovaním podľa nasledujúceho tepelného cyklu:

- zahrievanie od 30 do 1200 °C počas 3 hodín v 50 % dusíkovo-vodíkovej atmosfére;
- prehrievanie pri 1200 °C počas 3 hodín v atmosfére čistého vodíka;
- chladenie vo vodíku do 800 °C a v dusíku do izbovej teploty.

Každý kontinuálne žiháný pás bol skúšaný, a vzorky boli vložené do kyseliny a potom boli priečne prerezané na metalografické skúmanie mikroštruktúry. Tie isté vzorky boli analyzované s cieľom zistiť obsah dusíka, a pre každú vzorku bol vypočítaný obsah dusíka zavádzaného pri nitrídácii; tabuľka 3 ukazuje výsledky týkajúce sa zavádzaného dusíka, percentuálnej frakcie zŕn sekundárnej rekryštalizácie a magnetických vlastností, meraných po žihaní v škatuliach.

Tabuľka 3

	a	b	c	d	e	f	g
[N] zavádzaný, ppm	126	133	152	180	112	156	122
B800 (mT)	1540	1940	1925	1930	1880	1590	1670
P17 (W/kg)	2,58	0,95	0,98	0,92	1,17	2,37	1,68
% frakcie sekundárnej rekryštalizovaných zŕn	0	7	5	3	10	0	0

Príklad 2

Vsádzka 160 t bola produkovaná s nasledujúcim zložením v hmotn. % alebo v ppm: Si 3,2 %, C 430 ppm, Mn 1500 ppm, S + Se 70 ppm, Al_5 280 ppm, N 80 ppm, Sn 800 ppm, Cu 1000 ppm, zvyšok tvorilo železo a nevyhnutné nečistoty.

Pláty boli zahrievané pri 1300 °C v 3 hodinovom cykle a valcované za tepla do 2,1 mm.

Za tepla valcované pásy boli normalizované (1050 °C, 40 s) a potom valcované za studena do 0,30 mm.

Časť pásov valcovaných za studena (5 zvitkov) bola ovplyvnená rekryštalizáciou, nitrídáciou a rastom zŕn, podobne ako v predchádzajúcom príklade, zatiaľ čo 5 zvitkov bolo spracovaných rovnakým postupom a pri rovnakých

podmienkach teploty a humidity, ale bez prídavku amoniaku do nitrídačnej zóny.

Všetky zvitky boli čistené podľa predchádzajúceho príkladu.

Nasledujúca tabuľka 4 ukazuje množstvo amoniaku použitého v nitrídačnej zóne, množstvo pridaného dusíka a získané magnetické charakteristiky každého zvitku.

Tabuľka 4

Pás číslo	NH_3 (l/(m ² , min.))	[N] zavádzaný (ppm)	B800 (mT)
1	50	120	1930
2	50	130	1920
3	50	115	1935
4	50	125	1915
5	50	140	1900
6	0	0	1540
7	0	0	1530
8	0	0	1550
9	0	0	1543
10	0	0	1520

Príklad 3

Kontinuálne odliate oceľové telesá obsahujúce v hmotnostných % alebo v ppm: Si 3,2 %, C 500 ppm, Al_5 280 ppm, Mn 1500 ppm, S 35 ppm, N 40 ppm, Cu 3000 ppm, Sn 900 ppm, boli zahrievané pri 1280 °C a potom valcované za tepla na 2,1 mm; za tepla valcované pásy boli potom žihané pri 1050 °C počas 60 s a potom valcované za studena do 0,30 mm; takto získané pásy boli dekarbonizované vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére pri 850 °C počas 200 s a nitrídované pri 900 °C v zmesi dusíka, vodíka a amoniaku so súčasným zavádzaním 100 ppm dusíka do pásov. Tie boli potom zahrievané pri 1100 °C počas 3 minút a udržiavané na tejto teplote 15 minút v dusíkovo-vodíkovej atmosfére, a potom chladené.

