

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 1999 - 671

(22) Přihlášeno: 21.07.1997

(30) Právo přednosti:
30.08.1996 IT 1996/RM600

(40) Zveřejněno: 12.01.2000

(Věstník č. 1/2000)

(47) Uděleno: 31.10.2002

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 15.01.2003
(Věstník č. 1/2003)

(86) PCT číslo: PCT/EP97/03921

(87) PCT číslo zveřejnění: WO 98/008987

(13) Druh dokumentu: B6

(51) Int. Cl.⁷:

C 21 D 8/12

//(C 22 C 38/02, B 22 D 11/04)

(73) Majitel patentu:

ACCIAI SPECIALI TERNI S. P. A., Terni, IT;

(72) Původce vynálezu:

Fortunati Stefano, Ardea, IT;
Cicalé Stefano, Rome, IT;
Abbruzzese Giuseppe, Montecastrilli, IT;

(74) Zástupce:

Korejzová Zdenka JUDr., Spálená 29, Praha 1, 11196;

(54) Název vynálezu:

Způsob výroby ušlechtilé křemíkové pásové oceli

(57) Anotace:

Podle předloženého řešení se navrhuje způsob výroby ušlechtilé křemíkové oceli s vysokými magnetickými charakteristikami, spočívající v kombinaci následujících kroků: (a) kontinuální odlévání tenké desky o tloušťce v rozmezí od 20 do 80 mm; (b) vyrovnávání takto získaných desek za tepla; (c) válcování takto vyrovnaných desek za tepla; (d) kontinuální žihání pásů válcovaných za tepla s následným ochlazením; (e) válcování pásu za studena v jediném kroku nebo v množství kroků s vloženým žiháním; (f) kontinuální žihání pásu válcovaného za studena ve vlhké atmosféře vodík/dusík; a (g) potažení pásu žihacím separačním prostředkem, jeho svinutí a žihání takto získaných svitků v hrncích v kombinované atmosféře vodík/dusík.

Způsob výroby ušlechtilé křemíkové pásové oceli

Oblast techniky

5 Předkládaný vynález se týká způsobu výroby ušlechtilé křemíkové pásové oceli s vysokými magnetickými charakteristikami, ve kterém se ocel, obsahující v procentech hmotnostních 2,5 až 5 % Si, 0,002 až 0,075 % C, 0,05 až 0,4 % Mn, S (nebo S + 0,503 Se) < 0,015 %, 0,010 až 10 0,045 % Al, 0,003 až 0,0130 % N, až 0,2 % Sn, 0,040 až 0,3 % Cu, zbytek železo a obvyklé nečistoty obsažené v přípustném množství, kontinuálně odlévá, žihá při vysoké teplotě, válcuje za tepla, válcuje za studena v jednom nebo více krocích s vřazenými žiháními mezi jednotlivými kroky, přičemž takto získaný pás válcovaný za studena se podrobuje žihání a oduhličení, potahuje žihacím separátorem a žihá v uzavřeném prostoru pro finální sekundární rekrytalizační úpravu.

Dosavadní stav techniky

20 Křemíková ocel s elektricky orientovanými krystaly (zrny) je obecně klasifikována do dvou hlavních kategorií, které se v podstatě liší příslušnou hodnotou indukce, měřenou za působení magnetického pole o velikosti 800 As/m, tato hodnota se nazývá hodnota B800. Běžný výrobek s orientovanými krystaly má hodnotu B800 menší než přibližně 1 890 mT, zatímco produkt s vysokou permeabilitou má hodnotu B800 vyšší než 1 900 mT. Další rozdělení vzniká na základě ztrátového činitele jádra, vyjádřeného ve W/kg při dané indukci a frekvenci.

25 Běžný ocelový plech s orientovanými krystaly byl prvně vyroben v 30-tých letech a stále má důležitý rozsah využití; ocel s orientovanými krystaly, která má velkou permeabilitu, byla vyrobena prvně v druhé polovině 60-tých let a má rovněž mnoho využití, převážně v těch oblastech, ve kterých její výhody velké permeability a nízkého ztrátového činitele jádra mohou kompenzo-
30 vat vyšší náklady na výrobu oproti běžnému produktu.

