

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

266054

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴

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

(21) PV 9717-87.V

(22) Přihlášeno 23 12 87

(40) Zveřejněno 14 03 89

(45) Vydáno 13 06 90

(75)

Autor vynálezu

PÁČL PETR ing., HORKÝ PAVEL RNDr. CSc., ČECH DRAHOMÍR ing.,

ŠMÍD VLADIMÍR ing. CSc., ŽIDEK ARTUR ing. CSc., FRÝDEK-MÍSTEK

(54)

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

(57) Výchozí ocel obsahující v hmotnostních % 2,5 až 4,0 křemíku, 0,1 až 0,7 % hliníku, 0,1 až 0,5 % manganu, zbytek železo a nezbytné nečistoty, ocel se odlévá, válcuje za tepla, normalizačně žihá na teplotu 900 až 1 150 °C po dobu 1,0 až 5,0 minut, ochlazuje rychlostí minimálně 50 °C za minutu, válcuje za studena s redukcí minimálně 70 % a nakonec se žihá na teplotu 800 až 1 050 °C po dobu 2 až 8 minut, přičemž v první etapě žihání se pás ohřívá rychlostí minimálně 300 °C za minutu v oduhličující atmosféře a ve druhé etapě žihání se pás tahem prodlouží o 0,05 až 0,5 %. Zlepšení tvažitelnosti pásu za studena se dosáhne předřazením žihání na teplotu 500 až 720 °C po dobu minimálně 1 minuty a/nebo ohřevem pásu na teplotu 50 až 200 °C.

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

Magneticky měkký materiál musí mít feritickou strukturu obsahující co nejméně 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 koeficientní aflu 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 mezižháním a konečně žíhá rekrystalizačně za současného oduhličení pásu, pokud nebylo oduhličení provedeno již při mezižháním. Pro dosažení nejlepších výsledků je nezbytné provádět toto konečné žhání na vysoké teploty nad $1\,000^\circ\text{C}$ s cílem nárůstu zrna na optimální velikost.

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

Je znám ještě jiný způsob výroby magneticky měkkých izotropních pásů, podle kterého se vyrobí ocel o složení maximálně 4,5 hmotnostních % součtu obsahu křemíku a hliníku, z toho maximálně 4,0 hmotnostních % křemíku a maximálně 1,5 hmotnostních % hliníku, dále maximálně 0,5 hmotnostních % manganu, maximálně 0,020 hmotnostních % dusíku, maximálně 0,20 hmotnostních % uhlíku, maximálně 0,050 hmotnostních % kyslíku, maximálně 0,050 hmotnostních % síry, zbytek železo a nezbytné nečistoty, tato ocel se odlévá do kokil nebo kontinuálně a dále válcuje za tepla, moří, válcuje za studena v jedné nebo více etapách s mezižháním a konečně žíhá rekrystalizačně, 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 $1\,300^\circ\text{C}$ po dobu 1 minuty až 50 hodin a toto žhání je prováděno tak, že při ohřevu, výdrži na teplotě a ochlazování se udržuje v peci vakuum nebo ochranná atmosféra a ochlazování z teploty rafinačního žhání se provádí do teploty 400°C rychlostí maximálně 1°C za hodinu. Dalším význačným rysem tohoto postupu je způsob konečného rekrystalizačního a oduhličovacího žhání, které se provádí v ochranné atmosféře na relativně nízké teploty 800°C až $1\,000^\circ\text{C}$ po krátkou dobu 0,1 minuty až 10 minut. Výhody tohoto způsobu výroby magneticky měkkého ocelového plechu nebo pásu podle vynálezu spočívají především ve snížení počtu částic velikosti do $0,1 \mu\text{m}$ v objemu materiálu nejméně 500krát, přičemž toto zvýšení čistoty je prováděno již před poslední etapou válcování za studena. Zvýšení čistoty struktury vede ve svém důsledku k dosažení nejlepších magnetických vlastností charakterizovaných vysokou magnetickou indukcí a velmi nízkými měrnými ztrátami. Dosažené magnetické vlastnosti jsou lepší než vlastnosti nejlepších jakostí vyráběných jinými postupy. Z části je to způsobeno dosaženou vyšší čistotou hotového výrobku a z části výhodnější texturou,

kteřou lze charakterizovat omezením směrů nesnadné magnetizace 110 a 111 a naopak posílením směrů snadné magnetizace 100 v rovině plechu. Tato výhodnější textura vzniká právě v důsledku dosažení vyšší čistoty materiálu již před poslední etapou válcování, což je nový prvek tohoto postupu.

