



[B] (11) **KUULUTUSJULKAISU**
UTLÄGNINGSSKRIFT 59618

C (45) Patentti myönnetty 10 09 1981
Patent meddelat
(51) Kv.lk.³/Int.Cl.³ C 22 C 38/04

SUOMI—FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21) Patenttihakemus — Patentansökning	90/74
(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag	14.01.74
(23) Alkuperäpäivä — Giltighetsdag	14.01.74
(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig	15.07.75
(44) Nähtävölkälpänon ja kuul.julkaisun pvm. — Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	29.05.81
(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet	

- (71) Kawasaki Steel Corporation, No. 1-28, 1-Chome, Kitahonmachi-Dori, Fukiai-ku, Kobe City, Japani-Japan(JP)
- (72) Takuichi Imanaka, Chiba City, Takahiro Kan, Chiba City, Yoshio Obata, Chiba City, Toru Sato, Chiba City, Japani-Japan(JP)
- (74) Leitzinger Oy
- (54) Menetelmä kidesuunnattujen sähköteräslevyjen valmistamiseksi, joilla on korkea magneettinen induktio - Förfarande för framställning av kristallorienterade el-stålskivor med hög magnetisk induktion

Keksinnön kohteena on menetelmä sähköteräslevyjen valmistamiseksi, joilla on (110)/001/-suuntaus ja B_g -arvo yli $1,85 \text{ Wb/m}^2$.

Tekniikan tasossa on tunnettua valmistaa kidesuunnattuja sähköteräslevyjä, joilla on normaaleihin piiteräksiin nähden parannetut magneettiset ominaisuudet ja vähäisemmät rautahäviöt. Esim. US-patenttijulkaisusta 3 556 873 tunnetaan menetelmä seleenipitoisen piiteräksen valmistamiseksi, jolla on (110)/001/-suuntaus vallitsevana ja jossa käytetään hyväksi mangaaniselenidin kykyä saada aikaan määrätyillä edellytyksillä vaadittu kidesuuntaus. Koska pelkkä seleenin lisääminen ei vielä välttämättä johda vaaditun kidesuuntauksen aikaansaamiseen, käytetään tunnetussa menetelmässä hyvin rikki-köyhää piiterästä lähtömateriaalina, jossa hiilen, mangaanin ja seleenin pitoisuuksien täytyy olla huolellisesti toisiinsa nähden mitoitettut. Erityisesti täytyy vaadittavaa mangaaniselenidin muodostusta silmälläpitäen olla mangaanipitoisuus huolellisesti mitoitettu seleenipitoisuuteen nähden, jotta varmistetaan, että seleenin lisääminen todellakin saa aikaan vaaditun kidesuuntauksen. Tämän johdosta käytetään tunnetussa menetelmässä lähtömateriaalia, joka sisältää 0,02 - 0,07 % hiiltä, 2 - 4 % piitä, vähintään 0,045 % mangaania, vähemmän kuin 0,008 % rikkiä ja 0,01 - 0,1 % seleeniä. Tämä läh-

tömateriaali aluksi kuumavalssataan, sitten normalisoidaan ja kylmävalssataan välimitoitukseen, mikä jälkeen seuraa uusi normalisointi ja kylmävalssaus lopulliseen mitoitukseen. Loppukylmävalssauksen jälkeen materiaali saatetaan hiilenpoistohehkutuksen ja lopullisen puhdistus- ja teksturointihehkutuksen alaiseksi, joissa käytetään aina 1117°C :een kohoavia lämpötiloja.

Tämä tunnettu menetelmä on sikäli epäedullinen, että sillä valmistetulla kidesuunnatulla sähköteräslevyllä B_g -arvo ei missään tapauksessa voi ylittää $1,85 \text{ Wb/m}^2$, ja loppuhehkutuksissa tarvitaan yli 1000°C lämpötiloja, mistä on seurauksena suuri energian kulutus ja tulenkestävien hehkutusuunivuorausten suuri tarve. Tunnetun menetelmän lisäepäkohta on nähtävissä siinä, että lähtömateriaalissa täytyy olla mangaania välttämättömänä komponenttina. Täten on tunnettu menetelmä rajoittunut mangaanipitoisten sähköterästen käsittelyyn.

DT-hakemusjulkaisusta 1 920 968 tunnetaan menetelmä korkean magneettisen induktion omaavien magneettilevyjen käsittelyä, joka perustuu alumiininitridin erottamiseen kiteiden kasvuinhibiiteiksi. Tästä syystä täytyy tämän tunnetun menetelmän lähtömateriaalin sisältää alumiinia ja typpeä sopivissa määräsuhteissa. Tässä tunnetussa menetelmässä tällainen lähtömateriaali kuumavalssataan ja sitten toistuvien kylmävalssausten ja välihehkutusten avulla saatetaan lopulliseen mitoitukseen, jolloin ennen lopullista kylmävalssausta pelkistysasteella 65 - 95 % suoritetaan välihehkutus γ -muuttumislämpötilassa, josta lämpötilasta materiaali äkkijäähdytetään alle $750 - 950^{\circ}\text{C}$ lämpötilaan, niin että alumiininitridin erottuminen tapahtuu vaaditussa määrässä ja muodossa. Lopuksi tapahtuu loppuhehkutus yli 800°C :een, jotta aikaansaadaan sekundäärinen uudelleen kiteytyminen valssaussuunnassa. Sikäli kun alumiininitridin (AlN) erottuminen, joka muodostaa tunnetun menetelmän perustan, ei tule estetyksi, voi lähtömateriaali sisältää myös pieniä määriä rikkiä, seleeniä yms. Mainitussa hakemusjulkaisussa kuitenkin korostetaan, että nimenomaan AlN-erottumiset kykenevät aikaansaamaan selektiivisen kiteiden kasvun valssaussuunnassa.

Tämä tunnettu menetelmä on sikäli epäedullinen, että sillä ei kyetä aikaansaamaan teräslevyjä, joiden B_g -arvo on yli $1,85 \text{ Wb/m}^2$, minkä lisäksi tulee se epäkohta, että on suoritettava lukuisia lämpökäsittelyvaiheita vaaditun AlN erottumisen aikaansaamiseksi.

Keksinnön tarkoituksena on näin ollen saada aikaan menetelmä, jolla teknisesti yksinkertaisella tavalla on mahdollista valmistaa kidesuunnattuja sähkölevyjä, joiden B_g -arvo on yli $1,85 \text{ Wb/m}^2$.

Tämän tarkoituksen saavuttamiseksi on keksinnön mukainen menetelmä tunnettu siitä, että lähtömateriaalina toimiva piiteräs, jossa on vähemmän kuin 0,06 % hiiltä, vähemmän kuin 4 % piitä, 0,005 - 0,2 % antimonia, 0,008 - 0,1 % seleeniä ja/tai rikkiä, kuumavalssataan, hehkutetaan ja mahdollisesti toistettavien kylmävalssauksen ja välihehkutusten avulla, 40 - 85 %:n pelkistysasteella loppukylmävalssauksessa valssataan lopulliseen paksuuteen, ja että kylmävalssattu levy saatetaan hiilenpoistohehkutukseen sekä 10 - 120 tuntiseen hehkutukseen sekundääristä uudelleenkiteytymistä varten lämpötiloissa $800 - 920^\circ\text{C}$.