Pro elektricky orientované plechy s vysokou permeabilitou jsou vyšší magnetické charakteristiky dosahovány využitím druhých fází (zejména AlN), které, plně vysrážené, omezují pohyblivost hranic krystalů (zrn) a umožňují selektivní růst těchto krystalů (prostorově středěné krychlové),
35 které mají hranu paralelní se směrem válcování a diagonální rovinu s povrchem plechu (Grossova struktura), s omezenou nesprávnou prostorovou orientací vzhledem k uvedeným směrům.

Ovšem v průběhu tuhnutí tekuté oceli se AlN, umožňující dosáhnout tyto lepší výsledky, vysráží v hrubozrnné formě, nevhodné pro požadované účinky, a musí být rozpuštěna a opětovně vysrá-
40 žena ve správné formě, která musí být udržována až do okamžiku, ve kterém je dosažena krystalová (zrnitá) struktura, která má požadované rozměry a orientaci, v průběhu finální fáze žihání, po válcování za studena na finální tloušťku, na konci složitého a nákladného transformačního procesu. Bylo okamžitě rozpoznáno, že výrobní problémy, převážně ve vztahu k obtížím při získávání dobré výtěžnosti a jednotné kvality, je možné připisovat všem opatřením, která jsou
45 potřebná pro udržení AlN v potřebné formě a rozložení v průběhu celého transformačního procesu oceli.

V této souvislosti byla vyvinuta technologie, popsaná například v patentu US 4 225 366 a v patentu EPO 339 474, ve které je nitrid hliníku, vhodný pro řízení procesu růstu krystalů,
50 vytvářen prostřednictvím nitridování pásu, výhodně po válcování za studena.

V této technologii je nitrid hliníku, hrubě vysrážený v průběhu pomalého tuhnutí oceli, udržován v této fázi s využitím nízkých teplot ohřívání plochého polotovaru (nižších než 1 280 °C, výhodně nižších než 1 250 °C) před válcováním za tepla. Dusík, přiváděný do pásu po jeho oduhličení,
55 bezprostředně reaguje a vytváří nitridy křemíku a nitridy manganu/křemíku, které mají relativně

nízkou teplotu rozpustnosti a jsou rozpuštěny v průběhu finálního žíhání v uzavřeném prostoru; takto získaný volný dusík prolíná skrz pás a reaguje s hliníkem, přičemž se opětovně vysráží v jemné a homogenní formě podél tloušťky pásu, jako smíchaný nitrid hliníku/křemíku. Tento proces vyžaduje udržování oceli na teplotě 700 až 850 °C po dobu alespoň čtyř hodin.

5

Ve shora uvedených patentech je uvedeno, že nitridační teplota musí být v blízkosti teploty oduhličení (kolem 850 °C) a v žádném případě nesmí překročit teplotu 900 °C, aby se zabránilo neřízenému růstu krystalů v důsledku nepřítomnosti vhodných inhibitorů. Důsledkem je, že jako nejlepší nitridační teplota se jeví teplota 750 °C, přičemž teplota 850 °C je horní hranicí pro zabránění neřízenému růstu krystalů.

10

Tento proces obsahuje pravděpodobně určité výhody, jako jsou relativně nízké teploty ohřevu plochých polotovarů před válcováním za tepla, oduhličení a nitridování, a skutečnost, že potřeba udržovat pás při teplotě 700 až 850 °C po dobu alespoň čtyř hodin v peci pro žíhání v uzavřeném prostoru (pro dosažení míchaných nitridů hliníku/křemíku, potřebných pro řízení růstu krystalů) nezvyšuje celkové výrobní náklady, neboť ohřev pece pro žíhání v uzavřeném prostoru v každém případě vyžaduje podobnou dobu.

