



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

253 951

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 28 12 82
(21) PV 9851-82

(51) Int. Cl.⁴

H 01 F 1/14

(40) Zveřejněno 14 05 87
(45) Vydáno 01 07 89

(75)
Autor vynálezu

PÁČL PETR ing.,
HORKÝ PAVEL RNDr., FRÝDEK MÍSTEK

(54) Způsob výroby magneticky měkkého ocelového
plechu nebo pásu

Postup výroby ocelového plechu nebo pásu s vysokou magnetickou indukcí a velmi nízkými měrnými ztrátami. Výchozí ocel obsahuje maximálně 4,5 hmotnostních % součtu obsahu křemíku a hliníku, maximálně 0,5 hmotnostních % manganu a nezbytné nečistoty. Tato ocel se odlévá do kokil nebo kontinuálně, válcuje za tepla a za studena a konečně žihá rekrytalizačně na teplotě nižší než 1000 °C po dobu 0,1 až 10 minut. Po válcování za tepla nebo před poslední etapou válcování za studena se pás žihá rafinačně na teplotě 900 až 1300 °C po dobu 1 minuta až 50 hodin ve vakuu nebo ochranné atmosféře. Pás se ochlazuje rychlostí maximálně 200 °C za hodinu.

Vynález se týká způsobu výroby magneticky měkkého ocelového plechu nebo pásu s vysokou magnetickou indukcí a velmi nízkými měrnými ztrátami.

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

Výchozí ocel pro výrobu magneticky měkkých materiálů obsahuje zpravidla maximálně 4,5 hmotnostních % součtu obsahu křemíku a hliníku, maximálně 0,5 hmotnostních % manganu a nezbytné nečistoty jako uhlík, kyslík, dusík, síru, fosfor a další, jejichž obsah se omezuje na minimum již při výrobě oceli například odsiřováním, vakuováním, nebo jinou mimopecní rafinací oceli. Výchozí ocel se odlévá do kokil nebo kontinuálně, válcuje za tepla, moří, válcuje za studena v jedné etapě nebo více etapách s mezižiháním a konečně žihá rekrytalizačně za současného oduhličení pásu, pokud nebylo oduhličení provedeno již při mezižihání. Pro dosažení nejlepších výsledků je nezbytné provádět toto konečné žihání na vysoké teploty nad 1000°C .

Nevýhodou všech známých postupů výroby magneticky měkkých ocelových plechů nebo pásů je nemožnost vyrobit materiál obsahující malé částice velikosti do $0,1\ \mu\text{m}$ v množství menším než 10^7 až 10^{10} v objemu $1\ \text{mm}^3$. Je to dáno tím, že při válcování za tepla je materiál ohříván na teplotu nad 1150°C , zpravidla na 1200°C , aby mohl být úspěšně tvářen a při této teplotě vždy přejde do tuhého roztoku část vměstků a precipitátů jako nitridů, karbidů a sulfidů, které se později při válcování za tepla vylučují v důsledku rychlého poklesu teploty za současného působení tváření materiálu ve formě velmi jemných částic sulfidů, karbidů a zejména nejjemnější precipitujiících nitridů. Počet těchto částic pak již nelze v průběhu zpracování zpravidla nijak podstatněji sní-

žit a zejména, což je zvláště nevýhodné, zůstávají v plechu po dobu tváření za studena a ovlivňují tak nepříznivě výslednou texturu materiálu. Kromě toho, uvedené částice brzdí růst zrna s teplotou, takže pro dosažení optimální velikosti zrna je potřeba provádět konečné rekrytalizační žíhání na vysokou teplotu, zpravidla nad 1000 °C po dlouhou dobu několika hodin.

Nevýhody známých způsobů výroby magneticky měkkých ocelových plechů nebo pásů odstraňuje způsob podle vynálezu, podle kterého se vyrobí ocel o složení maximálně 4,5 hmotnostních % součtu obsahu křemíku a hliníku, z toho maximálně 4,0 hmotnostních % křemíku a maximálně 1,5 hmotnostních % hliníku, dále maximálně 0,5 hmotnostních % manganu, maximálně 0,020 hmotnostních % dusíku, maximálně 0,20 hmotnostních % uhlíku, maximálně 0,050 hmotnostních % kyslíku, maximálně 0,050 hmotnostních % síry, zbytek železo a nezbytné nečistoty, tato ocel se odlévá do kokil nebo kontinuálně a dále válcuje za tepla, moří, válcuje za studena v jedné nebo více etapách s mezižíháním a konečně žíhá rekrytalizačně, přičemž po válcování za tepla nebo před poslední etapou válcování za studena, kdy má pás tloušťku 1 až 5 mm, se plech nebo pás žíhá rafinačně na teplotu 900 °C až 1300 °C po dobu 1 minuty až 50 hodin a toto žíhání je prováděno tak, že při ohřevu, výdrži na teplotě a ochlazování se udržuje v peci vakuum nebo ochranná atmosféra a ochlazování z teploty rafinačního žíhání se provádí do teploty 400 °C rychlostí maximálně 200 °C za hodinu. Dalším význačným rysem postupu podle vynálezu je způsob konečného rekrytalizačního žíhání, které se provádí v ochranné atmosféře na relativně nízké teploty 800 °C až 1000 °C po krátkou dobu 0,1 minuty až 10 minut.