Edullisimmin lähtömateriaali sisältää 0,02 - 0,2 % mangaania, jolloin on lisäksi edullista, että lähtömateriaali sisältää vähemmän kuin 0,5 % kromia, niobia, vanadiumia, volframia, booria, titaania, zirkoniumia tai tantaalia.

Sopivimmin lähtömateriaali sisältää telluuria, jolloin seleeni ja/tai rikki on osittain korvattu telluurilla.

Tällöin on lisäksi osoittautunut edulliseksi, että lähtömateriaalin antimonimäärä on 0,012 - 0,045 % ja että loppukylmävalssaus suoritetaan pelkistysasteella 50 - 77 %.

Keksinnöllä aikaansaatu tekninen edistys on ensisijaisesti nähtävissä siinä, että keksinnön mukainen menetelmä tekee mahdolliseksi valmistaa teknisesti yksinkertaisella ja taloudellisesti edullisella tavalla kidesuunnattuja teräksiä, joilla on aikaisemmin saavuttamattoman edulliset magneettiset ominaisuudet, toisin sanoen B_g -arvo yli $1,85 \text{ Wb/m}^2$.

Mainitulla B_g -arvolla on ymmärrettävä magneettista induktiota magneettikentän voimakkuudella 800 A/m.

Yleensä valmistettaessa kidesuunnattuja sähköteräslevyjä sisältävät kuumavalssatut lähtöaineet sopivan määrän inhibiittejä, jotka hehkutuksen aikana estävät normaalin kidekasvun, ja lähtöaineet kylmävalssataan lopulliseen levypaksuuteen, jolloin suoritetaan tarvittavassa

määrin välihehkutuksia. Täten käsiteltyt levyt saatetaan sitten hiilenpoistoon ja korkeassa lämpötilassa 1100 - 1200°C sekundääriiseen uudelleenkiteytyshehkutukseen, jotta aikaansaadaan selektiivisesti kidekasvua, jolla on (110)/001/-suuntaus. Mainittua suuntausta vastaamattomien kiteytymien kasvua estetään pienillä erottumilla mangaanisulfidia, mangaaniselenidiä tai alumiininitridiä tms., jotka ovat erottuneet kiderajoille.

Keksinnön mukaisen menetelmän suorittamiseksi on tarpeellista, että antimonia ja ainakin toista aineista seleeni ja telluuri esiintyy lähtömateriaalina käytetyssä piiteräksessä.

Antimonin käyttö selektiivisen kidekasvun ohjaamiseen primäärikiteytymisessä on tunnettua jo japanilaisesta patenttijulkaisusta 8214/64, jolloin lähtömateriaalissa tulee olla 0,005 - 0,1 % antimonia.

Keksintö perustuu sille johtoajutukselle, että antimonin ehkäisevää vaikutusta niiden primäärikiteiden kidekasvuun, joiden suuntaus huomattavasti poikkeaa (110)/001/-suuntauksesta, vahvistetaan huomattavasti seleenin tai rikin avulla. Toistuvien kylmävalssausten jälkeen, kun lähtömateriaali on halutussa lopullisessa levypaksuudessa, saatetaan käsitelty levy primääriseen uudelleenkiteytyshehkutukseen, jonka vaikutuksesta myös aikaansaadaan hiilen poisto. Tähän liittyvä loppuhehkutus palvelee sekundääristen uudelleenkiteytyneiden kiteytymien kasvattamiseksi, joilla on (110)/001/-suuntaus.

Keksintöä selostetaan seuraavassa lähemmin viittaamalla oheisiin piirustuksiin, joissa

kuviot 1A ja 1B esittävät kaavioita, jotka kuvaavat rikki- ja seleenipitoisuuksien ja magneettisen induktion välisiä riippuvuuksia.

Kuvio 2 esittää kaaviota, joka kuvaa antimonipitoisuuden ja B_g -arvon välistä riippuvuutta määrätyillä S- ja Se-pitoisuuksilla.

Kuvio 3 esittää kaaviota, joka kuvaa B_g -arvon riippuvuutta sekundäärikiteytymisen lämpötilasta keksinnön mukaisesti käsiteltyllä näytteellä A ja tähänastisella tavalla käsiteltyllä näytteellä B.

Kuvio 4 esittää kaaviota, joka kuvaa B_8 -arvon suhdetta rautahäviöihin määrättyllä antimonipitoisuudella valmistuotteessa, ja

kuvio 5 esittää kaaviota, joka kuvaa valssauskertojen vaikutusta B_8 -arvoon käytettäessä keksinnön mukaisesti seleeni- ja antimonipitoista lähtömateriaalia ja toisaalta yksinomaan seleenipitoista lähtömateriaalia.

Kuviot 1A ja 1B esittävät tyypillisiä riippuvuuksia rikki- ja seleenipitoisuuksien ja magneettisen induktion B_8 välillä, kun kyseessä on seuraavalla tavalla valmistetut tuotteet: 3 mm paksut kuumavalssatut levyt, jotka oli sulatettu sähköuunissa ja sisälsivät noin 3 % piitä ja noin 0,03 % antimonia, hehkutettiin 5 minuutin ajan lämpötilassa 900°C . Sen jälkeen nämä levyt kylmävalssattiin paksuuden pienentyessä 60 - 85 % samalla kun suoritettiin 5 minuutin välihehkutus lämpötilassa 950°C . Viimeisessä kylmävalssauksessa levyjen paksuus pieneni 40 - 80 %, jolloin saavutettiin loppupaksuus 0,30 - 0,35 mm. Levyille suoritettiin hiilenpoisto kosteassa vetyilmakehässä lämpötilassa 820°C ja 50 tuntia kestävä sekundääri uudelleenkietysherkutus suoritettiin lämpötilassa 850°C ja uunihehkutus lämpötilassa 1200°C . Seleenin pitoisuudella 0,012 - 0,045 % ja rikin pitoisuudella 0,012 - 0,045 % saavutettiin niinkin korkea B_8 -arvo kuin $1,90 \text{ Wb/m}^2$.

Kuviossa 2 esitetty kaavio kuvaa magneettista induktiota saadulla tuotteella, jota käsiteltiin seuraavasti: Sähköuunissa sulatettua teräsharkkoa, joka sisältää noin 3 % Si, 0 - 0,20 % Sb, 0,02 - 0,04 % Se, 0,001 - 0,008 % tai 0,02 - 0,05 % S, samoissa vaiheissa kuin kuviossa 1 on esitetty. Kuvioista 2 voidaan havaita, että kun vähintään toista aineista Se ja S sisältyy piiteräsvalanteeseen, joka sisältää 0,005 - 0,20 % Sb, niin B_8 arvot ovat parempia kuin niissä tapauksissa, joissa on 0,005 - 0,20 % Sb yksistään, 0,02 - 0,05 % S yksistään tai 0,02 - 0,04 % Se yksistään. Kun Sb sisältö on vähemmän kuin 0,005 %, vieläpä jos Se ja/tai S on lisätty, niin B_8 arvot eivät ylitä $1,85 \text{ Wb/m}^2$, ja myös jos Sb ylittää 0,2 %, niin B_8 arvo laskee ja magneettiset ominaisuudet huononevat. Kun Sb määrä on enemmän kuin 0,005 % mutta vähemmän kuin 0,2 %, niin B_8 arvoa voidaan parantaa. Erityisesti kun Sb on alueella 0,01 - 0,1 %, niin B_8 arvoon ei huomattavasti vaikuta Sb sisältö ja Sb alueella 0,02 - 0,04 %, korkein B_8 arvo voidaan saavuttaa.