15

Ovšem shora uvedené se pouze jeví být výhodami, protože: (i) nízkou teplotu ohřevu plochých polotovarů udržuje hrubozrnnou formu sraženin nitridu hliníku, neschopnou řídit proces růstu krystalů, tudíž všechny následné ohřevy, zejména při procesech oduhličení a nitridování, musí probíhat při relativně nízkých, pečlivě řízených teplotách přesně pro zamezení neřízeného růstu krystalů; (ii) doba úpravy při těchto nízkých teplotách musí být v důsledku toho prodloužena; (iii) je nemožné začlenit, ve finálních žíháních, případná zlepšení pro urychlení (zkrácení) doby ohřevu, například využitím kontinuálních pecí namísto nekontinuálních pecí pro žíhání v uzavřeném prostoru.

20

25

Předpokládaný vynález má za cíl překonání nevýhod známých výrobních postupů, přičemž vhodně využívá kontinuální proces odlévání tenkých plochých polotovarů pro dosažení tenkých plochých polotovarů křemíkové oceli, které mají specifické vlastnosti tuhnutí a mikrostruktury, což umožňuje dosažení transformačního procesu bez množství kritických kroků. Zejména je proces kontinuálního odlévání prováděn tak, aby se v plochých polotovarech dosáhlo daného poměru rovnoosých a sloupkových krystalů, specifických rozměrů rovnoosých krystalů a jemných sraženin.

30

35

Podstata vynálezu

Pro dosažení uvedeného cíle je tedy navržen způsob výroby ušlechtilé křemíkové pásové oceli s vysokými magnetickými charakteristikami, ve kterém se ocel, obsahující v procentech hmotnostních 2,5 až 5 % Si, 0,002 až 0,075 % C, 0,05 až 0,4 % Mn, S (nebo S + 0,503 Se) < 0,015 %, 0,010 až 0,045 % Al, 0,003 až 0,0130 % N, až 0,2 % Sn, 0,040 až 0,3 % Cu, zbytek železo a obvyklé nečistoty obsažené v přípustném množství, kontinuálně odlévá, žíhá při vysoké teplotě, válcuje za tepla, válcuje za studena v jednom nebo více krocích s vřazenými žíháními mezi jednotlivými kroky, přičemž takto získaný pás válcovaný za studena se podrobuje žíhání a oduhličení, potahuje žíhacím separátorem a žíhá v uzavřeném prostoru pro finální sekundární rekrytalizační úpravu. Podstata způsobu podle vynálezu přitom spočívá v tom, že splňuje kombinaci následujících spolupracujících vztahů:

45

a) kontinuální odlévání tenkého plochého polotovaru s tloušťkou 20 až 80 mm, rychlosti odlévání 3 až 5 m/min, přičemž ocel se odlévá přehřátá o 20 až 40 °C nad teplotu likvidu, a ochlazuje se takovou rychlostí, že dosahuje úplného ztuhnutí v intervalu 30 až 100 s, s amplitudou oscilace formy mezi 1 a 10 mm a frekvencí oscilace mezi 200 a 400 cykly za minutu;

50

b) vyrovnávání takto získaných desek při teplotě v rozsahu mezi 1150 a 1300 °C;

