



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

214 155

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita
(22) Prihlášené 01 07 80
(21) PV 4680-80

(51) Int. Cl.³ H 01 F 3/04
// H 01 F 27/34

(40) Zverejnené 15 09 81
(45) Vydané 15 02 85

(75)
Autor vynálezu KOŠTURIK ADAM RNDr. CSc.,
KAVEČANSKÝ VINCENT doc. ing. CSc.,
ULIČIANSKÝ STANISLAV RNDr., KOŠICE

(54) Spôsob vytvárania sklovitých povlakov na orientované transformátorové pásy

1

Vynález sa týka spôsobu vytvárania sklovitých povlakov na orientované transformátorové pásy.

Sklovité izolačné filmy sa nanášajú na orientované transformátorové pásy, ktoré sú pokryté oddeľovacou vrstvou kysličníka horečnatého za účelom vnášania napätia, ktoré je účinným prostriedkom pri znižovaní strát v jadre transformátorového plechu. Popísané je vytvorenie sklovitého filmu na plechu z orientovanej kremíkovej ocele, vznikajúceho pri vysokej teplote jeho konečného žihania alebo fosfátového filmu, naneseného na sklovitý film alebo priamo na holiť oceľ bez sklovitého filmu. Sklovitý film vzniká reakciou kysličníka horečnatého, ktorý sa používa ako oddeľovacie činidlo pri žíhaní, alebo z kysličníkov, ktoré sa pridávajú ku kysličníku horečnatému pri úprave oceľových plechov s kysličníkovou povrchovou úpravou. Na tento sklovitý film sa nanáša ďalší krycí roztok, z ktorého sa žíhaním tiež vytvorí sklovitý povlak. V súčasnosti sú základnou zložkou nanášacích roztokov niektoré z fosforečnanov draslíka, sodíka, hliníka, kremíka, chrómu, železa, bóru, titanu a mangánu. V niektorých prípadoch sa k uvedeným fosforečnanom pridáva kyselina boritá, častejšie sa pridáva kysličník chrómový alebo chromany na zlepšenie vzhľadu sklovitých povlakov. Fosforečnanové nanášacie roztoky sa vypaľujú dvojfázovo, pričom prvá fáza - sušenie sa uskutočňuje do teploty 350 °C a druhá fáza sa uskutočňuje pri teplote 800 °C. V prvej fáze ide o zbavenie sa vody z nanášacieho roztoku a v druhej fáze sa tvorí sklovitý povlak. Nanášacie roztoky na báze fosforeč-

nanov majú kyslí reakciu a nanášajú sa vo forme suspenzií, čo značne vplýva na straty v jad-
rách orientovaných transformátorových pásoch. Vzniknuté sklovité povalky na vzhľad nemajú
jemne kryštalickú štruktúru a nie sú vždy homogénne.

Uvedené nedostatky sú odstránené u spôsobu vytvárania sklovitých povlakov na orienta-
né transformátorové pásy podľa vynálezu, ktorého podstatou je, že na orientované transformá-
torové pásy s vrstvou kysličníka horečnatého sa naniesie borátový nanášací roztok, pozostáva-
júci zo zmesi 1 až 60 hmotnostných dielov štvorboritanu lítneho a 1 hmotnostného dielu kyse-
liny boritej v 3 až 100 ml vody, s výhodou 3 hmotnostných dielov štvorboritanu lítneho a
1 hmotnostného dielu kyseliny boritej v 7 ml vody, s hodnotou pH 5,4 až 10, tak aby plošná
hustota sklovitej vrstvy bola väčšia ako $1 \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2}$. Nanesený roztok sa suší pri teplote 130°C
 $\pm 10^\circ\text{C}$ po dobu dlhšiu ako 2 minúty a potom sa vypaľuje v intervale teplôt od 500 do 700°C
s dobou vypaľovania $500^\circ\text{C} \pm 70^\circ\text{C}$ viac ako 5 minút, pro teplotu 630°C viac ako 1 minútu a
pro teplotu 700°C viac ako 30 sekúnd.