Toisaalta, kuten esitetään kuviossa 1A, kun Se ja S määrien summa on

vähemmän kuin 0,008 %, niin ei voida saavuttaa haluttua B_8 arvoa. Se ja S määrien suuri lisäys tuskin vaikuttaa B_8 arvoon, mutta kuumahaurautta voi ilmaantua kuumavalssauksessa ja rautahäviö on ilman muuta huonontunut johtuen Se ja S jäännöksestä. Siten liian suuri lisäys aineita Se tai S ei ole suositeltavaa ottamalla huomioon teollisuustuotannon. Siten yläraja-aineiden Se ja S määrien summalle on määritetty olevan 0,10 %.

C on rajoitettu pienemmäksi kuin 0,06 %. Tämä rajoitus on määritetty hiilenpoiston taloudellisuuden välttämättömyyden vuoksi, sillä C sisältö täytyy laskea vähemmäksi kuin noin 0,005 % hiilenpoistovaiheessa, jotta kehitettäisiin haluttuja sekundääritekiteitä. Si määrä on rajoitettu vähemmäksi kuin 4 % hyvän kylmätyöstettävyyden varmistamiseksi.

Kuten edellä on selitetty, tässä keksinnössä on oleellista se, että Sb ja ainakin toista aineista Se ja S sisältyy piiteräkseen, mutta on selvää, että hyvin tunnettuja aineita, joita lisätään tavallisiin piiteräksiin, on läsnä. Esimerkiksi on suositeltavaa käyttää 0,02 - 0,2 % Mn. Lisäksi on sallittavaa korvata Se tai S Te:lla, joka on hyvin tunnettu primäärisen kidekasvun estoaine, minkä lisäksi voidaan vielä lisätä Te. Edelleen estoaineita Cr, Nb, V, W, B, Ti, Zr ja Ta voidaan lisätä määrässä vähemmän kuin 0,5 %. Pienet alumiinipitoisuudet, esim. alle 0,02 %, joita käytetään hapetuksen estämiseen, eivät ole haitallisia. Kuitenkin Al jäännösmäärä on valmistuotteessa tavallisesti vähemmän kuin 0,005 %.

Tämän keksinnön mukainen piiteräsharkko valmistetaan tavallisesti hyvin tunnetulla teräksen valmistusprosessilla ja siten valmistettu piiteräsvalanne kuumavalssataan hyvin tunnetulla menetelmällä sekä siten saatu kuumavalssattu levy saatetaan ainakin yhteen päästövaiheeseen ja ainakin yhteen kylmävalssausvaiheeseen ja lopulliseen levypaksuuteen, ja sitten hiilenpoistovaiheeseen ja sen jälkeen lopulliseen päästövaiheeseen sekundääristen uudelleenkiteytymisytimien kehittämiseksi, joissa on (110)/001/-suuntaus.

Tavat näiden perättäisten vaiheiden suorittamiseksi selitetään yksityiskohtaisesti seuraavassa.

Tämän keksinnön mukaisen raaka-aineen sulattamiseksi voidaan käyttää LD konvertterea, sähköuunia, lieskauunia ja muita tunnettuja teräksenvalmistusprosesseja sekä tyhjökäsittely- tai tyhjäsulatusprosessia voidaan käyttää yhdessä. Lisäksi keinot harkon eli valanteen valmis-

tamiseksi voidaan järjestää tavallisella muottivalulla ja jatkuvalla valulla.

Tässä keksinnössä on oleellista käyttää raaka-ainetta sisältäen Se tai S lisäyksenä Sb määrään, mutta Se tai S lisäystä aineeseen on jo ehdotettu ja tämä lisäys voidaan järjestää jollakin tunnetulla prosessilla. Esimerkiksi aineita voidaan lisätä sulatettuun teräseen harkon valmistuksessa ja edelleen voidaan järjestää näitä lisäämällä sopiva määrä Se tai S päästöerottimeen käytettäväksi lopullisessa päästössä.

Saadut teräsharkot tai liuskat valmistettuna jatkuvalla valulla voidaan kuumavalssata hyvin tunnetulla menetelmällä. Yleensä liuskat ja levyt kuumavalssataan ja kehitetään jatkuvissa kuumanauhavalssauskoneissa, yleensä sen jälkeen kun ne ovat kuumennetut edullisesti lämpötilaan 1200 - 1350°C. Kuumavalssatun levyn paksuus riippuu seuraavasta kylmävalssausvaiheesta, mutta se on yleensä noin 2 - 5 mm.

Sitten kuumavalssattu levy kylmävalssataan ja tämän keksinnön mukaisesti kylmävalssaus suoritetaan ainakin kerran, mutta jotta saataisiin korkea tämän keksinnön mukaisen tuotteen B_8 arvo, niin on tarpeellista kiinnittää täysi huomio lopulliseen kylmävalssausmäärään.

Kuvio 5 on kaavio kuvaten B_8 arvon suhdetta lopulliseen kylmävalssausmäärään, kun sulaa teräs sisältää noin 3 % Si, noin 0,06 % Mn, 0,03 % C, ja 0,003 % S on lisätty (a) 0,018 % Se ja 0,030 % Sb ja (b) 0,015 % Se kanssa, jotta valmistetaan harkkoja, joista kukin on käsitelty samalla tavoin, kuten on selitetty kuvioden 1 ja 2 yhteydessä. Tästä kuvioista havaitaan, että tämän keksinnön mukaisesti aineessa korkea B_8 arvo voidaan saavuttaa alueella 40 - 85 % lopullisen kylmävalssauksen määrällä. Erityisesti kylmävalssausmäärä 50 - 77 % antaa B_8 arvon enemmän kuin 1,90 Wb/m². Toisaalta kun lopullinen kylmävalssausmäärä ylittää 85 %, niin primääriset uudelleenkiteytetyt ytimet, joiden suuntaus suuresti poikkeaa suuntauksesta (110)/001/, ovat myös kehittyneet ja edulliset sekundääriset uudelleenkiteytetyt ytimet eivät ole kehittyneet tyydyttävästi. Tuloksena B_8 arvo on nopeasti huonontunut. Lisäksi, kun mainittu määrä on vähemmän kuin 40 %, niin voidaan saavuttaa suuri kasvu sekundäärisillä uudelleenkiteytetyillä ytimillä, mutta niiden /100/ akselit tulevat hajalleen suunnatuiksi valssaussuuntaan nähden ja B_8 arvoa korkeampaa kuin 1,85 Wb/m² ei voida saavuttaa.