Stredná hodnota B 800 pre tieto pásy bola 1910 mT.

Príklad 4

Oceľ majúca nasledujúce zloženie v hmotn. % alebo v ppm: Si 3,1 %, C 500 ppm, Mn 1350 ppm, S 60 ppm, Al_5 270 ppm, N 60 ppm, Sn 700 ppm, Cu 2300 ppm, zvyšok tvorí železo a nevyhnutné nečistoty; bola odliata do pásov hrúbky 3 mm.

Pásy boli potom žihané pri 1100 °C počas 60 sekúnd a valcované za studena do 0,30 mm.

Za studena valcovaný pás bol potom dekarbonizovaný vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s pomerom vody a vodíka 0,49. Časť pásov bola nitrídovaná pri 950 °C počas 40 sekúnd v dusíkovo-vodíkovej atmosfére obsahujúcej 10 % amoniaku. Tak získané vzorky boli podrobené spracovaniu sekundárnou rekryštalizáciou pri 1150 °C počas 20 minút.

Vzorky boli potom čistené podľa nasledujúceho cyklu: (i) zahrievanie pri 350 °C/h v $N_2 + H_2$ (50 % - 50 %) do 1200 °C; (ii) udržiavanie tejto teploty počas 3 hodín v čistom vodíku; (iii) chladenie v čistom vodíku.

Tieto vzorky ukázali strednú hodnotu B 800 a to 1920 mT.

Príklad 5

Bol pripravený tekutý kúpeľ zliatiny Fe - 3,3 % Si, obsahujúcej tiež C 250 ppm, Al_5 280 ppm, N 40 ppm, Cu 1000 ppm, Mn 800 ppm, S 50 ppm, (Cr + Ni + Mo) = 1400 ppm a Sn 600 ppm.

Zliatina bola kontinuálne odliata na pláty hrúbky 60 mm.

Takto zhotovené pláty boli rýchlo premiestnené do pece na zahrievanie a homogenizáciu pri teplote 1180 °C na 15 minút, potom valcované za tepla do hrúbky medzi 1,8 a 1,9 mm.

Štyri pásy boli pieskované, morené a valcované za studena do hrúbky 0,23 mm.

Za studena valcované pásy boli potom kontinuálne žiahané podľa nasledujúceho cyklu:

- dekarburizácia pri 870 °C počas 150 s vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s 50 % obj. vodíku s rosnou teplotou 62 °C;
- nitridácia počas 50 sekúnd pri 930 °C v ($N_2 - H_2$) + 25 % obj. NH_3 majúcom pomer pH_2O/pH_2 0,1;
- aktivácia sekundárnej rekryštalizácie pri 1120 °C počas 100 sekúnd v dusíkovo-vodíkovej atmosfére (dva zvitky; NH) a vo vodíkovej atmosfére (dva zvitky, H);
- pokrytie separátorom žihania na báze MgO .

Pásy boli skúšané a potom žiahané v pároch (jeden NH pás a jeden H pás) v peci na žihanie v škatuliach s dvoma rôznymi cyklami spracovania pri 1200 °C počas 20 hodín, charakterizovanými:

- A) čas zahrievania od 700 do 1200 °C, 33 hodín;
B) čas zahrievania od 700 do 1200 °C, 10 hodín.

Magnetické charakteristiky takto získaných konečných produktov sú uvedené v tabuľke 5.