55

- c) válcování za tepla vyrovnaných desek s počáteční teplotou válcování mezi 1000 a 1200 °C a konečnou teplotou válcování mezi 850 a 1050 °C;
- 5 d) kontinuální žíhání pásů válcovaných za tepla po dobu 30 až 300 s při teplotě mezi 900 a 1170 °C, ochlazení těchto pásů při teplotě ne menší než 850 °C a udržování této teploty po dobu 30 až 300 s, a potom jejich ochlazení, případně ve vařící vodě;
- 10 e) válcování pásu za studena v jednom nebo více krocích s vloženým žíháním, přičemž poslední krok válcování se provede s redukčním poměrem alespoň 80 %;
- 15 f) kontinuální žíhání pásu válcovaného za studena po celkovou dobu 100 až 350 s při teplotě v rozmezí 850 a 1050 °C, v atmosféře dusíku a vodíku se značným obsahem vodní páry, a s pH_2O/pH_2 v rozsahu mezi 0,3 a 0,7;
- 20 g) potažení pásu žíhacím separátorem, jeho svinutí a žíhání svitků v uzavřeném prostoru v atmosféře mající následující složení v průběhu zahřívání: vodík smíchaný s alespoň 30 % objemovými dusíku až do teploty 900 °C, vodík smíchaný s alespoň 40 % objemovými dusíku až do teploty 1100 až 1200 °C, s následným udržováním svitků na této teplotě v atmosféře čistého vodíku.
- Výhodně se tloušťka plochého polotovaru pohybuje v rozmezí 50 až 60 mm.
- Výhodně se obsah uhlíku v oceli pohybuje v rozmezí 0,002 až 0,01 % hmot.
- 25 Výhodně se obsah mědi v oceli pohybuje v rozmezí 0,04 až 0,3 % hmot.
- Výhodně se obsah mědi v oceli pohybuje v rozmezí 0,07 až 0,2 % hmot.
- 30 Výhodně je obsah cínu v oceli až 0,2 % hmot.
- Výhodně se obsah cínu v oceli pohybuje v rozmezí 0,1 až 0,17 % hmot.
- 35 Výhodně se v průběhu kontinuálního odlévání pro dosažení poměru rovnoosých ku sloupkovým krystalům o hodnotě v rozsahu mezi 35 a 75 % hmot., s rozměry rovnoosých krystalů v rozsahu mezi 0,7 a 2,5 mm, nastaví parametry odlévání následovně: tloušťka plochého polotovaru v rozmezí 30 až 60 mm, rychlost odlévání oceli v rozmezí 3,5 až 5 m/min a teplota přehřátí oceli nad teplotu likvidu v rozmezí 20 až 30 °C.
- 40 Výhodně je poměr rovnoosých krystalů ku sloupkovým krystalům větší než 50 % hmot.
- Výhodně se po kontinuálním žíhání pásu válcovaného za studena provádí nitridační úprava při teplotě v rozsahu mezi 900 až 1050 °C, přičemž obsah vodní páry v atmosféře této úpravy se pohybuje v rozmezí 0,5 a 100 g/m³.
- 45 Výhodně je v průběhu oduhličovacího žíhání teplota udržována pod 950 °C, a obsah dusíku v atmosféře následného žíhání v uzavřeném prostoru se udržuje na hodnotě vyšší než 50 % objemových pro umožnění difuze dusíku do pásu v množství až 0,005 % hmot.
- 50 Výhodně se v průběhu posledního kroku válcování za studena teplota pásu udržuje na hodnotě alespoň 200 °C při alespoň dvou válcovacích průchodech.
- Shora uvedené kroky způsobu podle předpokládaného vynálezu mohou být interpretovány následovně. Podmínky kontinuálního odlévání tenké desky jsou voleny pro dosažení počtu rovnoosých krystalů, který je vyšší než počet (obvykle o přibližně 25 %) dosažitelný při

tradičním kontinuálním odlévání (tloušťka plochého polotovaru či desky kolem 200 až 250 mm), a také pro dosažení rozměrů krystalů a rozložení jemných sraženin, které jsou obzvláště vhodné pro dosažení vysoce kvalitního produktu. Zejména jemné rozměry sraženin a následující žhání plochého polotovaru při teplotě až 1300 °C umožňují dosáhnout již v pásu válcovaném za tepla sraženin nitridu hliníku, které jsou vhodné pro určité řízení rozměrů krystalů, což umožňuje vyhnout se striktnímu řízení maximálních teplot při úpravě a využít kratší doby úpravy vzhledem k uvedeným vyšším teplotám.

Ve stejném smyslu musí být uvažována možnost využití velmi nízkých obsahů uhlíku, výhodně nižších než jsou obsahy potřebné pro vytvoření gama fáze, pro omezení rozpouštění nitridu hliníku, mnohem méně rozpustného v alfa fázi než v gama fázi.

Uvedená přítomnost, vzhledem k vytváření desky, dokonce malého množství jemných sraženin nitridu hliníku umožňuje odstranit kritičnost tepelných úprav, a rovněž umožňuje nárůst teploty oduhličení bez rizika neřízeného růstu krystalů. Tato zvýšená teplota je podstatná pro umožnění lepší difuze dusíku skrz pás a vytvoření, přímo v tomto kroku, dalšího nitridu hliníku. Za takovýchto podmínek je zde navíc potřeba pouze omezeného množství dusíku, které má být difundováno do pásu.