Kylmävalssaus suoritetaan tavallisesti kahdesti ja kahden kylmävalss-

sauksen välillä suoritetaan välihehkutus $850 - 1100^{\circ}\text{C}$. Ensimmäisen valssauksen tapauksessa vähennysmäärä on noin 60 - 85 %. Kuitenkin on mahdollista, että kuumavalssatut levyt vähennetään lopulliseen mitaan yhdessä kylmävalssausvaiheessa, jolloin B_8 arvo on enemmän kuin $1,85 \text{ Wb/m}^2$, ja tämä voidaan saavuttaa. Siinä tapauksessa kun kuuma-valssattu levy saatetaan hehkutukseen lämpötilassa $850 - 1100^{\circ}\text{C}$, jotta kuumavalssattu rakenne tulisi homogeeniseksi, niin voidaan saavuttaa edullinen tulos. Nämä hehkutukset tavallisesti suoritetaan jatkuvalla uunilla, mutta ne voidaan järjestää myös muilla keinoilla, kuten laatikkohehkutuksella ja sellaisella.

Teräslevy oman halutun levypaksuuden lopullisen kylmävalssauksen jälkeen saatetaan hiilenpoistoherkutukseen. Tämä hehkutus pyrkii kylmävalssatun rakenteen muutoksella primääriseen uudelleenkitetyttyyn rakenteeseen ja samanaikaisesti C poistoon, joka on harmillista sekundääristen uudelleenkitetyttyjen ytimien kasvulle suuntauksella (110)/001/ lopullisessa päästössä. Esimerkiksi mainittu hehkutus suoritetaan märkävedyssä lämpötilassa $750 - 850^{\circ}\text{C}$ 5 - 15 minuuttia ja jotain muuta tunnettua prosessia voidaan käyttää.

Lopullinen päästö suoritetaan, jotta kasvatettaisiin sekundäärisiä uudelleenkitetyttyjä ytimiä (110)/001/-suuntauksella ja vähennettäisiin jääviä epäpuhtauksia, jotka ovat ikäviä rautahäviöarvolle. Tavallisessa käytännössä lämpötila kohotetaan suoraan viivytyksittä korkeammalle kuin 1000°C laatikkohehkutuksella ja tämä lämpötila pidetään, kunnes tarkoitukset ovat saavutetut. Tämän keksinnön mukaisesti kuitenkin sekundäärinen uudelleenkitetytyshehkutus ja puhdistushehkutus aikaansaadaan eri lämpötila-alueilla. Nimittäin sekundäärinen uudelleenkitetytyshehkutuslämpötila on toivottava olevan niin alhainen kuin mahdollista, mikäli sekundäärisiä uudelleenkitetytysytimiä voidaan kehittää, ja tällaisilla keinoilla B_8 arvo kohotetaan paljon korkeammalle kuin siten, että tavallisilla vaiheilla pidetään korkea lämpötila. B_8 arvo on riittävän korkea myös jos sekundäärinen uudelleenkitetytyshehkutus on täydellinen ja päättynyt, mutta jotta laskettaisiin tuotteen rautahäviötä, on toivottavaa lisätä sitten puhdistushehkutus korkeassa lämpötilassa pitäen lämpötilan, joka ei tule y alueelle. Tämä lämpötila puhdistushehkutusta varten riippuu Si sisälöstä. Tämä lopullinen hehkutus suoritetaan laatikkohehkutuksella käyttämällä hehkutuserotinta, kuten magnesiumoksidia.

Kuvio 3 kuvaa saatua tulosta raaka-aineesta A (levypaksuus: 3,0 mm)

sisältäen 3,3 % Si, 0,02 % Sb, 0,015 % Se ja tavallisesta raaka-aineesta B (levypaksuus: 2,0 mm) sisältäen 3,3 % Si, ei Sb lisäystä ja 0,015 % Se. Molemmat raaka-aineet A ja B saatetaan primääriseen kylmävalssaukseen vähennysmäärällä 70 %, välihehkutukseen 950°C 5 minuuttia ja sitten sekundääriseen kylmävalssaukseen vähennysmäärällä 67 % A varten ja 50 % B varten lopullisen mitan 0,30 mm aikaansaamiseksi ja sitten hiilenpoistohehkutus märkävedyssä 820°C. Sitten kylmävalssattu levy saatetaan sekundääriseen uudelleenkiteytyshehkutukseen lämpötilassa 840 - 960°C 80 tuntia H₂:ssa ja sitten lopullinen hehkutus 1180°C 5 tuntia.

Kuten havaitaan kuviossa 3, kun lämpötila sekundääristä uudelleenkiteytystä varten on alempi, niin B₈ magneettinen ominaisuus on huomattavasti parantunut. Lisäksi piisisältö sisältäen Sb ja Se on erityisen huomattava B₈ arvon parannuksessa.

Kuvio 3 kuvaa sitä, että sekundäärinen uudelleenkiteytyshehkutuslämpötila, korkeampi kuin 930°C, ei täysin paranna B₈ arvoa ja on vaikea saavuttaa B₈ arvo korkeampi kuin 1,85 Wb/m². Toisaalta sekundäärinen uudelleenkiteytys tapahtuu myös hehkuttamalla lämpötilassa alempi kuin 800°C, mutta tämä ottaa pitemmän ajan ja se ei ole taloudellisesti hyvä. Siten tämän keksinnön mukaisesti sekundäärinen uudelleenkiteytyslämpötila on suositeltava olevan 800 - 920°C. Keksinnön toisen periaatteen mukaisesti on täydellinen kehitys sekundäärisellä uudelleenkiteytysytimellä alemmassa lämpötilassa ja tarkoitusta varten lämpötila 800 - 920°C pidetään 10 - 120 tuntia tai tällä lämpötila-alueella lämpötila asteittaisesti kohotetaan, esimerkiksi määrällä 0,5 - 10°C/h.

Kuten on jo tunnettua, Se ja S sisältyen teräslevyyn, sitten kun ne ovat toimineet sekundäärisen uudelleenkiteytysytimen kasvattamiseksi suuntauksella (110)/001/ lopullisessa päästössä, poistetaan tai niitä vähennetään niin paljon kuin mahdollista, sillä nämä aineet ovat ikäviä rautahäviön suhteen. Se ja S poisto voidaan saavuttaa järjestämällä hehkutus H₂:ssa pitkän ajan, ja erityisesti kun Si on korkeampi kuin 2,0 %, hehkuttamalla lämpötilassa korkeammalla kuin 1000°C, S ja Se poistetaan. Toisaalta Sb omaa aktiviteetin estäen primääristen uudelleenkiteytyneiden ytimien kasvua, ja kuten esitetään kuviossa 4, myös jos Sb jää teräslevyyn, niin se ei vaikuta rautahäviöarvon huonontumiseen. Tämä on hyvin ominaista ja ei ole tarpeellista erityisesti poistaa Sb lopullisessa hehkutuksessa.

Seuraavat esimerkit ovat esitetyt tämän keksinnön kuvaustarkoituksessa, eivätkä ole tarkoitettut rajoittamaan sitä. Termi "%" tässä käytettynä tarkoittaa painoa.

