



(19) RU⁽¹¹⁾ 2 184 787⁽¹³⁾ C2
(51) МПК⁷ C 21 D 8/12

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 99116259/02, 24.07.1997
(24) Дата начала действия патента: 24.07.1997
(30) Приоритет: 24.12.1996 IT RM 96A000903
(43) Дата публикации заявки: 20.06.2001
(46) Дата публикации: 10.07.2002
(56) Ссылки: EP 0339474 A1, 02.11.1989. DE 4311151 C1, 28.07.1994. SU 1275053 A1, 07.12.1986. SU 1555378 A2, 07.04.1990.
(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную фазу: 26.07.1999
(86) Заявка РСТ: EP 97/04009 (24.07.1997)
(87) Публикация РСТ: WO 98/28453 (02.07.1998)
(98) Адрес для переписки: 129010, Москва, ул. Б.Спасская 25, стр.3, ООО "Юридическая фирма Городисский и Партнеры", Е.И.Емельянову

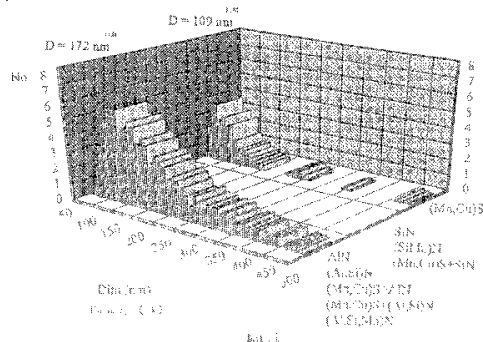
(71) Заявитель:
АЧЧАИ СПЕЧЬЯЛИ ТЕРНИ С.П.А. (IT)
(72) Изобретатель: ФОРТУНАТИ Стефано (IT), ЧИКАЛЕ Стефано (IT), АББРУДЗЕСЕ Джузеппе (IT), МАТЕРА Сузанна (IT)
(73) Патентообладатель:
АЧЧАИ СПЕЧЬЯЛИ ТЕРНИ С.П.А. (IT)
(74) Патентный поверенный:
Емельянов Евгений Иванович

(54) СПОСОБ ОБРАБОТКИ КРЕМНИСТОЙ СТАЛИ С ОРИЕНТИРОВАННОЙ ЗЕРЕННОЙ СТРУКТУРОЙ

(57)

Изобретение относится к способу обработки кремнистой стали, в частности к способу трансформирования полосы из кремнистой стали с ориентированной зеренной структурой, по которому в горячекатаной полосе получают исходное регулируемое количество выделений (сульфидов и алюминия в форме нитрида) в форме мелких и однородно распределенных выделений, подходящих для регулирования размера зерен в процессе обезуглероживающего отжига: регулирование последующей вторичной рекристаллизации осуществляют путем добавления к первичным выделениям дополнительного алюминия в форме нитрида, образующегося непосредственно при непрерывной высокотемпературной обработке. Способ обработки стали для электротехнических областей применения, предусматривающий комбинацию термической обработки сляба со

специальными обработками для выполнения первичной рекристаллизации и азотирования, позволяет регулировать распределение, количество и размеры выделяющихся фаз и получать однородное распределение азота в ходе этапа азотирования, сопровождающегося прямой реакцией абсорбированного азота с алюминием. 10 з.п. ф-лы, 13 ил., 7 табл.





(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 184 787** ⁽¹³⁾ **C2**
(51) Int. Cl.⁷ **C 21 D 8/12**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 99116259/02, 24.07.1997
(24) Effective date for property rights: 24.07.1997
(30) Priority: 24.12.1996 IT RM 96A000903
(43) Application published: 20.06.2001
(46) Date of publication: 10.07.2002
(85) Commencement of national phase: 26.07.1999
(86) PCT application:
EP 97/04009 (24.07.1997)
(87) PCT publication:
WO 98/28453 (02.07.1998)
(98) Mail address:
129010, Moskva, ul. B.Spasskaja 25, str.3,
OOO "Juridicheskaja firma Gorodisskij i
Partnery", E.I.Emel'janovu

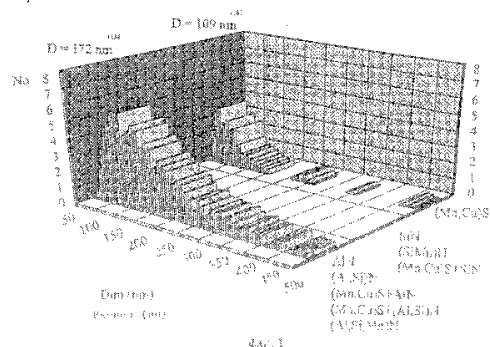
(71) Applicant:
AChChAI SPECh'JaLI TERNI S.P.A. (IT)
(72) Inventor: FORTUNATI Stefano (IT),
ChIKALE Stefano (IT), ABBRUDZESE Dzhuzeppe
(IT), MATERA Suzanna (IT)
(73) Proprietor:
AChChAI SPECh'JaLI TERNI S.P.A. (IT)
(74) Representative:
Emel'janov Evgenij Ivanovich

(54) **METHOD OF TREATING SILICON STEEL WITH ORIENTED GRANULAR STRUCTURE**

(57) Abstract:

FIELD: methods of treatment of silicon steel, particularly, methods of transformation of strip from silicon steel with oriented granular structure. SUBSTANCE: produced in hot-rolled strip is initial controlled amount of liberated substances (sulfides and aluminum in the form of its nitride) in the form of fine and uniformly distributed liberated substances suitable for regulation of grain size in process of decarbonization annealing; regulation of subsequent secondary recrystallization is effected by addition of primary liberated substances of additional aluminum in the form of nitride formed directly during continuous high-temperature treatment. Method of steel treatment for electrical engineering provides for combination of heat treatment of slab with special treatment operations for performance of primary

recrystallization and nitriding and makes it possible to regulate distribution, quantity and sizes of liberated phases and to attain uniform distribution of nitrogen during stage of nitriding accompanied by direct reaction of absorbed nitrogen with aluminum. EFFECT: higher efficiency. 11 cl, 12 dwg, 7 tbl, 4 ex



Настоящее изобретение относится к способу обработки кремнистой стали, в частности к способу трансформирования полосы из кремнистой стали с ориентированной зеренной структурой, по которому в горячекатаной полосе получают исходное регулируемое количество выделений (сульфидов и алюминия в форме нитрида) в форме мелких и однородно распределенных выделений, подходящих для регулирования размера зерен в процессе обезуглероживающего отжига; регулирование последующей вторичной рекристаллизации осуществляют путем добавления к первичным выделениям дополнительного алюминия в форме нитрида, образующегося непосредственно при непрерывной высокотемпературной обработке.