Tabuľka 5

	B 800, (mT)	P 17, (W/kg)
Cyklus A, zvitok NH	1940	0,90
Cyklus A, zvitok H	1900	0,95
Cyklus B, zvitok NH	1930	0,88
Cyklus B, zvitok H	1820	1,45

Oba druhy pásov (NH a H) boli skúšané na výstupe z kontinuálneho žihania, boli kondicionované na žihanie v laboratórnych peciach, povrch čistený, znovu pokrytý separátorom žihania na báze MgO a boli žiahané podľa nasledujúcich konečných cyklov:

1. z 600 na 1200 °C počas 35 hodín, v $N_2 - H_2$ (1 : 3), prehrievanie pri 1200 °C počas 5 hodín v H_2 ;
2. z 600 na 1200 °C počas 10 hodín, v $N_2 - H_2$ (1 : 3), prehrievanie pri 1200 °C počas 5 hodín v H_2 ;
3. z 600 na 1200 °C počas 3 hodín, v $N_2 - H_2$ (1 : 3), prehrievanie pri 1200 °C počas 5 hodín v H_2 .

Získané magnetické charakteristiky sú uvedené v tabuľke 6.

Tabuľka 6

	Cyklus 1 NH	Cyklus 1 H	Cyklus 2 NH	Cyklus 2 H	Cyklus 3 NH	Cyklus 3 H
B 800 (mT)	1930	1900	1930	1830	1920	1560
P 17 (W/kg)	0,92	0,96	0,89	1,42	0,93	1,58

Príklad 6

Pomocou elektrickej oblúkovej pece bol vytvorený ocelový kúpeľ obsahujúci Si 3,2 % hmotn., C 280 ppm, Al 350 ppm, N 70 ppm, S 30 ppm, Mn 750 ppm, Cu 2100 ppm, zvyšok tvorí železo a nevyhnutné nečistoty prítomné v odpade. Tekutý kúpeľ bol kontinuálne odliavaný do plátov, ktoré boli zahrievané v krokovej peci pri maximálnej teplote 1250 °C, udržiavané 15 minút, spracované

frézovaním nahruho a potom valcované za tepla do konečnej hrúbky medzi 2,1 a 2,2 mm.

Pásy boli potom kontinuálne žiahané pri maximálnej teplote 1100 °C, šesť z nich bolo valcovaných za studena v jednom kroku na hrúbku 0,22 mm. Za studena valcované pásy boli potom spracované na kontinuálnej multizónovej linke podľa nasledujúceho cyklu:

- prvá zóna, spracovanie pri 850 °C počas 180 sekúnd, vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s pomerom pH_2O/pH_2 0,6;
- druhá zóna, spracovanie pri 950 °C počas 25 sekúnd, vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s pomerom pH_2O/pH_2 0,05, v zmesi s amoniakom s nestálou ekvivalentnou rýchlosťou prietoku;
- tretia zóna, spracovanie pri 1100 °C počas 50 sekúnd, vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s pomerom pH_2O/pH_2 0,01;
- štvrtá zóna, spracovanie pri 970 °C počas 25 sekúnd, vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s pomerom pH_2O/pH_2 0,05;
- chladenie v suchom dusíku na 200 °C a potom chladenie vzduchom na izbovú teplotu.

Pre dva spracované pásy (DN) v druhej a štvrtej zóne bol k žihaciemu plynu pridaný prúd 40 l dusíka na štvorcový meter pásu na minútu spracovania; pre ďalšie štyri pásy sa nepoužil v štvrtej zóne amoniak, zatiaľ čo v druhej zóne bol amoniak poskytnutý pre dva pásy (SN1) pri 40 l na štvorcový meter pásu a na minútu spracovania a pre ostatné (SN2) pri 60 l na štvorcový meter pásu a na minútu spracovania.

Potom boli pásy skúšané a analyzované na zistenie obsahu dusíka a štruktúry zrna a potom podrobené čisteniu a žihaniu na ukončenie sekundárnej rekryštalizácie pri maximálnej teplote 1200 °C počas 3 hodín vo vodíku, vrátane času zahrievania od 200 °C, a chladenie pri 100 °C/s na 600 °C. Výsledky v súlade s chemickou analýzou a štruktúrou (po spracovaní kontinuálnym žihaním), ako aj magnetické charakteristiky pre šesť pásov, sú zaznamenané v tabuľke 7.