Esimerkki 1

Piiteräsharkko sisältäen 0,020 % C, 2,90 % Si, 0,06 % Mn, 0,030 % Sb ja 0,020 % Se esivalssattiin ja sitten kuumennettiin 1250°C 1 tunnin ajan, jota seurasi jatkuva kuumavalssausvaihe 3 mm paksuuteen, primäärinen kylmävalssaus vähennysmäärällä 75 % ja sitten hehkutus 900°C 5 minuuttia sekä lopuksi kylmävalssaus vähennysmäärällä 60 % 0,3 mm:n paksuuteen. Sitten levy hiilipoistettiin märkävedyssä 820°C 5 minuuttia ja lopuksi hehkutettiin. Lopullisessa hehkutuksessa lämpötila pidettiin 870°C 20 tunnin ajan sekundääristen uudelleenkiteytyneiden ytimien kehittämiseksi täysin ja sitten lämpötila kohotettiin 1200°C ja pidettiin 5 tuntia tässä lämpötilassa. Tuloksena siten saadun tuotteen magneettiset ominaisuudet olivat seuraavat:

$$B_g : 1,91 \text{ wb/m}^2$$

$$W_{17/50} : 1,21 \text{ w/kg}$$

Esimerkki 2

Piiteräsharkko sisältäen 0,03 % C, 2,95 % Si, 0,056 % Mn, 0,022 % Sb, 0,009 % S ja 0,015 % Se esivalssattiin ja sitten kuumennettiin 1320°C 1 tunnin ajan, jota seurasi jatkuva kuumavalssausvaihe 2 mm paksuuteen ja sitten kerran jäähdytettiin ja jatkuvasti hehkutettiin N₂ ilmakehässä 5 minuutin ajan 900°C. Sitten suoritettiin primäärinen kylmävalssaus vähennysmäärällä 50 %, jotta saatiin levy omaten 0,30 mm paksuuden. Sitten järjestettiin hiilenpoistohehkutus 820°C 5 minuuttia ja edelleen tavallinen laatikkohehkutus suoritettiin 1180°C 5 tuntia. Tuloksena saatiin piiteräslevy, joka omasi seuraavat ominaisuudet.

$$B_g : 1,88 \text{ wb/m}^2$$

$$W_{17/50} : 1,24 \text{ w/kg}$$

Esimerkki 3

Piiteräsvalanne sisältäen 0,025 % C, 3,25 % Si, 0,019 % Sb, 0,020 % Se ja jäännösmäärän S (0,004 %) kuumavalssattiin 3 mm paksuuteen ja pääs-

tettiin 970°C 5 minuuttia, sitten järjestettiin primääri kylmävalssaus vähennysmäärällä 75 % ja sekundäärinen kylmävalssaus vähennysmäärällä 64 % (0,3 mm paksuus) ja kahden kylmävalssauksen välillä välihehkus suoritettiin 900°C. Sitten suoritettiin hiilenpoistohehkus ja lopullinen päästö. Tässä tapauksessa lämpötila 860°C pidettiin 50 tuntia sekundääristen uudelleenkiteytyneiden ytimien kasvattamiseksi täysin ja sitten 1180°C pidettiin 5 tuntia. Tuloksena siten saadun tuotteen ominaisuudet olivat seuraavat.

$$B_g : 1,91 \text{ wb/m}^2$$

$$W_{17/50} : 1,11 \text{ w/kg}$$

Esimerkki 4

Jatkuva valettu levy omaten koostumuksen 0,015 % C, 2,90 % Si, 0,08 % Sb, 0,03 % Se ja jäännösmäärän S (0,003 %) sekä 0,05 % Mn kuumavalssattiin 3 mm paksuuteen. Saatu levy saatettiin primääri kylmävalssaukseen vähennysmäärällä 60 %, välihehkus 950°C ja sitten sekundäärinen kylmävalssaus vähennysmäärällä 75 % (0,3 mm paksuus). Sitten seurasi hiilenpoistohehkus ja lopullinen hehkus 1200°C 5 tuntia. Siten saadun tuotteen ominaisuudet olivat seuraavat.

$$B_g : 1,86 \text{ wb/m}^2$$

$$W_{17/50} : 1,28 \text{ w/kg}$$

Esimerkki 5

Kun oli saatu piiteräs kuumavalssattu levy (3 mm paksuus) sisältäen 0,040 % C, 2,90 % Si, 0,015 % Sb, 0,02 % Se ja 0,03 % S, niin suoritettiin primääri kylmävalssaus vähennysmäärällä 78 %, välihehkus 950°C ja sitten sekundäärinen kylmävalssaus vähennysmäärällä 50 %, jotta saadaan levy omaten 0,30 mm paksuuden. Hiilenpoistohehkuksen jälkeen levy asteittain kuumennettiin lämpötilasta 800°C lämpötilaan 900°C 30 tunnin ajan määrällä 3°C/h, ja lämpötila 1180°C pidettiin 5 tuntia. Tuloksena lopullisen hehkuksen suorituksessa saatiin piiteräslevy omaten seuraavat ominaisuudet.

$$B_g : 1,93 \text{ wb/m}^2$$

$$W_{17/50} : 1,22 \text{ w/kg}$$

Esimerkki 6

Teräsvalanne sisältäen 0,025 % C, 0,8 % Si, 0,020 % Se ja 0,030 % Sb esivalssattiin ja kuumavalssattiin ja saatiin levy 2,0 mm paksuudella. Hehkutuksen jälkeen 1000°C 5 minuuttia suoritettiin kylmävalssaus vähennysmäärällä 60 % ja saatiin levy omaten 0,8 mm paksuuden. Edelleen hiilenpoistohehkutuksen jälkeen suoritettiin lopullinen hehkutus H₂ ilmakehässä 900°C 24 tuntia. Tuloksena saatiin tuote omaten seuraavat ominaisuudet:

$$B_8 : 1,98 \text{ wb/m}^2$$

Esimerkki 7

Piiteräsharkko sisältäen 0,03 % C, 3,25 % Si, 0,05 % Mn, 0,030 % Sb ja 0,02 % Se valmistettiin LD konvertterissa, esivalssattiin ja kuumennettiin 1320°C 60 minuuttia. Kuumavalssauksen jälkeen 3 mm paksuuteen levy hehkutettiin 900°C 5 minuuttia. Primäärisellä ja sekundäärisellä kylmävalssauksella vähennysmäärällä 71 % ja 65 % vastaavasti ja välihehkutuksella 920°C 5 minuuttia väheni levyn paksuus määrään 0,30 mm, ja sitten levy hiilipöistettiin märkävedyssä 820°C 5 minuuttia. 850°C pidettiin 80 tuntia sekundääristen uudelleenkiteytyneiden ytimien täysin kasvattamiseksi. Lopuksi levy hehkutettiin 1180°C 5 tuntia. Tuloksena saadun tuotteen magneettiset ominaisuudet olivat seuraavat.

$$B_8 : 1,92 \text{ wb/m}^2$$

$$W_{17/50} : 1,07 \text{ w/kg}$$

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä sähköteräslevyjen valmistamiseksi, joilla on (110)/001/-suuntaus ja B_8 -arvo yli $1,85 \text{ WB/m}^2$, t u n n e t t u siitä, että lähtömateriaalina toimiva piiteräs, jossa on vähemmän kuin 0,06 % hiiltä, vähemmän kuin 4 % piitä, 0,005 - 0,2 % antimonia, 0,008 - 0,1 % seleeniä ja/tai rikkiä, kuumavalssataan, hehkutetaan ja mahdollisesti toistettavien kylmävalssauksen ja välihehkutusten avulla, 40 - 85 %:n pelkistysasteella loppukylmävalssauksessa valssataan lopulliseen paksuuteen, ja että kylmävalssattu levy saatetaan hiilenpoistoherkutukseen sekä 10 - 120 tuntiseen hehkutukseen sekundääristä uudelleenkiteytymistä varten lämpötiloissa $800 - 920^\circ\text{C}$.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että lähtömateriaali sisältää 0,02 - 0,2 % mangaania.
3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että lähtömateriaali sisältää vähemmän kuin 0,5 % kromia, niobia, vanadiumia, volframia, booria, titaania, zirkoniumia tai tantaalia.
4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että lähtömateriaali sisältää telluuria.
5. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että seleeni ja/tai rikki on osittain korvattu telluurilla.
6. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että antimonin määrä on 0,012 - 0,045 %.
7. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että loppukylmävalssaus suoritetaan pelkistysasteella 50 - 77 %.
8. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen 1-7 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että sekundäärikiteytetyt teräslevyt hehkutetaan rikki- ja seleeniepäpuhtauksien poistamiseksi yli 1000°C vetyatmosfäärissä.