Предшествующий уровень техники

Кремнистую сталь с ориентированной зеренной структурой для электротехнических областей применения, как правило, разделяют на две категории, отличающиеся в основном величиной магнитной индукции, измеряемой под действием магнитного поля, имеющего величину 800 ампер/м, причем этот параметр обозначают как "B800". Обычные стали с ориентированной зеренной структурой имеют уровни B800 менее 1890 мТ; стали, обладающие высокой магнитной проницаемостью с ориентированной зеренной структурой имеют B800 более 1900 мТ. Имеются дополнительные деления категорий в соответствии с так называемыми потерями в сердечнике, которые выражают в Вт/кг.

Обычную кремнистую сталь с ориентированной зеренной структурой, разработанную в тридцатые годы, и сталь с суперориентированной зеренной структурой, нашедшую промышленное применение во второй половине шестидесятых годов, используют в основном для производства сердечников для электрических трансформаторов, причем к преимуществам продукции с суперориентированными зернами относят их высокую магнитную проницаемость, которая позволяет делать сердечники меньшего размера и с меньшими потерями, что обеспечивает экономию энергии.

Магнитная проницаемость у полос из электротехнической стали является функцией ориентации кристаллов (зерен) железа с кубической объемноцентрированной решеткой, лучшей с теоретической точки зрения является ориентация, один из углов которой параллелен направлению прокатки.

Некоторые подходящие продукты фазовых выделений (ингибиторы), так называемые вторичные фазы, снижают подвижность границ зерен. Их использование позволяет получить избирательный рост зерен, имеющих нужную ориентацию; чем выше температура растворения в стали этих выделений, тем выше однородность ориентации и тем лучше магнитные свойства готовой продукции. В стали с ориентированной зеренной структурой ингибитор состоит в основном из сульфидов и/или селенидов марганца, тогда как в стали с суперориентированными зернами замедление роста зерен происходит благодаря нескольким типам выделений, включающим упомянутые сульфиды, а также алюминий в форме нитрида.

Однако при производстве стали с ориентированной и суперориентированной зеренной структурой в процессе затвердевания жидкой стали и последующего ее охлаждения в твердом состоянии ингибиторы выделяются в грубой форме, непригодной для осуществления поставленных целей; поэтому их нужно вновь растворять и повторно выделять в подходящей форме и поддерживать в таком состоянии вплоть до тех пор, пока не образуются зерна нужного размера и ориентации, на этапе заключительного отжига, после холодной прокатки до нужной конечной толщины и обезуглероживающего отжига, т.е. в конце сложного и дорогостоящего процесса трансформирующей обработки стали.

Очевидно, что производственные проблемы, которые по существу связаны с трудностью получения высокой производительности и стабильного качества, в большой степени зависят от принятия необходимых мер для сохранения ингибиторов в нужной форме и распределении на протяжении всего процесса трансформирующей обработки стали.

Для случая продукции из стали с суперориентированной зеренной структурой была разработана новая технология для преодоления этих проблем, как описано, например, в патенте США 4225366 и в Европейском патенте 0339474; в этих патентах описано получение нитрида алюминия, подходящего для регулирования роста зерен посредством азотирования полосы, предпочтительно после этапа холодной прокатки.

В последнем патенте нитрид алюминия, который выпадает в виде грубых выделений в процессе медленного затвердевания и последующего охлаждения стали, сохраняют в этом состоянии за счет использования низкой температуры нагрева толстых слябов (ниже 1280°C, предпочтительно, ниже 1250 °C) перед этапом горячей прокатки; после необязательного обезуглероживающего отжига в полосу вводят азот (по существу, вблизи его поверхностей); он затем начинает реагировать с образованием нитридов кремния и нитридов марганца с кремнием, имеющих относительно низкую температуру растворения, при которой они растворяются в процессе нагрева при завершающем отжиге в садочной печи. Азот, подаваемый таким образом, может глубоко проникать в полосу и реагировать с алюминием, вторично выделяясь в форме мелких и однородных частиц по всей толщине полосы в виде смеси нитрида алюминия и кремния; этот процесс требует постоянно поддерживать температуру материала на уровне 700-800°C по меньшей мере 4 часа. В вышеописанном Европейском патенте установлено, что температура при введении азота должна быть близкой к температуре обезуглероживания (около 850°C) и в любом случае, не выше 900 °C, для предотвращения нерегулируемого роста зерен, вызываемого отсутствием подходящего ингибитора. Действительно, оказалось, что оптимальная температура азотирования составляет 750 °C, в то время как 850 °C является верхним пределом, для того чтобы

предотвратить такой нерегулируемый рост.

Показано, что данный способ имеет некоторые преимущества, такие как относительно низкая температура нагрева слябов перед горячей прокаткой, или относительно низкие температуры обезуглероживания и азотирования; другое преимущество заключается в том, что производственные расходы не возрастают при выдерживании полосы в садочной отжиговой печи при температуре от 700 до 800°C в течение по меньшей мере четырех часов для получения смеси нитридов алюминия и кремния, необходимых для регулирования роста зерен) поскольку время, требуемое для нагрева в садочных отжигowych печах является приблизительно таким же.

Однако перечисленные выше преимущества сопровождаются и некоторыми недостатками, среди которых: (i) почти полное отсутствие выделений, замедляющих рост зерен из-за низкой температуры нагрева сляба; как следствие, любой нагрев полосы, т.е. в процессах обезуглероживания и азотирования, нужно выполнять при относительно низких и критических для регулирования температурах, для того чтобы предотвратить нерегулируемый рост зерен при упомянутых выше условиях; (ii) отсутствие возможности принимать любые меры в ходе этапа завершающего отжига, чтобы сократить время нагрева, например, путем замены садочных отжигowych печей на другие печи, работающие в непрерывном режиме.

Подробное описание изобретения

Настоящее изобретение направлено на преодоление недостатков известных способов производства посредством создания нового способа, позволяющего регулировать в оптимальных пределах размер зерна при первичной кристаллизации и, в то же время, позволяющий осуществлять высокотемпературную реакцию азотирования, обеспечивающую возможность коррекции полного содержания подходящих ингибиторов, вплоть до необходимых величин, непосредственно в процессе непрерывного отжига.

Согласно изобретению, непрерывно литой сляб нагревают равномерно при температуре, достаточной для растворения ограниченного, но значительного количества вторичных фаз, подобных сульфидам и нитридам, которые после этого выделяют методом, подходящим для регулирования роста зерен вплоть до обезуглероживающего отжига включительно. В ходе дальнейшей высокотемпературной обработки в процессе такого же непрерывного отжига, осуществляют дальнейшее выделение связанного с алюминием азота, для того чтобы привести в соответствие полное количество вторичных фаз с нужной ориентацией зерен в процессе вторичной рекристаллизации.