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

Nevýhody všech známých postupů výroby magneticky měkkých izotropních pásů odstraňuje způsob výroby magneticky měkkých izotropních ocelových pásů podle vynálezu, podle kterého se vyrobí ocel o složení v hmotnostních procentech 2,5 až 4,0 % křemíku, 0,1 až 0,7 % hliníku, 0,1 až 0,5 % manganu a dále maximálně 0,04 % uhlíku, 0,03 % síry, 0,1 % fosforu, 0,005 % kyslíku a 0,010 % dusíku, zbytek železo a nezbytné nečistoty, odléváním této oceli do kokil nebo kontinuálně a dále válcováním za tepla, mořením, válcováním za studena a konečně rekrytalizačním a oduhličujícím žíháním, jehož podstata spočívá v tom, že před válcováním za studena se za tepla válcovaný pás žíhá normalizačně na teplotu 900 až 1 150 °C po dobu 1,0 až 5,0 minut, načež se ochlazuje rychlostí minimálně 50 °C za minutu, válcování za studena se provede jednostupňově s celkovou redukcí minimálně 70 %, přičemž pás před válcováním má teplotu 70 až 200 °C a konečné rekrytalizační a oduhličovací žíhání se provede na teplotu 800 až 1 050 °C po dobu 2 až 8 minut v jednom nebo dvou po sobě následujících žíhacích cyklech, přičemž v první etapě žíhání se pás ohřívá rychlostí minimálně 300 °C za minutu a žíhá se v oduhličující atmosféře směsí vodíku a dusíku s teplotou rosného bodu +10 až +60 °C a ve druhé etapě žíhání se pás tahem prodlouží o 0,05 až 0,5 %. V případě, že je potřeba zlepšit tvařitelnost za studena, pak v průběhu ochlazování po normalizačním žíhání za tepla válcovaného pásu a/nebo po jeho ochlazení se pás udržuje na teplotě 500 až 720 °C po dobu minimálně 1 minuty.

Výhody postupu podle vynálezu spočívají v tom, že se tímto postupem dosáhnou vynikající magnetické vlastnosti, zejména nízké ztráty, vysoká magnetická indukce a nízká anizotropie těchto vlastností, a to relativně jednodušším postupem ve srovnání s postupem s rafinačním žíháním za tepla válcovaného pásu na relativně vysoké teploty po dlouhou dobu. Navíc, mezioperační křehkost je zcela potlačena. Uvedené výhody si vysvětlují autoři tak, že když žíhání za tepla válcovaného pásu není vedeno jako rafinační, ale jen jako normalizační, nedojde k rafinaci nečistot, ale k zhrubnutí částic, takže počet těchto částic kritické velikosti do 0,1 μm se sníží stejně efektivně jako v případě rafinačního žíhání. Navíc vzhledem k relativně kratší době normalizačního žíhání nedojde k enormnímu růstu zrna a tím zvýšení mezioperační křehkosti a zhoršení tvařitelnosti za studena. Pokud se přesto tyto problémy vyskytnou, je vhodné v průběhu ochlazování a/nebo po ochlazení pás žíhat při teplotě 500 až 720 °C, aby došlo ke zhrubnutí precipitátů po hranicích zrn a odstranění mezioperační křehkosti. Při teplotě okolo 700 °C stačí doba žíhání okolo 1 minuty, při teplotě blízké se 500 °C je potřeba žíhat po dobu několika hodin. Plasticitu materiálu při válcování za studena zvyšuje dále skutečnost, že pás se válcuje ohřátý na teplotu 70 až 200 °C. Pokud se týká nízké anizotropie magnetických vlastností, autoři na základě provedených zkoušek dospěli k názoru, že ji významně ovlivňuje zejména způsob válcování za studena. Čím je použito vyšší celkové redukce, tím je anizotropie menší. Proto je válcování za studena provedeno jako jednostupňové s celkovou redukcí minimálně 70 %. Další snížení anizotropie lze dosáhnout snížením teploty konečného žíhání pod 1 000 °C, čímž se zamezí enormnímu růstu zrna a dále zrychlením ohřevu na teplotu žíhání, což vysvětlíme podrobněji.