Výhody způsobu výroby magneticky měkkého ocelového plechu nebo pásu podle vynálezu spočívají především ve snížení počtu částic velikosti do 0,1 μm v objemu materiálu nejméně 500 krát, přičemž toto zvýšení čistoty je prováděno již před poslední etapou válcování za studena. Zvýšení čistoty struktury vede ve svém důsledku k dosažení nejlepších mag-

netických vlastností charakterizovaných vysokou magnetickou indukcí a velmi nízkými měrnými ztrátami. Dosažené magnetické vlastnosti jsou lepší než vlastnosti nejlepších jakostí dosud vyráběných. Z části je to způsobeno dosaženou vyšší čistotou hotového výrobku a z části výhodnější texturou, kterou lze charakterizovat omezením směrů nesnadné magnetizace a naopak posílením směrů snadné magnetizace v rovině plechu. Tato výhodnější textura vzniká právě v důsledku dosažení vyšší čistoty materiálu již před poslední etapou válcování, což je nový prvek postupu podle vynálezu. Všechny známé postupy provádějí rafinaci materiálu ve dvou etapách. Za prvé je to rafinace tekuté oceli, která je méně účinná než postup podle vynálezu, tj. rafinace v pevné fázi a za druhé je to oduhličování, které se provádí nejčastěji až při konečném rekrytalizačním žíhání. Postupem podle vynálezu se dosáhne dokonalejší rafinace včetně snížení počtu nejmenších částic již před poslední etapou válcování za studena a v důsledku toho se dosáhne výhodnější textura a magnetické vlastnosti. Kromě toho, vyšší čistota materiálu má výhodu v dosažení optimální velikosti zrna výrobku. Jelikož počet nejúčinnějších inhibitorů růstu zrna, tj. částic velikosti do $0,1\ \mu\text{m}$, je podstatně omezen, roste zrno s teplotou rychleji a optimální velikost se dosáhne za nižších teplot, takže konečné rekrytalizační žíhání postačí provést na teploty pod $1000\ ^\circ\text{C}$ po krátkou dobu několika minut. Vysokou účinnost rafinace v pevném stavu postupem podle vynálezu lze vysvětlit hlavně vysokou teplotou žíhání v ochranné atmosféře a pomalým ochlazováním po tomto žíhání. V důsledku toho dojde jednak ke snížení obsahu dusíku a uhlíku, vzniklého rozpuštěním převážné většiny méně stabilních nitridů a karbidů, ale také k zhrubnutí částic včetně sulfidů. Residuální obsahy dusíku, uhlíku a síry se vylučují z tuhého roztoku v průběhu pomalého ochlazování ve formě hrubých koagulovaných precipitátů velikosti větší než $0,1\ \mu\text{m}$. Tyto velké částice nejsou tak účinnými inhibitory růstu zrna ani překážkami pro pohyb domén při magnetizaci jako drobné částice velikosti pod $0,1\ \mu\text{m}$, které se

zpravidla vylučují při válcování za tepla. Navíc tyto hrubé částice se obtížně rozpouštějí při rekrytalizačních žíháních v průběhu zpracování na hotový výrobek a proto téměř nedochází k precipitaci sekundárních jemných částic při žíhacích operacích po válcování za studena.

Náklady na rafinační žíhání podle vynálezu nejsou sice zanedbatelné, ale jsou plně kompenzovány dosažením lepších magnetických vlastností, než dosud známými postupy.