Настоящее изобретение относится к способу получения полосы из электротехнической стали, по которому производят непрерывную разливку кремнистой стали, горячую прокатку и холодную прокатку, и по которому полученные холоднокатаные полосы отжигают в непрерывном режиме для осуществления первичной рекристаллизации, обезуглероживания, а затем (также в

непрерывном режиме) азотируют, наносят разделяющее покрытие против слипания при отжиге и отжигают в садочной печи для осуществления завершающей термической обработки для вторичной рекристаллизации, причем способ отличается комбинацией следующих взаимосвязанных этапов:

(i) получение горячекатаного листа, степень (Iz) влияния ингибиторов в котором, необходимую для регулирования роста зерен, рассчитываемую в соответствии со следующей эмпирической формулой:

$$Iz=1,91 Fv/r$$

(где Fv представляет собой объемную фракцию нужных выделений, а r является их средним радиусом) составляет от 400 до 1300 см⁻¹; это можно осуществить, например, путем выполнения стабилизирующей термической обработки непрерывно литой стали при температуре, составляющей от 1100 до 1320°C, предпочтительно, от 1270 до 1310°C с последующей горячей прокаткой при регулируемых условиях;

(ii) выполнение непрерывного первичного отжига для рекристаллизации холоднокатаной полосы при температуре, составляющей от 800 до 950°C, во влажной азотно-водородной атмосфере, причем упомянутый отжиг необязательно включает этап обезуглероживания;

(iii) выполнение в непрерывном режиме этапа азотирующего отжига при температуре, составляющей от 850 до 1050 °C, в течение периода времени от 5 до 120 сек, посредством введения в зону азотирования печи некоторого азотирующего газа, предпочтительно, газа, содержащего NH₃, в количестве от 1 до 35 стандартных литров на кг обрабатываемой полосы, вместе с паром в количестве от 0,5 до 100 г/м³, причем содержание NH₃ упомянутого газа предпочтительно составляет от 1 до 9 стандартных литров на кг обрабатываемой стали.

Согласно настоящему изобретению в процессе следующей термической обработки для вторичной рекристаллизации можно также значительно увеличить скорость нагрева в температурном диапазоне от 700 до 1200°C, уменьшая тем самым время нагрева по сравнению с обычными 25 часами или более, необходимыми согласно известным способам, до менее четырех часов; интересно, что существует такой же температурный диапазон, как настоятельно требуемый известными способами, для того чтобы растворить нитриды кремния, образованные на поверхности, для диффузии остаточного азота в лист и для образования выделений, состоящих из смешанных нитридов алюминия, причем, в соответствии с известными исследованиями, такой процесс требует по меньшей мере четырех часов при температуре, составляющей от 700 до 800°C.

Что касается состава стали, то алюминий должен присутствовать в приемлемом диапазоне от 150 до 450 частей на миллион.

Кроме того, следует отметить, что азотирующую термическую обработку нужно выполнять после первичной рекристаллизации: ее можно выполнять также в ходе других этапов процесса трансформирования проката после этапа холодной прокатки.

Остальную часть цикла трансформирования выполняют конечно в соответствии с конкретными технологиями, в зависимости от нужного готового продукта; в данном описании не будет ссылок на эти технологии, пока это не понадобится для приведения примеров.

Настоящее изобретение позволяет, независимо от нужного готового продукта, работать без затруднительного регулирования температуры и даже получить при первичной рекристаллизации зерно оптимальных размеров для качества готового продукта; оно позволяет также получить прямые высокотемпературные выделения алюминия в форме нитрида в ходе этапа азотирующего отжига.

Основы настоящего изобретения можно выразить следующим образом. Предполагают, что важно поддерживать определенное количество ингибитора в стали вплоть до этапа непрерывного азотирующего отжига; это количество не должно быть слишком незначительным, а должно быть приемлемым для регулирования роста зерен, тем самым позволяя работать при относительно высоких температурах, устраняя в то же самое время риск нерегулируемого роста зерен, который подразумевает значительное падение производительности и магнитных свойств.

Этого можно достичь несколькими путями в процессе производственного цикла, предшествующего этапу холодной прокатки, например, посредством сочетания (а) точного выбора состава элементов, необходимых для выделения сульфидов, селенидов и нитридов, таких как S, Se, N, Mn, Cu, Cr, Ni, V, Nb, B, и т.д., и/или элементов, которые, когда присутствуют в растворенном виде, могут влиять на перемещение границ зерен в процессе термических обработок, таких как Sn, Sb, Bi, и т.д., с (b) используемым типом и технологией отливки, температурой слитков перед горячей прокаткой, температурой самого этапа горячей прокатки, термическим циклом возможного высокотемпературного отжига горячекатаных полос.

Независимо от способа их производства, готовые полосы должны иметь подходящую степень влияния ингибиторов в точно определенном диапазоне: на основе обширных исследований, выполненных как в лаборатории, так и на промышленных предприятиях, авторы настоящего изобретения определили, что этот диапазон должен составлять от 400 до 1300 см⁻¹ (как показано ниже в примере 1).

В процессе упомянутых экспериментов также было обнаружено, что общая степень влияния ингибиторов, позволяющая получить лучшие магнитные свойства зависит, раз за разом, от распределения размеров зерен, образовавшихся в процессе первичной рекристаллизации: чем больше средний размер зерен и чем ниже стандартный разброс распределения размеров, тем меньшая величина степени влияния ингибиторов необходима для регулирования зерен.

В конкретном варианте настоящего изобретения регулирование выделений осуществляют посредством поддержания температуры сляба достаточно высокой,

чтобы растворить значительное количество ингибиторов, но в то же время достаточно низкой для предотвращения образования жидкого шлака, избежав, таким образом, необходимости использования дорогостоящих специальных печей.

Ингибиторы, как только они выпали в виде мелких фаз после процесса горячей прокатки, позволяют избежать продолжительного регулирования температуры обработки; они также позволяют повысить температуру азотирования вплоть до уровня, необходимого для выделения алюминия непосредственно в форме нитрида, и увеличить скорость проникновения и диффузию азота в лист.

Вторичные фазы, присутствующие в матрице, служат в качестве зародышей упомянутых выделений, выпадение которых инициируется диффузией азота, способствующей также более однородному распределению абсорбированного азота по всей толщине полосы.

Описание чертежей

Способ в соответствии с настоящим изобретением иллюстрируется следующими далее примерами и чертежами, которые, однако, являются всего лишь иллюстрациями, без ограничения его притязаний.

- На фиг. 1 представлена трехмерная диаграмма для типичной обезуглероженной полосы, на которой приведены следующие данные: (i) ось x: тип выделений; (ii) ось y: распределение размеров упомянутых выделений; (iii) ось z: процентное содержание выделений в соответствии с относительными размерами; средний радиус различных групп выделений, обозначенный "D", выше плоскости x-z.

- На фиг. 2a представлена диаграмма, аналогичная показанной на фиг. 1, для типовой полосы, которую подвергли азотированию при низкой температуре в соответствии с известными способами, и относящаяся к случаю выделений в поверхностных слоях полосы.

- На фиг. 2b представлена диаграмма, аналогичная показанной на фиг. 2a, относящаяся к типовой полосе, которую подвергли азотированию при температур 1000°C в соответствии с настоящим изобретением.