Tabuľka 7

	Kontinuálne žihanie			Konečné žihanie	
	Dusík (ppm)	Al ako AlN	Frakcia sekun. rekryštalizácie, %	B 800 (mT)	P 17 (W/kg)
SN 1	200	230	5 - 10	1920	0,87
SN 2	190	220	5 - 10	1930	0,89
DN	250	300	5 - 10	1950	0,93
DN	260	290	5 - 10	1960	0,90
SN 2	240	270	1 - 3	1910	0,90
SN 2	250	280	1 - 3	1930	0,92

Príklad 7

Ďalšie zvitky zo vsádzky valcovanej za tepla, opísané v príklade 6, boli rozdelené po žihaní do dvoch skupín na zistenie účinku pomeru zmenšenia hrúbky na konečné charakteristiky pásov produkovaných podľa tohto vynálezu. Šesť zvitkov bolo vyrobených podľa nasledujúcich programov valcovania za studena:

- jednostupňový z 2,1 mm na 0,35 mm (83 % redukcia) (S83);
- jednostupňový z 2,1 mm na 0,29 mm (86 % redukcia) (S86);
- jednostupňový z 2,2 mm na 0,26 mm (88 % redukcia) (S90);
- jednostupňový z 2,2 mm na 0,21 mm (90 % redukcia) (S90);

- dvojstupňový z 2,2 mm, s intermediárnou hrúbkou 0,7 mm, na 0,22 mm, s intermediárnym žiňaním pri 900 °C počas 40 sekúnd a 69 % redukciou hrúbky v druhom stupni valcovania (D69);
- dvojstupňový z 2,2 mm, s intermediárnou hrúbkou 0,7 mm, na 0,22 mm, s intermediárnym žiňaním pri 900 °C počas 40 sekúnd a 75 % redukciou hrúbky v druhom stupni valcovania (D75);
- dvojstupňový z 2,2 mm, s intermediárnou hrúbkou 0,7 mm, na 0,22 mm, s intermediárnym žiňaním pri 900 °C počas 40 sekúnd a 83 % redukciou hrúbky v druhom stupni valcovania (D83);
- dvojstupňový z 2,2 mm, s intermediárnou hrúbkou 1,5 mm, na 0,22 mm, s intermediárnym žiňaním pri 900 °C počas 40 sekúnd a 85 % redukciou hrúbky v druhom stupni valcovania (D85);

Pásky valcované za studena boli potom spracované podľa nasledujúcich cyklov kontinuálneho žiňania:

- prvá zóna, spracovanie pri 870 °C počas 180 sekúnd vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s pomerom p_{H_2O}/p_{H_2} 0,58;
- druhá zóna, spracovanie pri 970 °C počas 25 sekúnd vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s pomerom p_{H_2O}/p_{H_2} 0,05, zmiešané s amoniakom vstrekaným pri rôznych ekvivalentoch rýchlosti prietoku;
- tretia zóna, spracovanie pri 1100 °C počas 50 sekúnd vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s pomerom p_{H_2O}/p_{H_2} 0,01;
- chladenie v suchom dusíku na 200 °C a potom chladenie vzduchom na izbovú teplotu.

Rýchlosť prietoku amoniaku v druhej zóne bola menená v závislosti od hrúbky pásu, aby sa získal celkový obsah amoniaku na konci spracovania v rozmedzí medzi 180 a 210 ppm.

Na konci spracovania boli testovacie pásky skúšané pre analýzu a potom žiňané pri 1200 °C počas 4 hodín (vrátane času zahrievania od 250 °C) na dokončenie sekundárnej rekryštalizácie a ich vyčistenie.

V tabuľke 8 sú pre každú skúšku znázornené množstvá hliníka precipitovaného ako nitríd, stredné rozmery zrna, do ktorých boli zahrnuté sekundárne rekryštalizované zrná po kontinuálnom žiňaní, a výsledné hodnoty B 800 po vyčistení.