Patentkrav

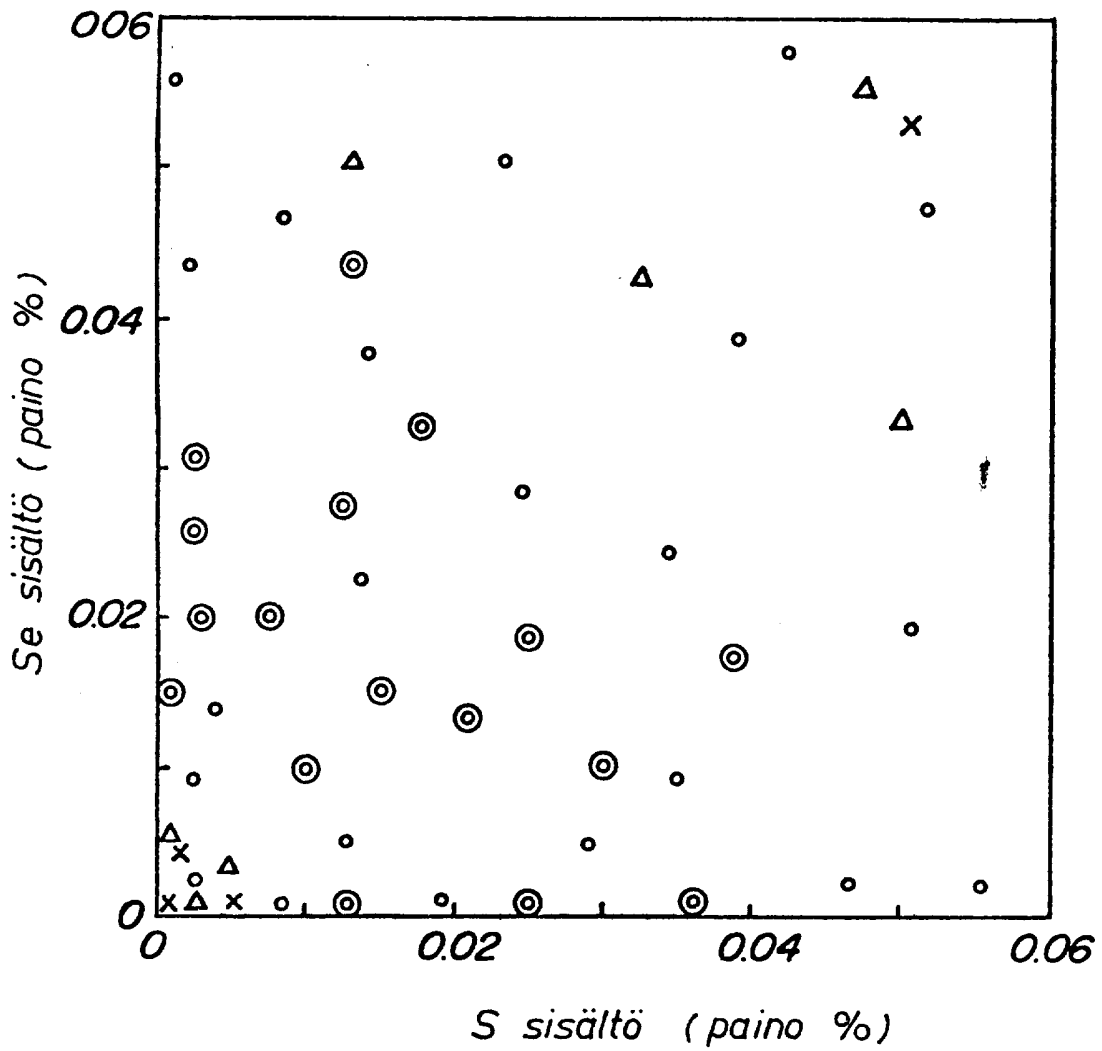
1. Förfarande för framställning av el-stålskivor med (110)/001/-inriktning och B_8 -värdet över $1,85 \text{ WB/m}^2$, k ä n n e t e c k n a t därav, att det som utgångsmaterial verkande kiselstålet, som innehåller mindre än 0,06 % kol, mindre än 4 % kisel, 0,005 - 0,2 % antimon, 0,008 - 0,1 % selen och/eller svavel, varmvalsas, glödgas och möjligen medelst upprepade kallvalsningar och mellanglödgningar, med en reduktionsgrad av 40 - 85 % i slutkallvalsning valsas till slutlig tjocklek, och att den kallvalsade skivan utsätts för avkolningsglödning samt för 10 - 120 timmars glödning för sekundär återkristallisation vid temperaturer av $800 - 920^\circ\text{C}$.
2. Förfarande enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att utgångsmaterialet innehåller 0,02 - 0,2 % mangan.
3. Förfarande enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att utgångsmaterialet innehåller mindre än 0,5 % krom, niobium, vanadin, wolfram, bor, titan, zirkonium eller tantal.
4. Förfarande enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att utgångsmaterialet innehåller tellur.
5. Förfarande enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att selen och/eller svavel är delvis ersatt med tellur.
6. Förfarande enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att antimonmängden är 0,012 - 0,045 %.
7. Förfarande enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att slutkallvalsningen utförs med reduktionsgraden 50 - 77 %.
8. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, k ä n n e t e c k n a t därav, att de sekundärkristalliserade stålskivorna glödgas för avlägsning av svavel- och selenorenheter i en väteatmosfär av över 1000°C .

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Kuulutusjulkaisuja:-Utläggningsskrifter: Saksan Liittotasavalta-Föbundsrepubliken Tyskland(DE) 1 920 968 (C 21 d 1/78).

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: USA(US) 3 287 183 (148-111), 3 556 873 (H 01 f 1/16).