- На фиг. 3a представлена диаграмма, аналогичная показанной на фиг. 2a, относящаяся к типовой полосе, которую подвергли азотированию при низкой температуре в соответствии с известными способами, и относящаяся к случаю выделений на 1/4 толщины листа.

На фиг. 3b представлена диаграмма, аналогичная показанной на фиг. 3a, относящаяся к типовой полосе, которую подвергли азотированию при температур 1000°C в соответствии с настоящим изобретением.

На фиг. 4a представлена диаграмма, аналогичная показанной на фиг. 2a, относящаяся к типовой полосе, которую подвергли азотированию при низкой температуре в соответствии с известными способами, и относящаяся к случаю выделений на 1/2 толщины полосы.

- На фиг. 4b представлена диаграмма, аналогичная показанной на фиг. 4a, относящаяся к типовой полосе, которую

подвергли азотированию при температуре 1000°C в соответствии с настоящим изобретением.

На фиг. 5 показаны: (1) на 5b типовая картина и размеры выделений, полученных в соответствии с известным способом азотирования полос из кремнистой стали для получения магнитных свойств; (ii) на фиг.5a картина дифракции электронов, относящаяся к фиг.5b; (iii) на 5c EDS-спектр и концентрация металлических элементов выделений с фиг.5b.

- Фиг. 6 аналогична фиг.5, но относится к выделениям, полученным в соответствии с настоящим изобретением;

На фиг. 5c и 6c пик меди относится к подложке, использованной для получения копии.

Пример 1

Для того, чтобы оценить влияние ингибиторов, образующихся перед этапом азотирования, обработали несколько подвергнутых холодной прокатке за один этап полос, отличающихся составом, и/или условиями разливки, и/или температурой нагрева слэбов и/или условиями горячей прокатки, в соответствии с полным промышленным циклом, а также при смешанном промышленно-лабораторном цикле.

Влияние ингибиторов оценивали в соответствии с известной эмпирической формулой:

$$I_z = 1,91 F_v / r$$

где I_z представляет собой степень влияния ингибиторов, в см⁻¹, F_v представляет собой объемную фракцию нужных выделений и r является средним радиусом частиц выделений, определяемым посредством подсчета выделений под микроскопом на основе 300 частиц на образце.

Далее определили эквивалентный радиус (D_{eq}) зерна после обезуглероживающего отжига и первичной рекристаллизации, а также после этапа азотирования; рассчитывали также стандартное отклонение E распределения измерений. Цикл трансформирования выполнили путем отжига в садовой печи при стандартных условиях (постепенный нагрев до 1200°C при скорости нагрева 20°C/час и поддержание такой температуры в течение 20 часов).

Результаты представлены в таблице 1.

Из представленных в этой таблице результатов, а также из дальнейших экспериментов можно видеть, что корректная степень влияния ингибиторов в соответствии с целью настоящего изобретения находится в диапазоне значений от 400 до 1300 см⁻¹.

Пример 2

Для проверки эффективности процесса диффузии азота при азотировании, выполненном при высокой температуре, согласно настоящему изобретению, кремнистую сталь (содержащую 3,05 вес.% Si, 320 частей на миллион Al (раствор.), 750 частей на миллион Mn, 70 частей на миллион S, 400 частей на миллион C, 75 частей на миллион N, 1000 частей на миллион Cu) разлили на установке непрерывной разливки тонких слэбов (толщина слэба 60 мм); слэбы нагрели до температуры 1230°C и подвергли горячей прокатке; горячекатаную полосу

отожгли при максимальной температуре 1100 °C и подвергли холодной прокатке до толщины 0,25 мм. Холоднокатаную полосу подвергли обезуглероживанию при температуре 850°C, а затем азотированию при различных температурных режимах и составах азотирующей атмосферы (содержание NH₃).

Полученные таким образом полосы затем разделили на две группы и подвергли обработке по выбору в соответствии с одним из двух циклов отжига в садовой печи, как представлено в таблице 2.

В следующих таблицах 3, 4 и 5 обобщены результаты, полученные согласно настоящему изобретению, для вышеописанного продукта, содержащего в исходном состоянии 120 частей на миллион Al в форме нитрида; в частности, в колонке 1 приведены температуры азотирования; в колонке 2 показано количество (частей на миллион) азота, введенного в полосу (Ni); в колонке 3 показано измеренное полное количество алюминия в форме нитрида (AlN), выделившегося после [всех] обработок; в колонке 4 показано количество AlN, выделившегося после азотирующей обработки; в колонке 5 показано количество азота, введенного в центральную часть листа (N_c), измеренное при удалении 25% толщины листа на каждой поверхности; в колонке 6 приведен измеренный в микронах радиус (D) зерен, полученных после первичной рекристаллизации; в колонках 7 и 8 показаны соответственно магнитная проницаемость полос, полученных в соответствии с циклами A и B.

Исходя из приведенных в конце описания таблиц, можно четко заметить, что, работая в соответствии с настоящим изобретением, можно: (a) получить оптимальные размеры первичных зерен для последующего регулирования вторичной рекристаллизации, (b) обеспечить высокое проникновение азота в центральную часть листа, (c) быстро получить при непрерывном отжиге выделение нитрида алюминия в процессе этапа азотирования; этот последний факт подтвержден высокими результатами, полученными, когда азотирование выполняли при высокой температуре и дальнейшем процессе в соответствии с циклом B.

Пример 3

Стальные слэбы (содержащие 3,2 вес.% Si, 320 частей на миллион C, 290 частей на миллион Al_{раств.}, 80 частей на миллион N, 1300 частей на миллион Mn, 80 частей на миллион S) получили непрерывной разливкой, после чего нагрели до 1300°C в соответствии с настоящим изобретением и подвергли горячей и холодной прокатке до различных толщин. Холоднокатаные полосы затем подвергли обезуглероживанию в непрерывном режиме и азотированию по настоящему изобретению при 970 °C, при регулировании степени азотирования атмосферой в печи, чтобы обеспечить абсорбцию азота в стали от 40 до 90 частей на миллион. Затем полосы отожгли в садовой печи при температуре 1200°C со скоростью нагрева 40°C/час.

Магнитные свойства [B800 в мТ и потери сердечника в Вт/кг при 1700 мТ (P17) и 1500 мТ (P15)], полученные в зависимости от

толщины, представлены в таблице 6.