Při konečném žíhání musí dojít k rekrytalizaci struktury po válcování za studena,

oduhličení na co nejnížší obsah uhlíku, zpravidla pod 0,005 hmotnostních % a konečně k růstu zrna na optimální velikost. Autoři zjistili, že k nejlepšímu oduhličení dochází tehdy, jestliže probíhá současně s rekrytalizací. Žihání obecně je možno provést v jednom nebo dvou žihacích cyklech. V prvním případě se pás v první etapě ohřívá zpravidla na nižší teplotu v rozmezí teplot 800 až 900 °C s cílem rekrytalizace struktury a oduhličení a poté v druhé etapě, druhé části průběžné pece, se ještě ohřívá na vyšší teplotu v rozmezí teplot 900 až 1 100 °C s cílem zajištění růstu zrna. Někdy se tato druhá etapa vypouští, pokud je dosaženo optimální velikosti zrna již za teploty žihání v první etapě. Při rozdělení žihání do dvou žihacích cyklů se realizuje první etapa v prvním cyklu, v jedné peci a druhá etapa v druhém cyklu, nejčastěji v druhé peci. Aby byla zajištěna podmínka pokud možno současného průběhu rekrytalizace a oduhličení, zařadili autoři do postupu podmínku, že ohřev na teplotu žihání v první etapě se provede maximální rychlostí, čímž se potlačí průběh rekrytalizace za nižších teplot. Rychlost ohřevu má být obecně co nejvyšší, minimálně však 300 °C za minutu. Žihání se realizuje v oduhličovací atmosféře, nejlépe směsí vodíku a dusíku s určitou teplotou rosného bodu. Nejlepší výsledky byly získány při teplotě rosného bodu +10 až +60 °C. Tato oduhličovací atmosféra by měla být v peci již při ohřevu na teplotu žihání. Naopak, ve druhé etapě žihání, kdy dochází k růstu zrna, je nejvýhodnější použít suchou atmosféru zabráňující vnitřní oxidaci pásu. Druhým důvodem pro použití maximální rychlosti ohřevu v první etapě žihání je potřeba co nejvíce potlačit selektivitu růstu zrn s orientací 110 001 . Při vysoké rychlosti ohřevu se zvyšuje teplota rekrytalizace a při následném růstu zrna rostou rychleji zrna všech orientací současně, což zvyšuje izotropii magnetických vlastností hotového výrobku. Konečně posledním faktorem zvyšujícím izotropii je určité optimální prodloužení pásu ve druhé etapě konečného žihání, které lze vyvolat tahem pásu v žihací lince. I když není jasné, jakým mechanismem toto optimální prodloužení pásu působí, bylo jednoznačně zjištěno, že jestliže se pohybuje v intervalu 0,05 až 0,5 %, dojde ke snížení anizotropie magnetických vlastností. Pokud je prodloužení vyšší nebo nižší než toto optimum, účinek se neprojeví. Regulovat prodloužení lze nejnázat pomocí automatické regulace tahu v páse.