Postupovať sa môže aj tak, že roztok sa naniesie tak, aby plošná hustota sklovitej vrst-
vy bola väčšia ako $1 \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2}$ a vypaľuje sa jednofázovo pri teplote od 120°C vyššie, výhodne
v intervale od 570 do 630°C doba vypaľovania je pri teplotách $500^\circ\text{C} \pm 70^\circ\text{C}$ viac ako 5 mi-
nút a pri teplote 630°C viac ako 1 minútu.

Okrem borátového roztoku popísaného sa môže naniesť aj roztok obsahujúci okrem základ-
ných zložiek, ktorými sú štvorboritan lítny a kyselina boritá v predtým uvedenom pomere, prí-
davok 0,03 až 4 % hmotnosti, s výhodou 0,1 až 1,0 % hmotnosti chrómu vo forme chrómanu alebo
dvojchrómanu lítneho, ďalej 0,001 až 0,0001 % hmotnosti Ce (IV) s výhodou vo forme dusičnanu
ceričitého alebo 0,01 až 2 % hmotnosti Fe (III) vo forme komplexu tetraboritan železitý-bo-
ritan železitý. Alebo sa použije na nanášanie borátový roztok ktorý okrem predtým uvedených
základných zložiek a prídavkov obsahuje 0,001 až 2,0 % hmotnosti dusičnanového iónu s výho-
dou dusičnanu lítneho.

Štvorboritan lítny, nedostupný v obchodnej sieti je výhodné pre tieto účely pripraviť
zmiešaním 1 až 2,5 grammolekúl kyseliny boritej a 1 grammolekuly hydroxidu lítneho, ďalej ich
rozpuštením vo vode, podľa reakcie



Výhody popísaného borátového nanášacieho roztoku sú v tom, že štvorboritan lítny, tvo-
riaci jeho zložku sa vyznačuje vysokou rozpustnosťou vo vode a tak je umožnená príprava jeho
čirých roztokov s vysokou koncentráciou $\text{B}_4\text{O}_7^{-2}$ a BO_3^{-3} ionov, ako sklotvorných zložiek. Hod-
nota pH týchto roztokov sa môže pohybovať od 4 do 10, bez vypadávanie zrezeniny, čo prispie-
va ku vytvoreniu homogenných filmov. Lítny ion má malý ionový polomer, čoho dôsledkom je jem-
ne kryštalická štruktúra sklovitého povlaku. Vhodným prídavkom chrómu je možné dosiahnuť pri-
bližne viac ako 10 % zníženie strát.

Prídavok Ce (IV) pri vhodnej koncentrácii znižuje straty v orientovaných transformátoro-
vých pásoch. Výhodou spôsobu nanášania je aj možnosť jednofázového vypaľovania nanášacieho
roztoku. Avšak pri dvojfázovom spôsobe vypaľovania, pri ktorom prvá fáza - sušenie, sa rea-
lizuje v rozmedzí teplôt 120 až 250°C a druhá fáza - vypaľovanie sa realizuje v rozmedzí te-

plôt 570 až 650 °C, alebo aj pri 700 °C, sú výsledky reprodukovateľnejšie a vytvorené povlaky majú lepší vzhľad. Pri tepelnom spracovaní nad teplotu 800 °C, kedy všeobecne nastáva zhoršenie izolačných vlastností sklovitého povlaku na základe jeho rozrušenia a oxidácie, sú straty v orientovaných transformátorových pásoch vyššie ale v porovnaní s rovnako spracovanými orientovanými transformátorovými pásmi so základnou vrstvou kysličníka horečnatého sú o 10 % nižšie čo svedčí o tom, že počas tepelného spracovania nanášacieho roztoku sa vytvorí zlúčenina vhodných vlastností.

Predmet vynálezu je popísaný v nasledujúcich príkladoch.

Príklad 1

Štvorboritan lítny pre nanášací roztok sa pripraví tak, že do kadičky sa dá grammolekula pevného hydroxidu lítneho a 1 grammolekula kyseliny boritej. Po premiešaní oboch látok sa prilieva voda až do celkového objemu 300 ml a roztok sa 10 až 15 minút premiešava. Po vyčírení sa pH roztoku upraví na hodnotu 5,4 prídavkom pevnej kyseliny boritej.

Roztok možno pripraviť aj tak, že 1 hmotnostnému dielu štvorboritanu lítneho sa pridá 1 hmotnostný diel kyseliny boritej.