Пример 4

Получили сталь (содержащую 3,15 вес.% Si, 340 частей на миллион С, 270 частей на миллион $A1_{\text{раств.}}$, 80 частей на миллион N, 1300 частей на миллион Mn, 100 частей на миллион S, 1000 частей на миллион Cu) и подвергли обработке вплоть до холодной прокатки в соответствии с настоящим изобретением с получением полосы толщиной 0,29 мм. Параметры процесса выбрали так, чтобы получить степень влияния ингибиторов (как определено в примере 1) от 650 до 750 см^{-1} . Этот прокат подвергли обезуглероживанию при температуре 850°C и азотированию, либо при низкой температуре согласно обычной процедуре (770°C в течение 30 сек), либо согласно настоящему изобретению (1000°C в течение 30 сек); в обоих случаях использовали азотирующую атмосферу, содержащую азот/водород с добавкой NH_3 . Продукты подвергли окончательному отжигу в соответствии с циклом В примера 2. Полученные результаты представлены в таблице 7 вместе с другими аналитическими данными (выраженные в частях на миллион), а именно, полным количеством азота (N_t), полным количеством азота в центре листа (N_{tc}) и количество алюминия ($A1N$) в форме нитрида.

Эти полосы затем были подвергнуты анализу для определения состояния выделений на различной глубине в соответствии с толщиной полосы.

Как показано на фиг. 1, выделения, присутствующие в полосе после обезуглероживания, содержат сульфиды, смешанные также с нитридами и нитридами на основе Al и Si.

На фиг. 2-2а, 3-3а, 4-4а приведено сравнение различных выделений в поверхностных слоях после этапа азотирования, соответственно, на 1/4 и 1/2 толщины, при 1000°C (фиг.2b, 3b и 4b) и при 770°C (фиг.2а, 3а и 4а).

Как показано на фигурах, в случае процесса высокотемпературного азотирования в соответствии с настоящим изобретением, образование нитрида алюминия или смеси нитридов алюминия, и/или кремния, и/или марганца наблюдали по всей толщине полос; эти продукты образуются в виде новых выделений или как покрытие на уже существующих выделениях сульфидов, тогда как нитриды кремния практически отсутствуют. По сравнению с полосой фиг.1, количество частиц и относительное распределение размеров, конечно, отличаются.

С другой стороны, если процесс азотирования выполняют при низкой температуре (фиг.2а, 3а и 4а), введенный азот идет главным образом на выделения, удаленные от центра полосы, в форме нитридов кремния и кремния с марганцем; эти выделения, хорошо известны как довольно нестабильные по отношению к нагреву, тем не менее следует подвергать продолжительной термической обработке в температурном диапазоне от 700 до 900°C для растворения и высвобождения азота, необходимого для диффузии и взаимодействия с алюминием.

На фиг.5 и 6, уже описанных в предшествующих параграфах, приведены

данные анализа и дифракционных исследований, подтверждающие выводы, представленные выше в отношении фиг.2-4; в частности, картины дифракции электронов для продукта, обработанного при низкой температуре, подтверждают, что выделения имеют кристаллическую структуру типа SiN_3 , при $h_{\text{ср}} a=0,5542 \text{ нм}$, $c=0,496 \text{ нм}$, тогда как в случае продукта, подвергнутого обработке при 1000°C в соответствии с настоящим изобретением, данные дифракции показывают структуру выделений типа AlN , при $h_{\text{ср}} a=0,311 \text{ нм}$, $c=0,499 \text{ нм}$. Кроме того, картины испытаний в световом диапазоне на фиг.5b и 6b четко показывают, что в соответствии с известной технологией и в соответствии с настоящим изобретением получены разные структуры и размеры выделений.

Формула изобретения:

1. Способ изготовления полосы из электротехнической стали, включающий непрерывную разливку кремнистой стали, горячую прокатку, холодную прокатку с получением полосы, отжиг полосы для первичной рекристаллизации, азотирующий отжиг в непрерывном режиме, нанесение разделяющего покрытия против слипания и отжиг для вторичной рекристаллизации, отличающийся тем, что горячекатаный лист имеет степень влияния ингибиторов (I_z) для регулирования роста зерен, рассчитанную в соответствии с эмпирической формулой

$$I_z = 1,91 F_v / r,$$

где F_v - представляет собой объемную фракцию выделений, в частности нитридов и сульфидов;

r - является их средним радиусом, составляющим 400 - 1300 см^{-1} ,

отжиг полосы для первичной рекристаллизации проводят при температуре 800 - 950°C, во влажной азотно-водородной атмосфере, а азотирующий отжиг ведут при температуре 850 - 1050°C, в течение периода времени 5 - 120 с во влажной азотирующей атмосфере.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что степень влияния ингибиторов I_z для регулирования роста зерна получают путем выполнения стабилизирующей термической обработки непрерывнолитого сляба при температуре 1100 - 1320°C.

3. Способ по п. 2, отличающийся тем, что термическую обработку сляба выполняют при температуре 1270 - 1310°C.

4. Способ по любому из пп. 1-3, отличающийся тем, что отжиг для обезуглероживания полосы выполняют в процессе отжига полосы для первичной рекристаллизации.

5. Способ по любому из пп. 1-4, отличающийся тем, что азотирующая атмосфера содержит NH_3 в количестве 1 - 35 стандартных литров на кг азотируемой полосы.

6. Способ по любому из пп. 1-5, отличающийся тем, что азотирующая атмосфера содержит NH_3 в количестве 1 - 9 стандартных литров на кг азотируемой полосы.

7. Способ по любому из пп. 1-6, отличающийся тем, что азотирующая атмосфера содержит пар в количестве 0,5 -

100 г/м³.

8. Способ по любому из пп. 1-7, отличающийся тем, что отжиг для обезуглероживания полосы проводят при температуре 830 - 880°C, а азотирующий отжиг полосы выполняют при температуре, равной или выше 950°C.

9. Способ по любому из пп. 1-8, отличающийся тем, что содержание

алюминия в стали составляет 150 - 450 частей на миллион.

10. Способ по любому из пп. 1-9, отличающийся тем, что в процессе отжига полосы для вторичной рекристаллизации время нагрева от 700 до 1200°C составляет 2 - 10 ч.

11. Способ по п. 10, отличающийся тем, что время нагрева полосы от 700 до 1200 °C составляет менее 4 ч.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

Таблица 1

Образец	Iz (см ⁻¹)	Deq после обезуглерожи- вания, 850°C, 180 сек.	E	Deq после азотирования, 970°C, 30 сек.	E	B800 (мТ)
a	188	27,1	0,50	37,0	0,62	1540
b	250	25,6	0,48	34,2	0,59	1620
c	440	23,5	0,53	27,4	0,58	1870
d	660	22,2	0,52	26,0	0,54	1940
e	830	18,3	0,53	24,0	0,53	1910
f	620	24,0	0,49	28,4	0,53	1940
g	1015	15,3	0,51	20,2	0,52	1890
h	1420	12,0	0,48	30,1	0,75	1550
i	2700	8,2	0,44	11,2	0,61	1830
j	2010	9,5	0,45	13,2	0,65	1580

Таблица 2

Цикл	Время нагрева до 750°C H ₂ /N ₂ (3:1) с 20 г/л H ₂ O	Время нагрева от 750°C до 1200°C H ₂ /N ₂ (3:1)	Время выдержки при 1200°C (100% H ₂)	Время охлаждения от 1200°C до 800°C
А	10 часов	35 часов	20 часов	4 часа
В	10 часов	2,5 часа	20 часов	4 часа