Pokud se týká nitridačního kroku, nezdá se být volba jeho podmínek obzvláště důležitá, nitridování může být prováděno v průběhu oduhličovacího žhání, přičemž v tomto případě je zajímavé udržovat teplotu úpravy kolem 1000 °C pro přímé dosažení nitridu hliníku. Pokud naproti tomu je teplota oduhličení udržována nízká, bude většina absorpce dusíku probíhat v průběhu žhání v uzavřeném prostoru.

Způsob podle předpokládaného vynálezu bude nyní ilustrován neomezuujícím příkladným popisem následujících příkladů jeho provedení.

Pokud v tomto popisu není uvedeno jinak jsou použita procentní množství procenty hmotnostními.

Příklady provedení vynálezu

35

Příklad 1

Byly vyrobeny následující oceli, jejichž složení je uvedeno v Tabulce 1.

40

Tabulka 1

Typ	Si %	C %	Mn %	Cu %	S %	Al _s %	N %	Sn %
A	3,15	0,5	0,1	0,1	0,007	0,027	0,008	0,015
B	3,22	0,045	0,12	0,12	0,008	0,029	0,0083	0,015
C	3,05	0,048	0,12	0,12	0,007	0,025	0,0075	0,11
D	3,2	0,01	0,14	0,13	0,007	0,027	0,0081	0,013
E	3,15	0,002	0,12	0,12	0,008	0,03	0,004	0,16
F	3,2	0,045	0,1	0,1	0,028	0,027	0,0082	0,012
G	3,3	0,055	0,15	0,15	0,01	0,008	0,007	0,013

45 kde označení Al_s je použito pro množství hliníku, který je v oceli přítomen ve formě rozpustné v kyselinách.

Shora uvedené oceli byly kontinuálně odlévány v plochých polotovarech silných 60 mm, s rychlostí odlévání 4,3 m/min, dobou tuhnutí 65 s, teplotou 28 °C, s využitím oscilace formy při 260 cyklech/min, s amplitudou oscilace 3 mm.

- 5 Ploché polotovary byly vyrovnány při teplotě 1180 °C po dobu 10 min a potom byly válcovány za tepla na různé tloušťky mezi 2,05 a 2,15 mm. Válcované pásy potom byly kontinuálně žíhány při teplotě 1100 °C po dobu 30 s, ochlazeny při teplotě 930 °C, drženy na této teplotě po dobu 90 s a potom ochlazeny ve vařící vodě.
- 10 Pásy potom byly válcovány za studena v jednom kroku na 0,29 mm s využitím teploty válcování 230 °C při třetím a čtvrtém válcovacím průchodu.

- Část pásů válcovaných za studena, nazvaná NS, z každého složení oceli prošla primární rekrystalizací a oduhličením podle následujícího cyklu: teplota 860 °C po dobu 180 s v atmosféře H_2-N_2 (75 : 25) s p_{H_2O}/p_{H_2} o hodnotě 0,65, potom teplota 890 °C po dobu 30 s v atmosféře H_2-N_2 (75 : 25) s p_{H_2O}/p_{H_2} o hodnotě 0,02.
- 15

- Pro zbývající pásy, nazvané ND, byla vyšší teplota úpravy 980 °C s přiváděním do pece rovněž NH_3 pro dosažení bezprostředního vytváření nitridu hliníku. Následující Tabulka 2 znázorňuje množství dusíku, přiváděná do pásu, podle množství NH_3 , přiváděného do pece.
- 20

Tabulka 2

Typ	ND1, NH_3 5 %	ND2, NH_3 10 %	NH_3 15 %
A	0,007	0,013	0,022
B	0,009	0,015	0,027
C	0,003	0,006	0,01
D	0,005	0,009	0,013
E	0,002	0,005	0,009
F	0,004	0,009	0,011
G	0,01	0,019	0,034