FIG-1A

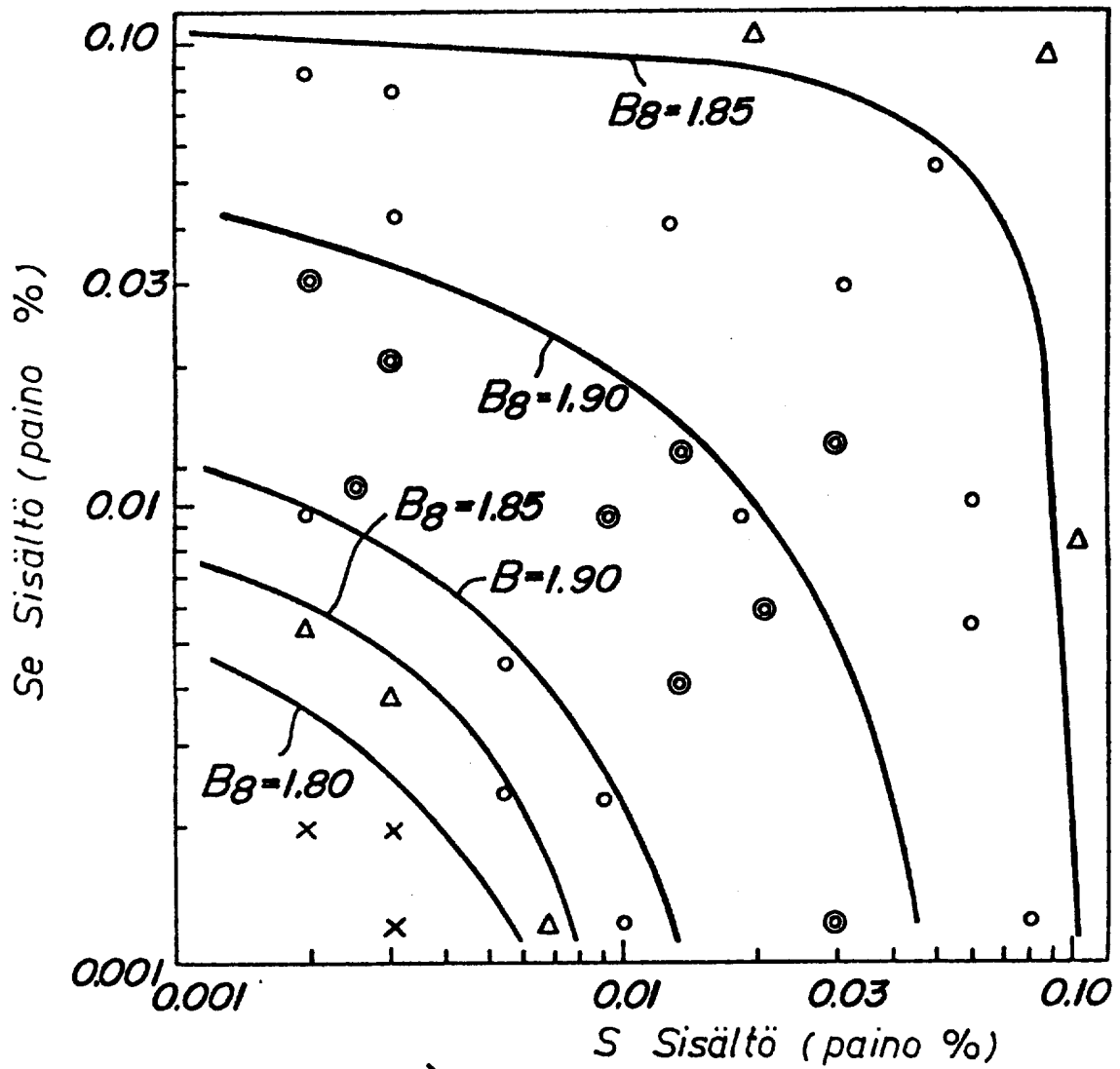


$S_i = 2.90 \sim 3.25 \%$

$S_b = 0.02 \sim 0.03 \%$

$\left\{ \begin{array}{l} x \ B_8 < 1.80 \text{ Wb/m}^2 \\ \Delta \ B_8 \geq 1.80 \text{ Wb/m}^2 \\ \circ \ B_8 \geq 1.85 \text{ Wb/m}^2 \\ \odot \ B_8 \geq 1.90 \text{ Wb/m}^2 \end{array} \right.$