Таблица 3

(низкая степень азотирования)

Температура азотирования °C	N _i	AlN	AlN _n	N _c	D	B800 (мТ) А	B800 (мТ) В
650	22	120	0	0	18	1610	1520
750	44	130	10	0	21	1905	1580
850	92	180	60	10	20	1920	1930
950	75	230	100	30	24	1940	1920
1000	54	240	120	30	20	1925	1930

(промежуточная степень азотирования)

Таблица 4

Температура азотирования °C	N _i	AlN	AlN _n	N _c	D	B800 (MT) A	B800 (MT) B
650	65	120	0	0	19	1870	1580
750	152	140	20	10	20	1910	1720
850	237	210	90	30	18	1905	1920
950	155	290	170	50	24	1920	1930
1000	119	300	180	55	28	1935	1930

(высокая степень азотирования)

Таблица 5

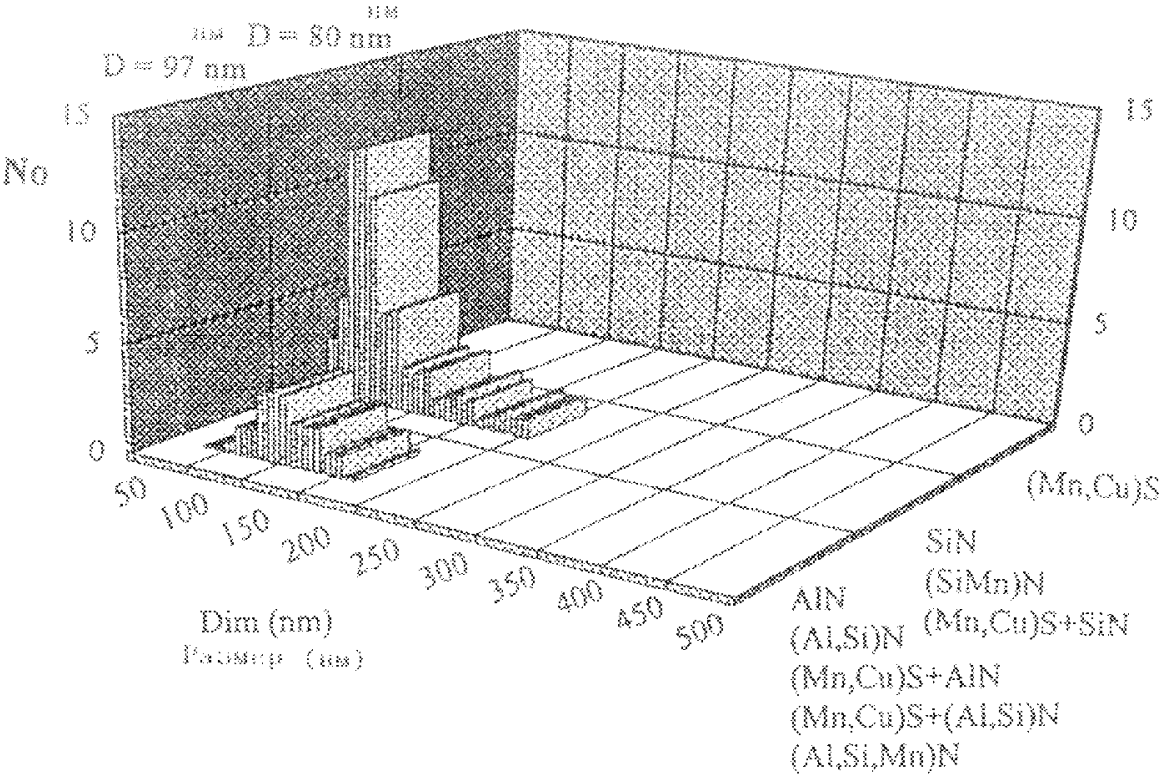
Температура азотирования °C	N _i	AlN	AlN _n	N _c	D	B800 (MT) A	B800 (MT) B
650	115	120	0	0	18	1880	1660
750	284	150	30	20	19	1870	1805
850	395	230	110	40	18	1890	1930
950	255	310	190	60	22	1920	1935
1000	195	310	190	70	25	1925	1930