Príklad 2

Štvorboritan lítny pre nanášací roztok sa pripraví tak ako v príklade 1, s tým rozdielom, že sa zmieša 2,2 grammolekúl kyseliny boritej s jednou grammolekulou hydroxidu lítneho. Hodnota pH výsledného roztoku je 5.

Tento nanášací roztok je možné pripraviť aj tak, že k 7,5 hmotnostným dielom štvorboritanu lítneho sa pridá 1 hmotnostný diel kyseliny boritej.

Príklad 3

Štvorboritan lítny pre nanášací roztok pripravený ako v príklade 1 s tým rozdielom, že pH sa upraví prídavkom hydroxidu lítneho na hodnotu 10.

Tento nanášací roztok je možné pripraviť tak, že k 60,0 hmotnostným dielom štvorboritanu lítneho sa pridá 1 hmotnostný diel kyseliny boritej.

Príklad 4

K vodnému roztoku štvorboritanu lítneho a kyseliny boritej podľa príkladu 1, 2, alebo 3 sa pridá chroman lítny alebo dvojchroman lítny v koncentrácii od 0,8 % hmotnosti, pripravený nasledovným postupom: v kadičke sa rozpustí 0,5 grammolekuly dvojchromanu amonného a pridá sa 1 grammolekula hydroxidu lítneho. Po rozpustení celého množstva hydroxidu lítneho, sa ho pridá ešte toľko, aby roztok poskytol výrazne alkalickú reakciu—aby hodnota pH bola väčšia ako 12. Potom sa roztok povarí, až kým je cítiť unikajúci amoniak. Roztok je číry žltej farby a ako koncentrovaný obsahuje približne 100 mg Cr (IV) - ml⁻¹.

Príklad 5

Do nanášacieho roztoku podľa príkladu 1, 2 alebo 3 sa pridá Ce (IV) vo forme dusičnanu ceričitého, tak aby jeho hmotnostná koncentrácia v roztoku bola 0,001 ± 0,0001 %.

Príklad 6

Do nanášacieho roztoku podľa príkladu 1, 2 alebo 3 sa pridá Fe (III) v koncentrácii 0,1 % hmotnosti vo forme boritanu železitého.

Príklad 7

Na orientovaný transformátorový pás so sklovitou vrstvou kysličníka horečnatého sa naniesie na-

nanášací roztok zloženia ako je popísané v príklade 1, tak aby jeho plošná hustota po vypálení bola väčšia ako $1 \mu\text{g.cm}^{-2}$ a vypaľuje sa pri teplote 570°C viac ako 5 minút.

Príklad 8

Na orientovaný transformátorový pás so sklovitou vrstvou kysličníka horečnatého sa naniesie nanášací roztok zloženia ako je popísané v príklade 2 alebo v príklade 3, tak aby jeho plošná hustota po vypálení bola väčšia ako $1 \mu\text{g.cm}^{-2}$ a vypaľuje sa pri teplote 610°C viac ako 3 minúty.

Príklad 9

Na orientovaný transformátorový pás so sklovitou vrstvou kysličníka horečnatého sa naniesie nanášací roztok zloženia ako je popísané v príklade 4, 5 alebo 6 a vypaľuje sa pri teplote 630°C viac ako minútu.

Príklad 10

Na orientované transformátorové pásy pripravené podľa príkladu 7, 8, 9 sa tepelne spracováva pri teplote 800°C po dobu dlhšiu ako 5 minút.

Príklad 11

Zníženie premagnetizačných strát merané metódou hysterézných slučiek na prístroji Tektronix typ 7633 s Rogovského potenciometrom, pri frekvencii poľa 50 Hz a pri maximálnej magnetickej indukcii vo vzorkách 1,5 T je väčšie ako 10 %.

V orientovaných transformátorových pásoch pokrytých oddeľovacou vrstvou kysličníka horečnatého MgO , v ktorých straty sa pohybovali od 0,95 do $1,6 \text{ W.kg}^{-1}$, zníženie strát s použitím roztoku podľa príkladu 4 bolo približne o 15 %, pričom rozptyl hodnôt sa pohyboval približne od 11 do 19 %.