Postup podle vynálezu bude zřejmý z příkladu, kdy za tepla válcovaný pás tloušťky 2,6 mm obsahující 3,0 hmotnostních % křemíku, 0,10 hmotnostních % manganu, 0,005 hmotnostních % hliníku, 0,008 hmotnostních % dusíku, 0,030 hmotnostních % síry, 0,005 hmotnostních % kyslíku a 0,030 hmotnostních % uhlíku se žíhá rafinačně v poklopové peci na teplotě 1150 °C po dobu 12 hodin v atmosféře sušeného disociovaného NH_3 a pak se ochlazuje průměrnou rychlostí 50 °C za hodinu do teploty 400 °C a dále až na teplotu okolí. Potom se plech moří, válcuje za studena na tloušťku 0,70 mm a žíhá rekrytalizačně při teplotě 970°C po dobu 3 minuty, u části plechů se po tomto žíhání měří magnetické vlastnosti a zbývající část se dále válcuje za studena na tloušťku 0,35 mm a pak se znovu žíhá při teplotě 970°C po dobu 3 minuty a opět se změří magnetické vlastnosti. V tabulce 1 jsou naměřené vlastnosti srovnány s nejlepšími publikovanými hodnotami obdobných výrobků - izotropních křemíkových pásů.

Po žíhání plech obsahuje 0,0010 hmotnostních % dusíku, 0,006 hmotnostních % uhlíku a 0,025 hmotnostních % síry, 0,005 hmotnostních % kyslíku, obsah ostatních prvků se ve srovnání s analýzou chemického složení za tepla válcovaného pásu nezmění, přičemž studiem struktury pomocí elektronového mikroskopu se zjistí, že je přítomno pouze 6×10^3 precipitátů velikosti do 0,1 μm v 1 mm^3 . Z příkladu je zřejmé, že v obou tloušťkách se dosáhne vynikajících magnetických vlastností při poněkud zhoršené anizotropii měrných ztrát, to je rozdílu měrných ztrát ve směru podél a napříč směru válcování pásu, což však není tak kritické, uvážíme-li jak velké

zlepšení měrných ztrát a magnetické indukce lze dosáhnout.

V dalším příkladu za tepla válcovaný pás tloušťky 3,0 mm obsahující 0,05 hmotnostních % křemíku, 0,20 hmotnostních % manganu, 0,002 hmotnostních % hliníku, 0,012 hmotnostních % dusíku, 0,04 hmotnostních % kyslíku, 0,04 hmotnostních % síry a 0,09 hmotnostních % uhlíku se žíhá rafinačně na teplotu 1050 °C ve vakuu po dobu 8 hodin a pak se ochlazuje rychlostí 100 °C za hodinu, moří a potom se válcuje za studena na tloušťku 0,65 mm a žíhá na teplotu 800 °C po dobu 3 minuty v atmosféře dusíku, načež se provede analýza a zjistí se, že plech obsahuje 0,003 hmotnostních % dusíku, 0,035 hmotnostních % kyslíku, 0,035 hmotnostních % síry a 0,004 hmotnostních % uhlíku, obsah ostatních prvků se nezmění, přičemž pomocí elektronového mikroskopu se stanoví, že v jednom mm³ je 2×10^2 částic velikosti do 0,1 μm. Dosažené magnetické vlastnosti jsou v tabulce 2 porovnány s nejlepšími publikovanými hodnotami obdobných výrobků - bezkřemíkových izotropních pásů.

Jako další příklad je možno uvést za tepla válcovaný pás tloušťky 3,5 mm, obsahující 3,0 hmotnostních % křemíku, 0,3 hmotnostních % manganu, 0,5 hmotnostních % hliníku, 0,008 hmotnostních % dusíku, 0,004 hmotnostních % kyslíku, 0,020 hmotnostních % síry, 0,03 hmotnostních % uhlíku, pás se omoří, válcuje za studena na tloušťku 2,0 mm, žíhá rafinačně na teplotě 950 °C po dobu 8 hodin v ochranné atmosféře a pak se ochlazuje rychlostí 150 °C za hodinu, načež se válcuje za studena na tloušťku 0,5 mm a žíhá na teplotě 970 °C po dobu 3 minuty v ochranné atmosféře. Dosáhnou se magnetické vlastnosti, které jsou srovnány s dosud nejlepšími vyráběnými jakostmi a uvedeny v tabulce 3. Analýzou se stanoví, že plech obsahuje 0,007 hmotnostních % dusíku, 0,008 hmotnostních % uhlíku, 0,019 hmotnostních % síry, obsahy ostatních prvků se nezmění, analýzou struktury se stanoví, že množství částic menších než 0,1 μm nepřesahuje 3×10^4 částic v 1 mm³.