Tabuľka 8

	Kontinuálne žiňanie		Konečné žiňanie
	Al ako AlN (ppm)	Stredný priemer zrna (μm)	B 800 (mT)
S 83	190	24	1910
S 86	200	22	1920
S 88	180	23	1930
S 90	210	19	1920
D 69	200	27	1640
D 75	200	28	1840
D 83	190	25	1910
D 87	190	23	1920

Je potrebné poznamenať, že pod vplyvom špecifického zariadenia a podmienok procesu nebolo možné použiť podstatne nižšie pomery redukcie hrúbky než 80 % v testoch jednoduchého valcovania za studena. Ale v dvojstupňovom valcovaní za studena je možné vidieť silnú závislosť konečnej kvality od redukčného pomeru.

Príklad 8

Za tepla valcovaný pás z príkladu 6 bol kontinuálne žiňaný pri 1100 °C a potom valcovaný za studena na 0,26 mm.

Rôzne časti pásu boli kontinuálne žiňané podľa nasledujúcich cyklov:

- A)
- prvá zóna, spracovanie pri 870 °C počas 180 sekúnd (zahŕňujúce zahrievanie na teplotu spracovania, v trvaní 50 s) vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s pomerom p_{H_2O}/p_{H_2} 0,58;
 - druhá zóna, spracovanie pri 1000 °C počas 50 sekúnd vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s pomerom p_{H_2O}/p_{H_2} 0,01, zmiešané s amoniakom;
 - tretia zóna, spracovanie pri 1100 °C počas 50 sekúnd vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s pomerom p_{H_2O}/p_{H_2} 0,01.

alebo

- B)
- prvá zóna, spracovanie pri 870 °C počas 180 sekúnd (zahŕňujúce dobu zahrievania na teplotu spracovania, v trvaní 2 s) vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s pomerom p_{H_2O}/p_{H_2} 0,58;
 - druhá zóna, spracovanie pri 1000 °C počas 50 sekúnd vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s pomerom p_{H_2O}/p_{H_2} 0,1, zmiešané s amoniakom;
 - tretia zóna, spracovanie pri 1100 °C počas 50 sekúnd vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s pomerom p_{H_2O}/p_{H_2} 0,01.

Rýchle zahrievanie v prípade B bolo dosiahnuté použitím indukčného ohrevu v prvej fáze žiňania.

Vzorky uvedených žiňaných pásov boli potom spracované podľa nasledujúcich konečných cyklov žiňania:

1. z 600 na 1200 °C počas 35 hodín v N_2/H_2 (1 : 3), prehrievanie pri 1200 °C počas 5 hodín v H_2 ;
2. z 600 na 1200 °C počas 10 hodín v N_2/H_2 (1 : 3), prehrievanie pri 1200 °C počas 5 hodín v H_2 .

Výsledky sú uvedené v tabuľke 9.

Tabuľka 9

	B 800 (mT)	P 17 (W/kg)
Cyklus A-cyklus 1	1920	0,96
Cyklus A-cyklus 2	1910	0,98
Cyklus B-cyklus 1	1920	0,92
Cyklus B-cyklus 2	1930	0,90

Príklad 9

Za tepla valcovaný pás z príkladu 5 bol valcovaný za studena na 0,29 mm. Rôzne časti pásu boli kontinuálne žiňané podľa nasledujúceho cyklu:

- prvá zóna, spracovanie pri 870 °C počas 180 sekúnd (zahŕňujúce zahrievanie na teplotu spracovania, v trvaní 50 s) vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s pomerom p_{H_2O}/p_{H_2} 0,58;
- druhá zóna, spracovanie pri rôznych teplotách vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére obsahujúcej amoniak, majúci premenlivý ekvivalent rýchlosti prietoku, počas 50 sekúnd s cieľom zaviesť do všetkých vzoriek dané množstvo dusíka asi 150 ppm;
- tretia zóna, spracovanie pri 1100 °C počas 100 sekúnd vo vlhkej dusíkovo-vodíkovej atmosfére s pomerom p_{H_2O}/p_{H_2} 0,01.