25

- Upravené pásy byly potaženy běžnými žihacími separátory na bázi MgO a byly žíhány v uzavřeném prostoru podle následujícího cyklu: rychlý ohřev až na teplotu 700 °C, udržování této teploty po dobu 5 hodin, ohřev až na teplotu 1200 °C v atmosféře H_2-N_2 (60 : 40), udržování této teploty po dobu 20 hodin v H_2 .
- 30

Po obvyklých finálních úpravách byly změřeny následující magnetické charakteristiky:

Tabulka 3

35

Typ	B 800	(mT)			P 17	(W/kg)		
	NS	ND1	ND2	ND3	NS	ND1	ND2	ND3
A	1930	1920	1890	1850	0,95	0,98	1,09	1,19
B	1920	1910	1880	1840	0,97	0,98	1,1	1,28
C	1930	1930	1890	1880	0,88	0,9	1,02	1,07
D	1920	1910	1890	1890	0,89	0,97	1,07	1,12
E	1930	1930	1910	1890	0,85	0,88	0,95	1,05
F	1570	1563	1659	1730	2,53	2,47	1,98	1,79
G	1620	1710	1820	1940	1,29	1,72	1,42	1,35

Kde P17 označuje ztráty výkonu, měřené v magnetizačním poli o velikosti magnetizace 1,7 T (Tesla).

Příklad 2

Oceli s podobnými složeními, která jsou znázorněna v Tabulce 4, byly odlity s využitím odlišných procedur odlévání.

Tabulka 4

Typ	Si %	C %	Mn %	Cu %	S %	Al _s %	N %	Sn %
Al	3,2	0,035	0,1	0,09	0,009	0,029	0,008	$0,1 \times 10^{-4}$
Bl	3,2	0,038	0,1	0,1	0,008	0,03	0,0083	$0,11 \times 10^{-4}$
Cl	3,22	0,033	0,11	0,1	0,009	0,029	0,0075	$0,1 \times 10^{-4}$

Ocel Al byla kontinuálně odlévána na desky o tloušťce 240 mm, přičemž byl dosažen poměr rovnoosých ku sloupkovým krystalům (REX) 25 %.

Ocel Bl byla kontinuálně odlévána na desky o tloušťce 50 mm, přičemž bylo dosaženo hodnoty REX 50 %.

Ocel Cl byla kontinuálně odlévána na tenké desky o tloušťce 60 mm, přičemž bylo dosaženo hodnoty REX 30 %.

Desky byly zahřátý na teplotu 1250 °C, válcovány za tepla na tloušťku 2,1 mm, a válcované pásy potom byly žihány jako v Příkladu 1, a potom válcovány za studena na tloušťku 0,29 mm.

Pásy válcované za studena byly rozděleny do tří skupin, z nichž každá byla upravena podle jednoho z následujících cyklů:

Cyklus 1: ohřátí na teplotu 850 °C po dobu 120 s v atmosféře H₂-N₂ (75 : 25) s p_{H₂O}/p_{H₂} o hodnotě 0,55, zvýšení teploty na 880 °C po dobu 20 s v atmosféře H₂-N₂ (75 : 25) s p_{H₂O}/p_{H₂} o hodnotě 0,02.

Cyklus 2: ohřátí na teplotu 860 °C po dobu 120 s v atmosféře H₂-N₂ (75 : 25) s p_{H₂O}/p_{H₂} o hodnotě 0,55, zvýšení teploty na 890 °C po dobu 20 s v atmosféře H₂-N₂ (75 : 25) s 3 % NH₃ a p_{H₂O}/p_{H₂} o hodnotě 0,02.

Cyklus 3: ohřátí na teplotu 860 °C po dobu 120 s v atmosféře H₂-N₂ (75 : 25) s p_{H₂O}/p_{H₂} o hodnotě 0,55, zvýšení teploty na 1000 °C po dobu 20 s v atmosféře H₂-N₂ (75 : 25) s 3 % NH₃ a p_{H₂O}/p_{H₂} o hodnotě 0,02.

Všechny pásy byly žihány v uzavřeném prostoru, jako podle příkladu 1.