Таблица 6

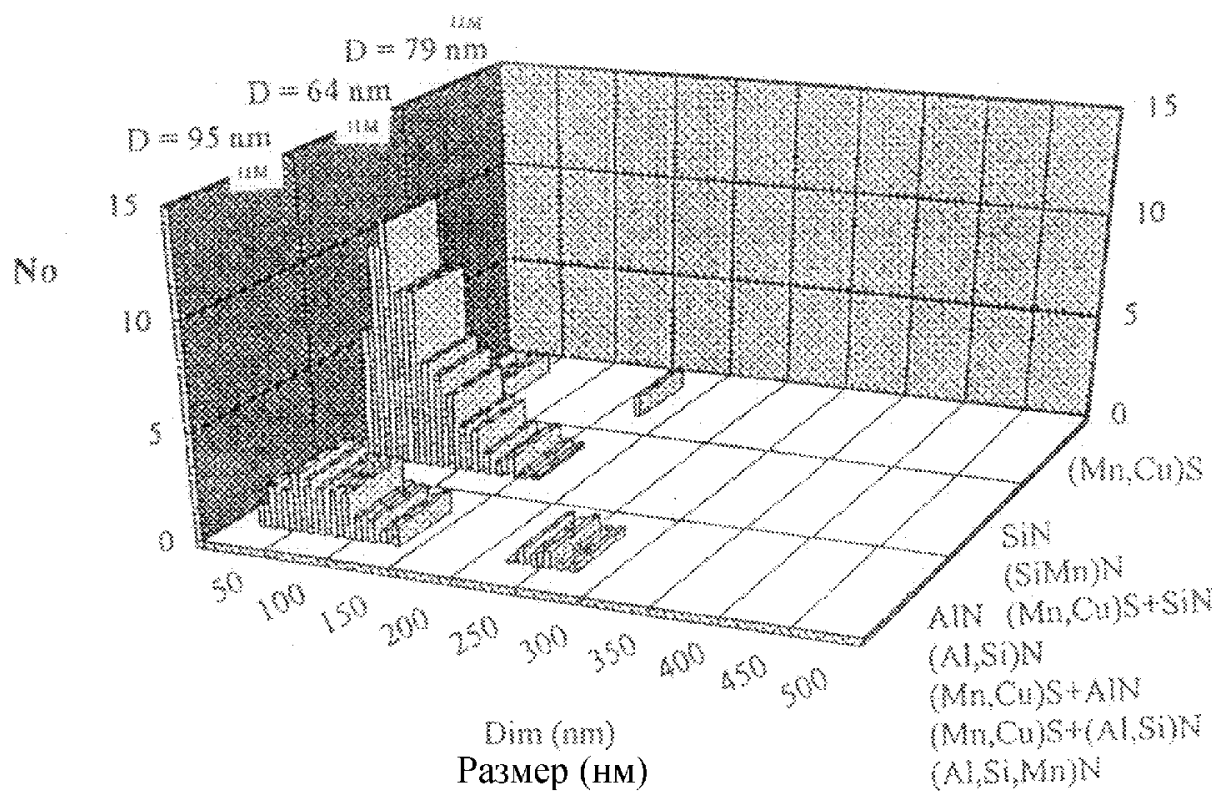
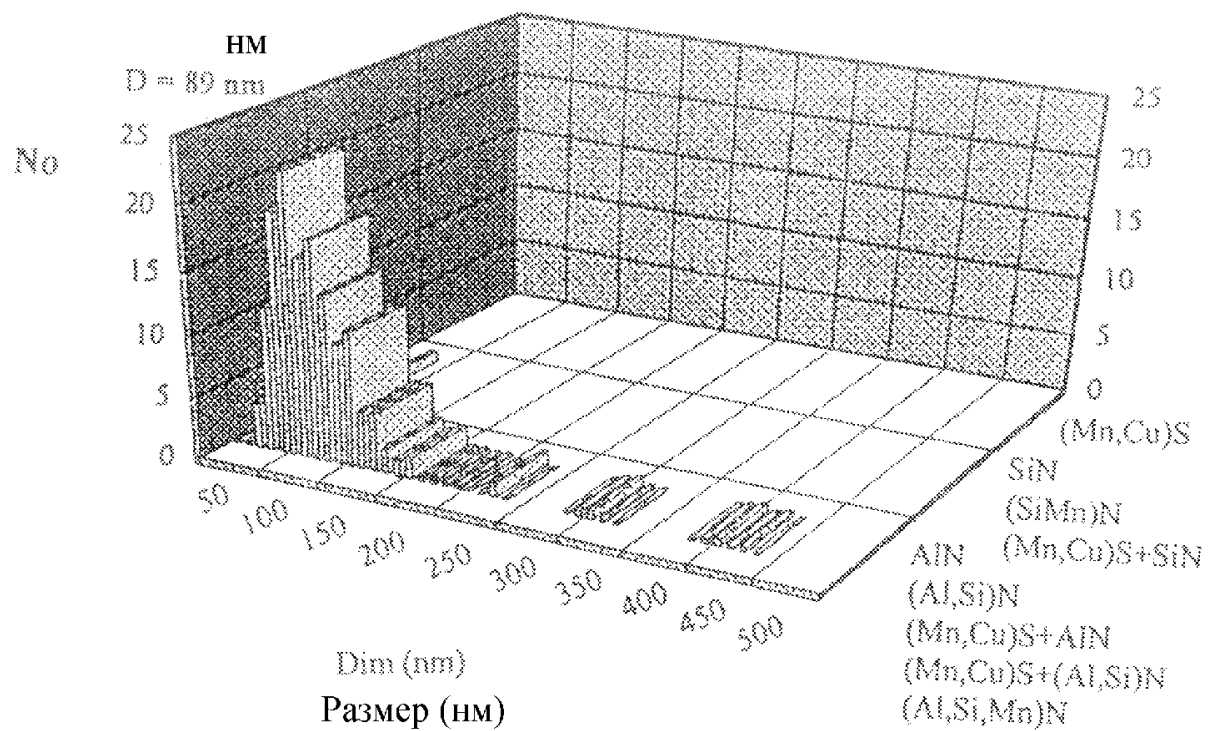
Толщина (мм)	B800	(P17)	(P15)
0,35	1860	1,35	0,96
0,30	1872	1,21	0,82
0,27	1870	1,13	0,77
0,23	1876	0,97	0,56

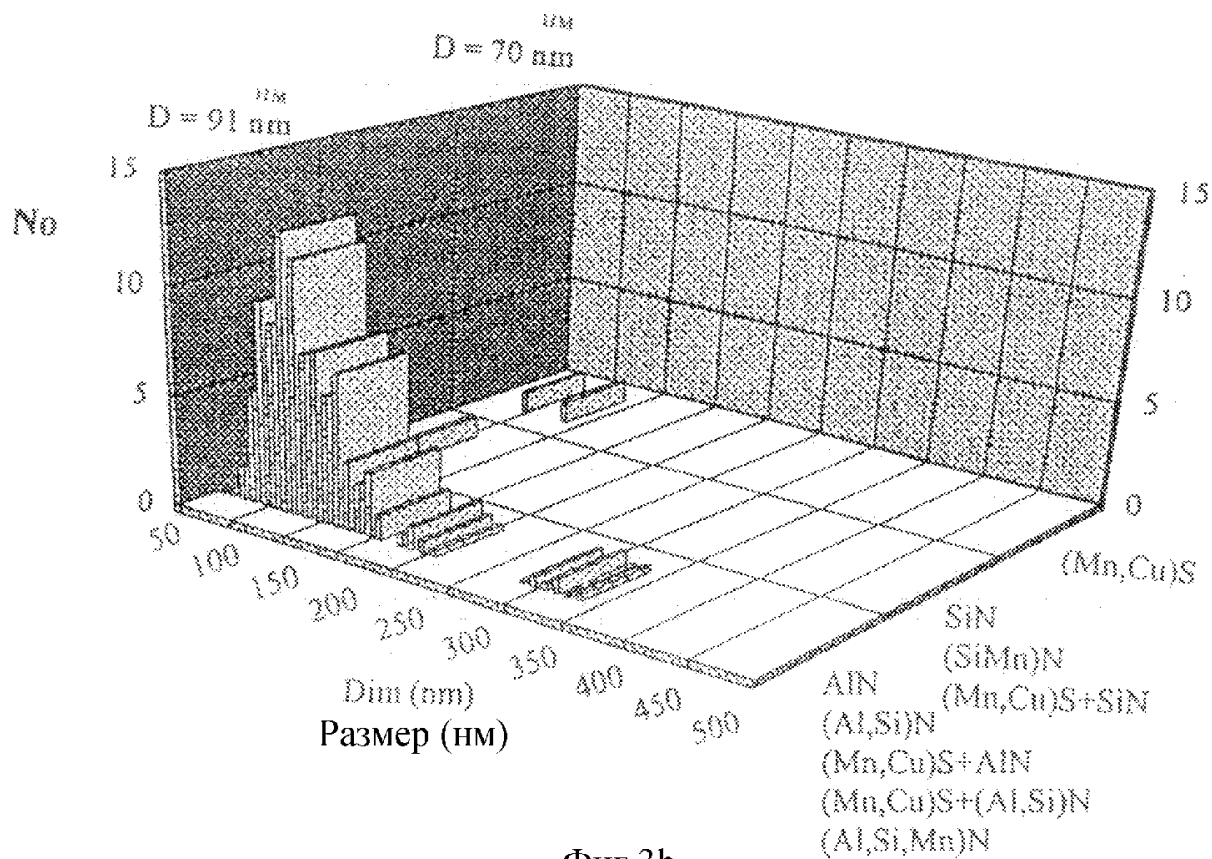
Таблица 7

Температура азотирования °C	N_t	N_{tc}	AlN	B800 (мТ)	PI7 (Вт/кг)	PI5 (Вт/кг)
700	282	125	180	1805	1,42	0,90
1000	264	188	280	1910	1,01	0,73