Nitridačné teploty boli 750, 850 a 950 °C.

Konečné žihanie po pokrytí separátorom žihania na báze MgO bolo uskutočnené podľa nasledujúceho cyklu:

- zahrievanie zo 100 na 1150 °C počas 5 hodín v zmesi dusíka s vodíkom;
- prehrievanie pri 1050 °C počas 10 hodín v suchom vodíku;
- chladenie.

Výsledky, čo sa týka celkového dusíka po konečnom žihaní a magnetických charakteristik po konečnom žihaní, sú uvedené v tabuľke 10.

Tabuľka 10

Nitridačná teplota (°C)	Celkový dusík (ppm)	B 800 (mT)	P 17 (W/kg)
750	200	1540	2,25
850	210	1850	1,26
950	190	1910	0,98

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Spôsob riadenia a vedenia sekundárnej rekryštalizácie vo výrobe pásov z ocele na elektrotechnické účely s orientovaným zrnom, zahrnujúci v poradí kroky valcovania za studena pásu z kremíkovej ocele obsahujúcej, v hmotn. %, C 0,003 až 0,08, Al 0,01 až 0,04, N < 0,01, Mn 0,03 až 0,40, kontinuálneho žihania pásu valcovaného za studena na vykonanie procesu primárnej rekryštalizácie, ako aj rastu kryštálového zrna, kontinuálneho žihania na nitridovanie primárne rekryštalizovaného pásu, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že je charakterizovaný kombináciou v kooperačnom vzťahu nasledujúcich bodov:

(i) pás určený na valcovanie za studena už obsahuje častice druhej fázy schopné inhibovať rast zrna, distribuované vo všetkých častiach základnej hmoty a obsahujúce aspoň jeden prvok vybraný zo skupiny obsahujúcej síru, dusík, selén v takom množstve a rozložení, že Iz index, definovaný vzťahom

$$Iz = 1,9 fv/r,$$

(v ktorom fv a r sú v uvedenom poradí volumetrická frakcia a stredné rozmery uvedených druhých fáz) má hodnotu medzi 300 a 1400 cm⁻¹;

(ii) krok nitridácie sa vykonáva s cieľom priamo produkovať počas ncho precipitáty rovnomerne distribuované po celej hrúbke pásu a je užitočné na riadenie a vedenie sekundárnej rekryštalizácie; a

(iii) po kroku nitridácie sa vykonáva krok kontinuálneho žihania aspoň na naštartovanie orientovanej sekundárnej rekryštalizácie.

2. Spôsob podľa nároku 1, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že počas valcovania za studena pásu z ocele obsahujúcej kremík sa vykonáva aspoň jedna deformačná fáza bez žihania medzi operáciami s pomerom redukcie hrúbky vyšším než 70 %.

3. Spôsob podľa ktoréhokoľvek z nárokov 1 a 2, v ktorom pás z kremíkovej ocele obsahuje, v hmotn. %, C 0,003 až 0,08; Al 0,01 až 0,04; N < 0,01; Mn 0,03 až 0,40; (S + Se) < 0,03; Sn < 0,2; Cu < 0,40, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že je charakterizovaný kombináciou, v kooperačnom vzťahu, nasledujúcich fáz:

- tepelné spracovanie na primárnu rekryštalizáciu a rast zrn, ktoré sa môže tiež využiť ako krok dekarburizácie pri teplotách medzi 700 a 1000 °C;

- tepelné nitridačné spracovanie pri teplotách medzi 800 a 1100 °C;

- tepelné spracovanie na sekundárnu rekryštalizáciu pri teplotách medzi 1000 a 1200 °C, na ktorého konci sekundárna rekryštalizácia aspoň štartuje;

- čistiaca operácia, ktorá sa môže využiť tiež na dokončenie orientovanej sekundárnej rekryštalizácie pri teplotách vyšších než 1100 °C v čase nie kratšom než 15 minút, v ktorých všetky uvedené spracovania sú kontinuálne s výnimkou posledného, ktoré môže byť vykonávané v statickom žihaní.