Zníženie strát merané na pásoch tej istej kvality ako v príklade 4 bolo pri použití roztoku podľa príkladu 5 približne 19 %. Pri použití roztoku podľa príkladu 6 10 % rozptyl nameraných hodnôt je od 5 do 30 %.

Zníženie strát, merané na pásoch vykazujúcich straty v rozmedzí od 0,8 do $1,1 \text{ W.kg}^{-1}$, bolo priemerne o 12 %, pričom rozptyl hodnôt sa pohyboval od približne 4 % do 20 %.

Príklad 12

Na orientovaný transformátorový pás so sklovitou vrstvou kysličníka horečnatého sa naniesie nanášací roztok zloženia ako je popísané v príklade 1, 2, 3, 4, 5, 6 alebo 7 tak, aby jeho plošná hustota po vysušení bola väčšia ako $2 \mu\text{g.cm}^{-2}$ a suší sa pri teplote $130 \pm 10^\circ\text{C}$ viac ako 10 minút.

Príklad 13

Na orientovaný transformátorový pás so sklovitou vrstvou kysličníka horečnatého sa naniesie nanášací roztok zloženia ako je popísané v príklade 1, 2, 3, 4, 5, 6 a 7 tak, aby jeho množstvo po vysušení bolo väčšie ako $2 \mu\text{g.cm}^{-2}$ a suší pri teplote $220 \pm 30^\circ\text{C}$ viac ako 2 minúty.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob vytvárania sklovitých povlakov na orientované transformátorové pásy vyznačený tým, že na orientované transformátorové pásy s vrstvou kysličníka horečnatého sa naniesie bo-

rátový roztok, ktorý pozostáva zo zmesi 1 až 60 hmotnostných dielov štvorboritanu lítneho a 1 hmotnostného dielu kyseliny boritej v objeme 3 až 100 ml vody, s výhodou z 3 hmotnostných dielov štvorboritanu lítneho a 1 hmotnostného dielu kyseliny boritej v 7 ml vody, hodnota pH ktorého sa pohybuje v rozmedzí od 5,4 do 10 tak, aby plošná hustota sklovitej vrstvy po vypálení bola väčšia ako $1 \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2}$ a vypaľuje sa jednofázovo pri teplote od 120°C vyššie, výhodne v intervale od 570 do 630°C , doba vypaľovania je pri teplotách $500 \pm 70^\circ\text{C}$ viac ako 5 minút a pri teplote 630°C viac ako 1 minútu, alebo sa najprv suší pri teplote $130^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ po dobu dlhšiu ako 2 minúty, a potom sa vypaľuje v intervale teplôt od 500 do 700°C , pričom doba vypaľovania je pri teplote $500^\circ\text{C} \pm 70^\circ\text{C}$ viac ako 5 minút, pri teplote 630°C viac, ako 1 minútu a pri teplote 700°C viac ako 30 sekúnd.

2. Spôsob vytvárania sklovitých povlakov na orientované transformátorové pásy podľa bodu 1 vyznačený tým, že na orientované transformátorové pásy s vrstvou kysličníka horečnatého sa naniesie borátový roztok obsahujúci navyše od 0,03 do 4 % hmotnosti chrómu, s výhodou v koncentrácii od 0,1 do 1,0 % hmotnosti, vo forme chrómanu, alebo dvojchrómanu lítneho.

3. Spôsob vytvárania sklovitých povlakov na orientované transformátorové pásy podľa bodu 1 a 2 vyznačený tým, že sa naniesie borátový roztok, ktorý obsahuje navyše $0,001 \pm 0,0001$ % hmotnosti Ce (IV) s výhodou vo forme dusičnanu céričitého alebo 0,01 až 2 % hmotnosti Fe (III) s výhodou 0,01 do 0,1 % hmotnosti vo forme komplexu tetraboritan železitý-boritan železitý.

4. Spôsob vytvárania sklovitých povlakov na orientované transformátorové pásy podľa bodu 1, 2, 3 vyznačený tým, že sa naniesie borátový roztok, ktorý obsahuje navyše 0,001 až 2,0 % hmotnosti dusičnanového iónu s výhodou vo forme dusičnanu lítneho, alebo kyseliny dusičnej v koncentrácii 0,02 až 0,5 %.