Postup výroby podle vynálezu je zřejmý z následujícího příkladu. Vyrobit se ocel o složení v hmotnostních procentech: 0,03 % C, 0,6 % Al, 0,3 % Mn, 3,1 % Si, 0,02 % S, 0,01 % P, 0,003 % O₂ a 0,007 % N₂, zbytek železo a nezbytné nečistoty dané způsobem výroby, ocel se odleje do ingotů, válcuje za tepla na bramy, bramy se ohřívají na 1 250 °C a válcují na pás tloušťky 2,0 mm, pás se žihá normalizačně na teplotu 970 °C po dobu 3,0 minut, ochlazuje se rychlostí 200 °C za minutu, poté se pás moří, ohřívá na 150 °C a válcuje za studena na tloušťku 0,5 mm a konečně se ohřívá rychlostí 600 °C za minutu na teplotu 850 °C, na této teplotě se oduhličuje po dobu 3,5 minut v atmosféře 25 % dusíku a 75 % vodíku s teplotou rosného bodu +40 °C a poté se žihá ve druhém cyklu na 1 020 °C po dobu 1,5 minuty, přičemž tah v páse se reguluje tak, aby prodloužení pásu bylo 0,2 %. Pokud je pás obtížně tvařitelný při válcování za studena, předřadí se žihání na 600 °C po dobu 4 hodiny v ochranné atmosféře. Výsledné magnetické vlastnosti hotového výrobku jsou následující: $P_{1,0} = 1,20$ W/kg, $P_{1,5} = 3,0$ W/kg, $B_{2\ 500} = 1,58$ T, anizotropie ztrát $P_{1,5}$ je menší než 10 % a anizotropie indukce $B_{2\ 500}$ je menší než 0,1 T.

Jinou variantou postupu je druhý příklad, podle kterého se pás po provedeném normalizačním žihání dle prvního příkladu ochlazuje rychlostí 200 °C za minutu do teploty 700 °C, pak se ochlazování zpomalí a/nebo se zařadí výdrž na teplotě tak, že teplota 680 °C se dosáhne za 2 minuty, načež se pás dále ochlazuje rychlostí 100 °C za minutu. Další postup zpracování pásu je stejný jako v prvním příkladě.

Ještě jinou variantou postupu je třetí příklad, kdy za studena válcovaný pás podle prvního nebo druhého příkladu je žihán v jednom cyklu tak, že první etapa žihání na 850 °C i druhá etapa žihání na 970 °C se provede v jediné průběžné peci, tj. v první části pece se žihá na 850 °C a ve druhé části pece na 970 °C, přičemž prodloužení pásu se udržuje na hodnotě 0,3 %.

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

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob výroby magneticky měkkých izotropních ocelových pásů s vysokou magnetickou indukcí a nízkými měrnými ztrátami, z výchozí oceli obsahující v hmotnostních procentech 2,5 až 4,0 % křemíku, 0,1 až 0,7 % hliníku, 0,1 až 0,5 % manganu a dále maximálně 0,04 % uhlíku, 0,03 % síry, 0,1 % fosforu, 0,005 % kyslíku a 0,010 % dusíku, zbytek železo a nezbytné nečistoty, odléváním této oceli do kokil nebo kontinuálně a dále válcováním za tepla, mořením, válcováním za studena a konečně rekrytalizačním a oduhličujícím žíháním, vyznačený tím, že před válcováním za studena se za tepla válcovaný pás žíhá normalizačně na teplotu 900 až 1 150 °C po dobu 1,0 až 5,0 minut, načež se ochlazuje rychlostí minimálně 50 °C za minutu, válcování za studena se provede jednostupňově s celkovou redukcí minimálně 70 %, přičemž pás před válcováním má teplotu 70 až 200 °C a konečné rekrytalizační a oduhličovací žíhání se provede na teplotu 800 až 1 050 °C po dobu 2 až 8 minut v jednom nebo dvou po sobě následujících žíhacích cyklech, přičemž v první etapě žíhání se pás ohřívá rychlostí minimálně 300 °C za minutu a žíhá se v oduhličující atmosféře směsi vodíku a dusíku s teplotou rosného bodu +10 až +60 °C a ve druhé etapě žíhání se pás tahem prodlouží o 0,05 až 0,5 %.

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