Získané magnetické charakteristiky jsou uvedeny v Tabulce 5.

Tabulka 5

	Cyklus 1			Cyklus 2			Cyklus 3		
	Al	Bl	Cl	Al	Bl	Cl	Al	Bl	Cl
B800, mT	1620	1940	1920	1890	1940	1930	*	1950	1930
P17, W/kg	2,17	0,89	0,95	1,08	0,85	0,89	*	0,85	0,95

* tyto materiály nedosáhly uspokojivé sekundární rekrytalizace.

Příklad 3

Ocel, mající následující složení: Si 3,01 %, C 0,045 %, Mn 0,09 %, Cu 0,10 %, S 0,01 %, Al_s 0,031 %, N 0,007 %, Sn 0,12 %, zbytek je železo a minoritní nečistoty, byla odlévána na ploché polotovary, jako v Příkladu 1, a transformována na pásy válcované za studena, jako v Příkladu 2. Pásy válcované za studena prošly různými kontinuálními cykly žíhání podle následujících podmínek: teplota T_1 po dobu 180 s v atmosféře H_2-N_2 (74 : 25) s pH_2O/pH_2 o hodnotě 0,58, teplota T_2 po dobu 30 s v atmosféře H_2-N_2 (74 : 25) s různým obsahem NH_3 a pH_2O/pH_2 o hodnotě 0,03.

Byly použity různé hodnoty T_1 a T_2 a také různé koncentrace NH_3 , a byla naměřena množství absorbovaného dusíku pro každý test, přičemž pásy byly dokončeny podle Příkladu 1 a byly změřeny magnetické charakteristiky.

Tabulka 6 ukazuje dosažené hodnoty B800 (mT) jako funkci absorbovaného dusíku, v % $\times 10^{-4}$, s $T_1 = 850^\circ C$ a $T_2 = 900^\circ C$.

Tabulka 6

N	0	10	25	45	55	100	125	130	150	160	200
B800	1935	1930	1936	1930	1920	1920	1910	1910	1880	1890	1885

Tabulka 7 ukazuje dosažené hodnoty B800 jako funkci teploty T_1 , teplota T_2 je $950^\circ C$.

Tabulka 7

Tabulka 7

$T_1, ^\circ C$	830	850	870	890	910	930	950
B800	1910	1920	1935	1930	1940	1945	1950

Tabulka 8 ukazuje dosažené hodnoty B800 jako funkci nitridační teploty T_2 , teplota T_1 je $850^\circ C$.

Tabulka 8

Tabulka 8

$T_2, ^\circ C$	800	850	900	950	1000	1050	1100
B800	1870	1880	1910	1920	1935	1925	1905