FIG. 1B

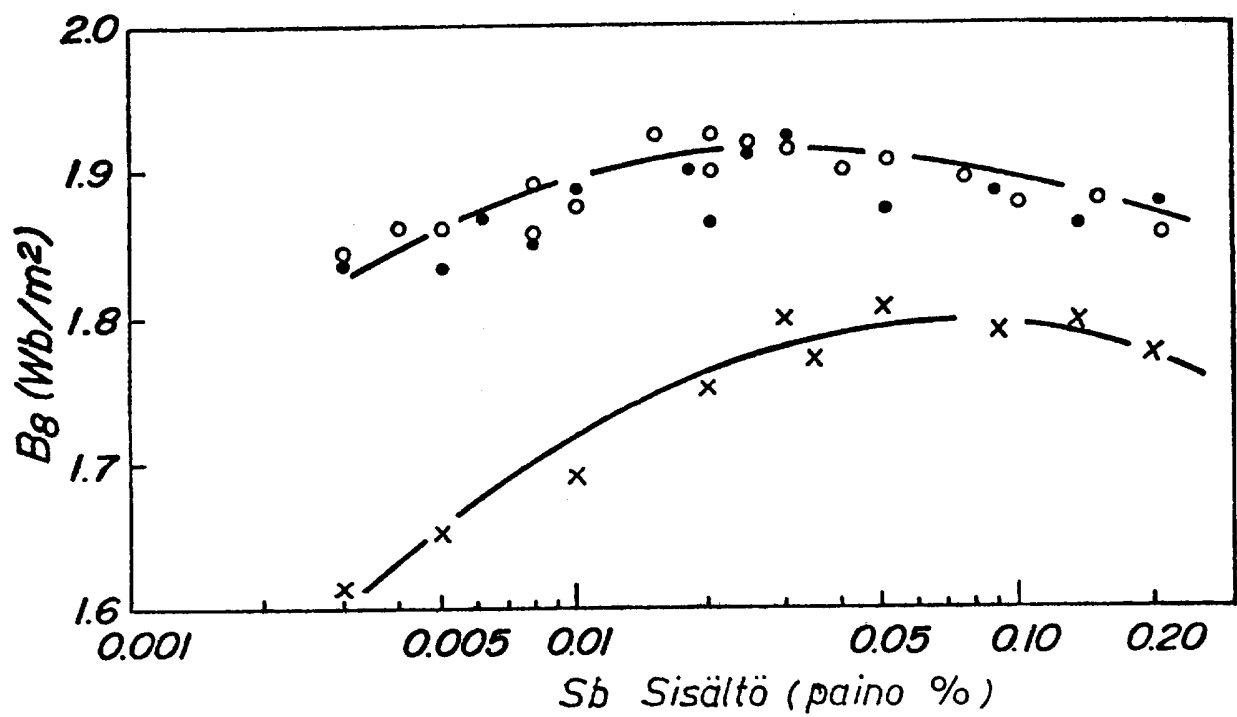


$Si = 2.90 \sim 3.25 \%$

$Sb = 0.02 \sim 0.03 \%$

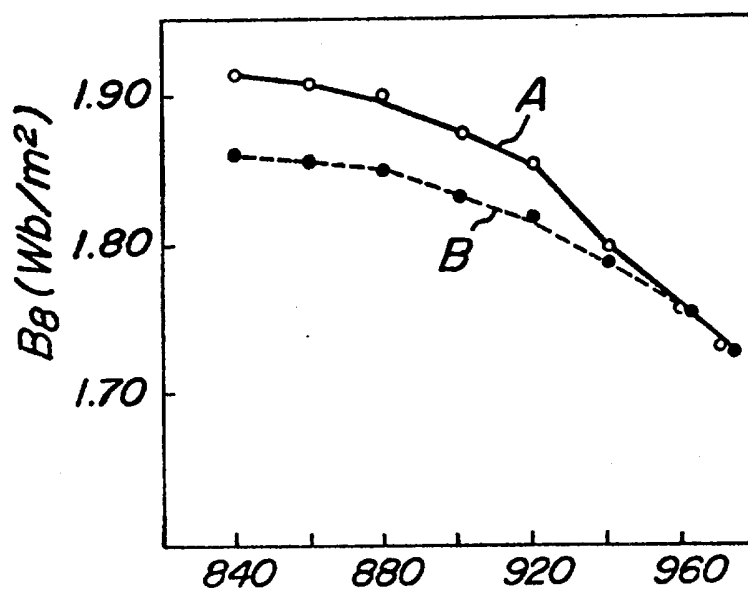
- \times $B_g < 1.80 \text{ Wb/m}^2$
- Δ $1.85 \leq B_g \leq 1.80 \text{ Wb/m}^2$
- \circ $1.85 \leq B_g \leq 1.90 \text{ Wb/m}^2$
- \odot $B_g \geq 1.90 \text{ Wb/m}^2$

FIG_2



	<i>S</i>	<i>Se</i>
○	0.001~0.008	0.02~0.04
●	0.02~0.05	vähäinen
×	0.001~0.008	vähäinen

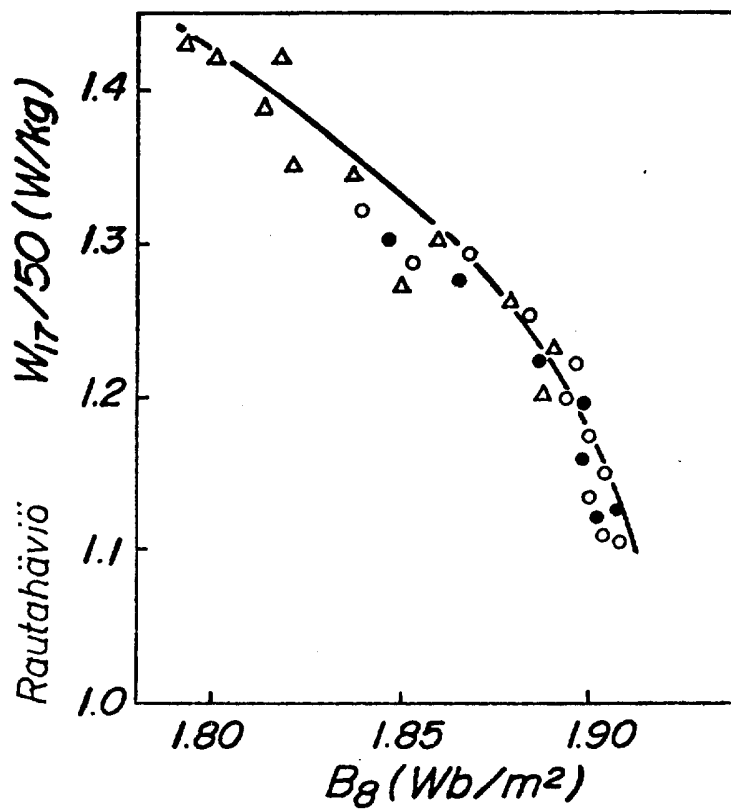
FIG_3



Sekundääri uudelleenkiteytys lämpöt. (°C)

	S_b	S_e
○	0.02	0.015
●	≤ 0.005	0.015

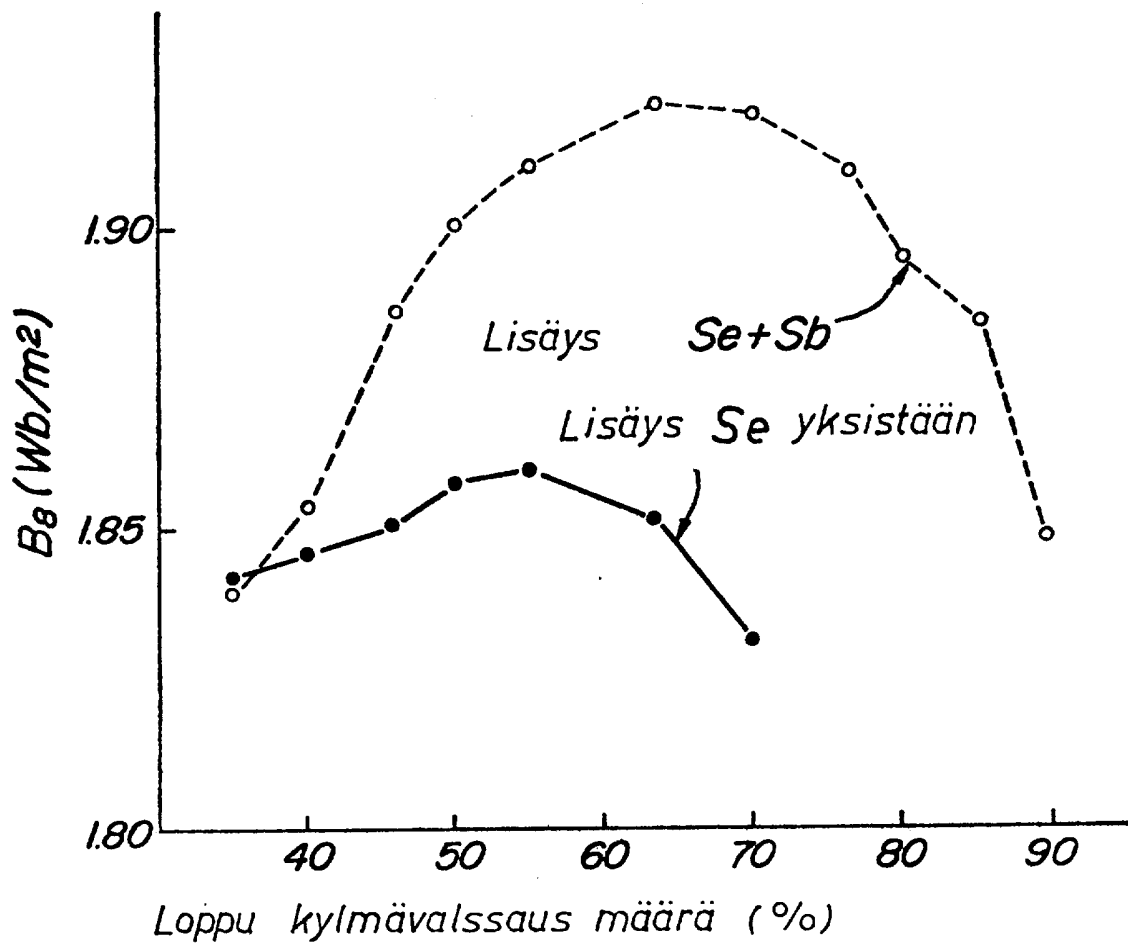
FIG_4



Jäännös Sb määrä tuotteessa (paino %)

- 0.03~0.05 %
- 0.01~0.03 %
- △ ≦ 0.005 % (ei lisäys)

FIG_5



	Se	Sb	S
○	0.018	0.030	0.003
●	0.015	—	0.003