4. Spôsob podľa nároku 3, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že po naštartovaní sekundárnej rekryštalizácie sa uskutoční ďalšie spracovanie nitridáciou pri teplotách medzi 900 a 1100 °C.

5. Spôsob podľa ktoréhokoľvek z predchádzajúcich nárokov, v ktorom pás z kremíkovej ocele obsahuje, v hmotn. %, C 0,003 až 0,08; Al < 0,04; N < 0,01; Mn < 0,40; (S + Se) < 0,005; Cu < 0,3; Sn < 0,20, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že zahrnuje nasledujúce kroky:

- tepelné spracovanie na primárnu rekryštalizáciu a rast zrna, ktoré sa môže tiež využiť ako krok dekarburizácie pri teplotách medzi 700 a 1000 °C;

- tepelné nitridačné spracovanie pri teplotách medzi 800 a 1100 °C;

- tepelné spracovanie na sekundárnu rekryštalizáciu pri teplotách medzi 1000 a 1200 °C, na ktorého konci je sekundárna rekryštalizácia ukončená;

v ktorých všetky uvedené spracovania sú kontinuálne.

6. Spôsob podľa ktoréhokoľvek z nárokov 3 a 6, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že

- tepelné spracovanie na primárnu rekryštalizáciu sa vykonáva pri teplote medzi 900 a 1000 °C;

- tepelné nitridačné spracovanie sa vykonáva pri teplote medzi 900 a 1000 °C;

- tepelné spracovanie na sekundárnu rekryštalizáciu sa vykonáva pri teplote medzi 1050 a 1150 °C;

- tepelná čistiaca operácia sa vykonáva pri teplote medzi 1150 a 1250 °C.

7. Spôsob podľa ktoréhokoľvek z nárokov 1 a 3 až 6, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že aspoň časť spracovaní zahrnuje zahrievaciu fázu pri rýchlosti medzi 400 a 800 °C/s.

8. Pás z ocele na elektrotechnické účely s orientovaným zrnom pre elektromagnetické aplikácie, vyrábaný podľa ktoréhokoľvek z predchádzajúcich nárokov, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že pred valcovaním za studena obsahuje častice druhej fázy rozložené vo všetkých častiach základnej hmoty a zahrnuje aspoň jeden prvok vybraný zo skupiny obsahujúcej síru, dusík, selén, v takom množstve a rozložení, že Iz má hodnotu medzi 300 a 1400 cm⁻¹ podľa vzťahu

$$Iz = 1,9 fv/r,$$

v ktorom fv a r sú v uvedenom poradí volumetrická frakcia a stredné rozmery druhých fáz.

9. Pás z ocele na elektrotechnické účely s orientovaným zrnom pre elektromagnetické aplikácie, vyrábaný podľa nároku 1, ktorý sa spracováva na primárnu rekryštalizáciu, rast zrna a možnú dekarburizáciu a na nitridovanie, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že na konci uvedeného nitridačného spracovania sú všetky precipitáty, priamo potrebné na kontrolu a vedenie orientovanej sekundárnej re-

kryštalizácie, prítomné rovnomerne rozložené v celej hrúbke pásu.

10. Pás z ocele na elektrotechnické účely s orientovaným zrnom na elektromagnetické aplikácie, vyrábaný podľa nároku 1, ďalej spracovávaný kontinuálnym žihaním aspoň na naštartovanie sekundárnej rekryštalizácie, **v y - z n a ě u j ú c i s a t ý m**, že po uvedenom kontinuálnom žihaní obsahuje orientované, sekundárne rekryštalizované zrná majúce rozmery aspoň 0,3 mm.

Koniec dokumentu