PATENTOVÉ NÁROKY

- 5 1. Způsob výroby ušlechtilé křemíkové pásové oceli s vysokými magnetickými charakteristikami, ve kterém se ocel, obsahující v procentech hmotnostních 2,5 až 5 % Si, 0,002 až 0,075 % C, 0,05 až 0,4 % Mn, S (nebo S + 0,503 Se) < 0,015 %, 0,010 až 0,045 % Al, 0,003 až 0,0130 % N, až 0,2 % Sn, 0,040 až 0,3 % Cu, zbytek železo a obvyklé nečistoty obsažené v přípustném množství, kontinuálně odlévá, žihá při vysoké teplotě, válcuje za tepla, válcuje za studena v jednom nebo více krocích s vřazenými žiháními mezi jednotlivými kroky, přičemž takto získaný pás válcovaný za studena se podrobuje žihání a oduhlíčení, potahuje žihacím separátorem a žihá v uzavřeném prostoru pro finální sekundární rekrytalizační úpravu, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že zahrnuje kombinaci následujících kroků:
- 15 a) kontinuální odlévání tenkého plochého polotovaru s tloušťkou 20 až 80 mm, rychlostí odlévání 3 až 5 m/min, přičemž ocel se odlévá přehřátá o 20 až 40 °C nad teplotu likvidu, a ochlazuje se takovou rychlostí, že se dosahuje úplného ztuhnutí v intervalu 30 až 100 s, s amplitudou oscilace formy mezi 1 a 10 mm a frekvencí oscilace mezi 200 a 400 cykly za minutu;
- 20 b) vyrovnávání takto získaných desek při teplotě v rozsahu mezi 1150 a 1300 °C;
- c) válcování za tepla vyrovnaných desek s počáteční teplotou mezi 1000 a 1200 °C a konečnou teplotou válcování mezi 850 a 1050 °C;
- 25 d) kontinuální žihání pásů válcovaných za tepla po dobu 30 až 300 s při teplotě mezi 900 a 1170 °C, ochlazení těchto pásů při teplotě ne menší než 850 °C a udržování této teploty po dobu 30 až 300 s, a potom jejich ochlazení, případně ve vařící vodě;
- 30 e) válcování pásu za studena v jednom nebo více krocích s vloženým žiháním, přičemž poslední krok válcování se provede s redukčním poměrem alespoň 80 %;
- f) kontinuální žihání pásu válcovaného za studena po celkovou dobu 100 až 350 s při teplotě v rozmezí 850 a 1050 °C, v atmosféře dusíku a vodíku se značným obsahem vodní páry, a s pH_2O/pH_2 v rozsahu mezi 0,3 a 0,7;
- 35 g) potažení pásu žihacím separátorem, jeho svinutí a žihání svitků v uzavřeném prostoru v atmosféře mající následující složení v průběhu zahřívání: vodík smíchaný s alespoň 30 % objemovými dusíku až do teploty 900 °C, vodík smíchaný s alespoň 40 % objemovými dusíku až do teploty 1100 až 1200 °C, s následným udržováním svitků na této teplotě v atmosféře čistého vodíku.
- 40 2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že tloušťka plochého polotovaru se pohybuje v rozmezí 50 až 60 mm.
- 45 3. Způsob podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsah uhlíku v oceli se pohybuje v rozmezí 0,002 až 0,01 % hmot.
4. Způsob podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsah v oceli se pohybuje v rozmezí 0,04 až 0,3 % hmot.
- 50 5. Způsob podle nároku 4, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsah mědi v oceli se pohybuje v rozmezí 0,07 až 0,2 % hmot.

6. Způsob podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že obsah cínu v oceli je až 0,2 % hmot.
- 5 7. Způsob podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že obsah cínu v oceli se pohybuje v rozmezí 0,1 až 0,17 % hmot.
- 10 8. Způsob podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že v průběhu kontinuálního odlévání se pro dosažení poměru rovnoosých ku sloupkovým krystalům o hodnotě v rozsahu mezi 35 a 75 % hmot., s rozměry rovnoosých krystalů v rozsahu mezi 0,7 a 2,5 mm, nastaví parametry odlévání následovně: tloušťka plochého polotovaru v rozmezí 30 až 60 mm, rychlost odlévání oceli v rozmezí 3,5 až 5 m/min a teplota přehřátí oceli nad teplotu likvidu v rozmezí 20 až 30 °C.
- 15 9. Způsob podle nároku 8, **vyznačující se tím**, že poměr rovnoosých krystalů ku sloupkovým krystalům je větší než 50 % hmot.
- 20 10. Způsob podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že po kontinuálním žhání pásu válcovaného za studena se provádí nitridačně úprava při teplotě v rozsahu mezi 900 a 1050 °C, přičemž obsah vodní páry v atmosféře této úpravy se pohybuje v rozmezí 0,5 a 100 g/m³.
- 25 11. Způsob podle kteréhokoliv z nároků 1 až 9, **vyznačující se tím**, že v průběhu oduhličovacího žhání se teplota udržuje pod 950 °C, a obsah dusíku v atmosféře následného žhání v uzavřeném prostoru se udržuje na hodnotě vyšší než 50 % objemových pro umožnění difuze dusíku do pásu v množství až 0,005 % hmot.
- 30 12. Způsob podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že v průběhu posledního kroku válcování za studena se teplota pásu udržuje na hodnotě alespoň 200 °C při alespoň dvou válcovacích průchodech.

35

Konec dokumentu