Jiný příklad lze uvést jako modifikaci předchozího pří-

kladu, kdy rafinační žihání se provede na teplotě 1300°C po dobu 1 minuty ve vakuu, ostatní postup zůstane zachován. Je zřejmé, že obecně s rostoucí teplotou rafinačního žihání lze zkracovat jeho dobu, což vyplývá z teplotní závislosti difuze, jejíž rychlost roste exponenciálně s teplotou. Při nižší teplotě je potřeba delší doby k dosažení účinků podle vynálezu. Při nejnižší teplotě 900°C je potřeba provést rafinační žihání po dobu až 50 hodin. Nižší teplotu nedoporučujeme, neboť doba žihání by tak narostla, že náklady na žihání by byly neúměrně vysoké. Je také zřejmé, že i při vyšší teplotě než 900°C může být rafinační žihání provedeno po dobu 50 hodin a účinek podle vynálezu se dosáhne, avšak je zbytečné žihat tak dlouho, neboť vzhledem ke zvýšení teploty je možno dobu zkrátit. Konkrétní minimální doba žihání při určité teplotě v intervalu teplot 900°C až 1300°C , zajišťující minimální provozní náklady na žihání, závisí na dalších technologických faktorech, jako je tloušťka pásu, žihací atmosféra a její přístup k povrchu pásu, stav povrchu pásu, stav výchozí struktury pásu aj. Za jakýchkoliv podmínek je však dostačující doba 50 hodin, za nejvyšší teploty 1300°C pak při určitých nejvýhodnějších podmínkách postačuje doba 1 minuty. Nad 1300°C se sice účinek rafinačního žihání projevuje, avšak v praxi je dosažení tak vysoké teploty velmi obtížné a kromě toho hrozí nebezpečí zhrubnutí zrna. Vyšší teplotu proto nedoporučujeme.

Pokud se týká tloušťky rafinačně žihaného pásu, bylo by z hlediska rafinace nejlepší žihat pás co nejtenší, avšak námi stanovený interval 1 až 5 mm vychází z požadavku dosažení určitého stupně redukce při následném válcování za studena. Účinky podle vynálezu, tj. zlepšení struktury a textury a v důsledku toho zlepšení magnetických vlastností se nedosáhne, jestliže je rafinačně žihán a pak za studena válcován pás tenší než 1 mm. Větší tloušťka než 5 mm by vyvolala požadavek prodloužení doby rafinačního žihání a proto ji nedoporučujeme.

Tabulky

253 951

Jakost plechu	tloušťka	průměr měrných ztrát ve směru po- dél a na- příč	průměrná magnetická indukce	anizotropie měrných ztrát
	/mm/	/W/kg/	/T/	/%/

P_{1,0/50} P_{1,5/50} B_{5000/50}

Tabulka 1

nejlepší vyráběná	0,70	2,50	5,80	1,61	± 14
dle vynálezu	0,70	1,50	3,50	1,68	± 22
nejlepší vyráběná	0,35	0,95	2,40	1,57	± 14
dle vynálezu	0,35	0,85	2,10	1,68	± 20

Tabulka 2

nejlepší vyráběná	0,64	4,50	10,0	1,69	± 10
dle vynálezu	0,65	3,50	8,50	1,74	± 10

Tabulka 3

nejlepší vyráběná	0,50	1,10	2,70	1,60	± 14
dle vynálezu	0,50	1,05	2,50	1,68	± 18

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

253 951

Způsob výroby magneticky měkkého ocelového plechu nebo pásu s vysokou magnetickou indukcí, z výchozí oceli obsahující maximálně 4,5 hmotnostních % součtu obsahu křemíku a hliníku, z toho maximálně 4,0 hmotnostních % křemíku a maximálně 1,5 hmotnostních % hliníku, dále obsahující maximálně 0,5 hmotnostních % manganu, maximálně 0,020 hmotnostních % dusíku, maximálně 0,20 hmotnostních % uhlíku, maximálně 0,050 hmotnostních % kyslíku, maximálně 0,050 hmotnostních % síry, zbytek železo a nezbytné nečistoty, odléváním této oceli do kokil nebo kontinuálně a dále válcováním za tepla, mořením, válcováním za studena v jedné nebo více etapách s mezižiháním a konečně rekrytalizačním žiháním, vyznačený tím, že po válcování za tepla nebo před poslední etapou válcování za studena, kdy plech nebo pás má tloušťku 1 mm až 5 mm, se plech nebo pás žihá rafinačně na teplotu 900 °C až 1300 °C po dobu 1 minuty až 50 hodin, přičemž při ohřevu, výdrží na teplotě a ochlazování se udržuje v peci vakuum nebo ochranná atmosféra a ochlazování z teploty rafinačního žihání se provede do teploty 400 °C rychlostí maximálně 200 °C za hodinu, přičemž konečné rekrytalizační žihání se provede na teplotu 800 °C až 1000 °C po dobu 0,1 minuty až 10 minut v ochranné atmosféře.