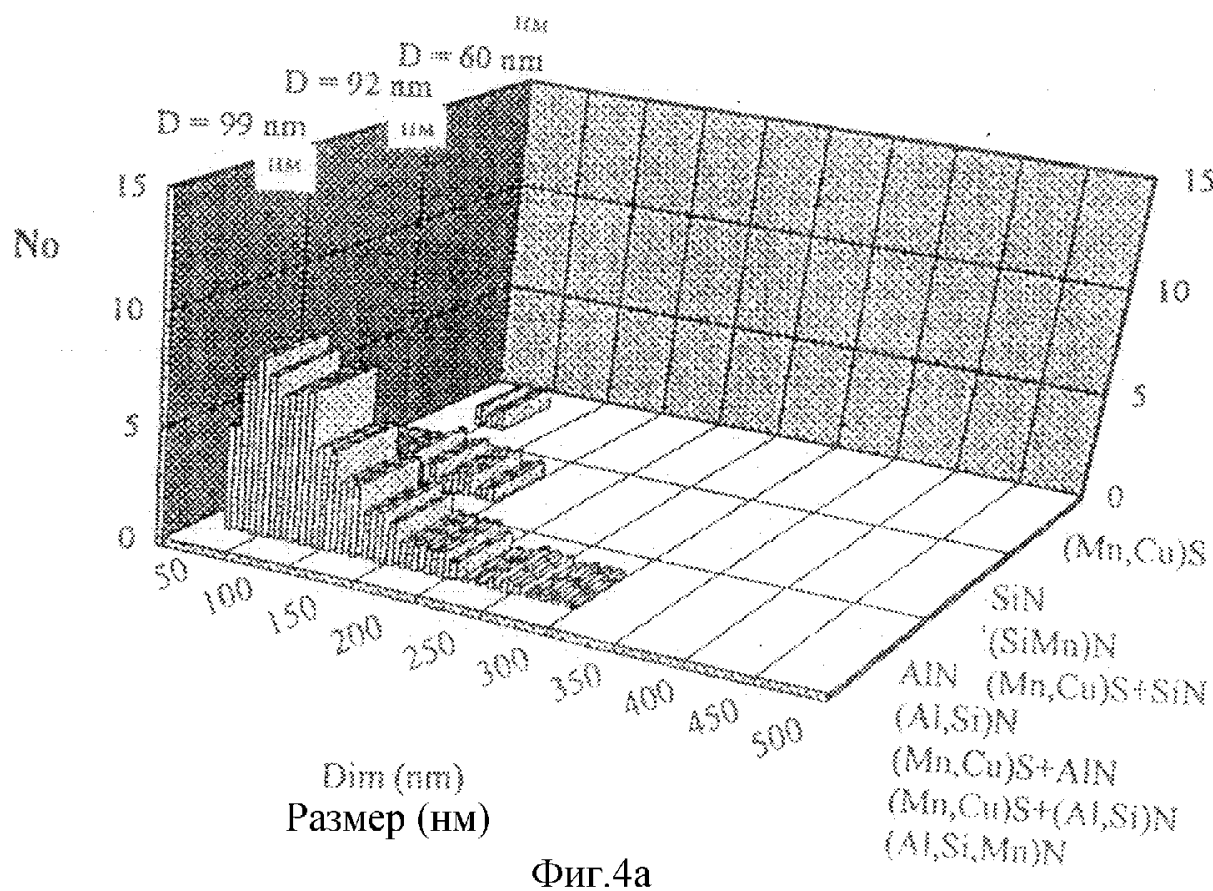


Фиг.2а

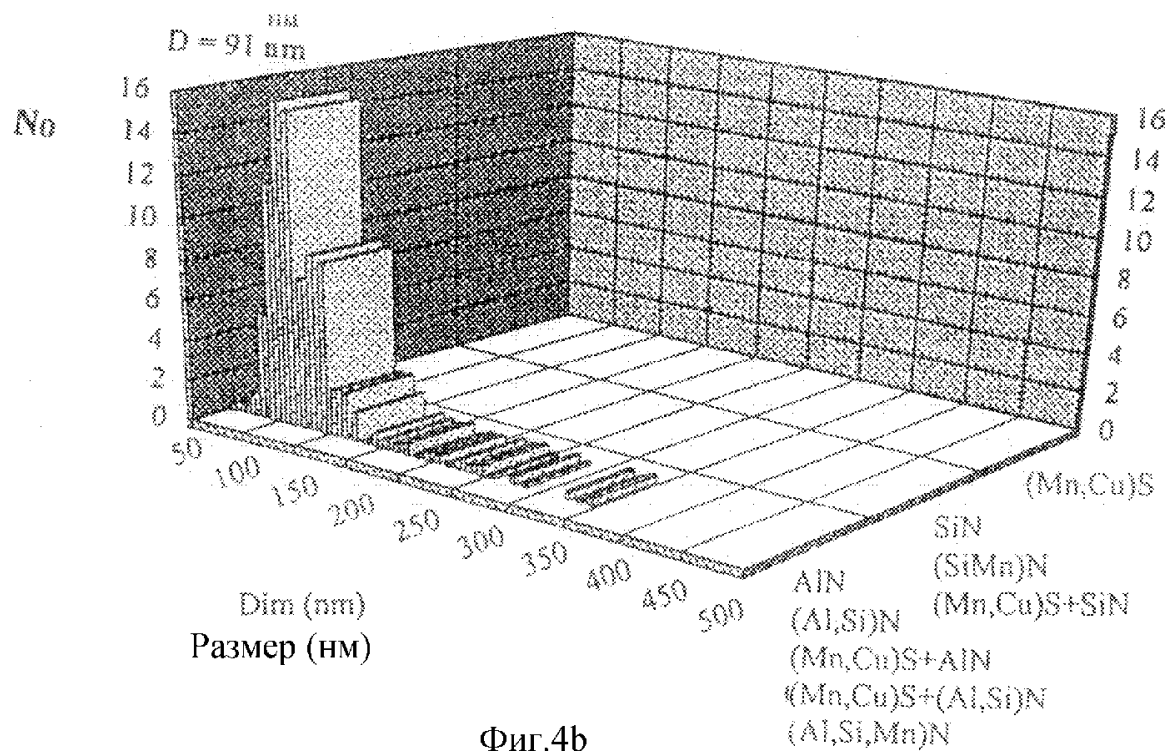




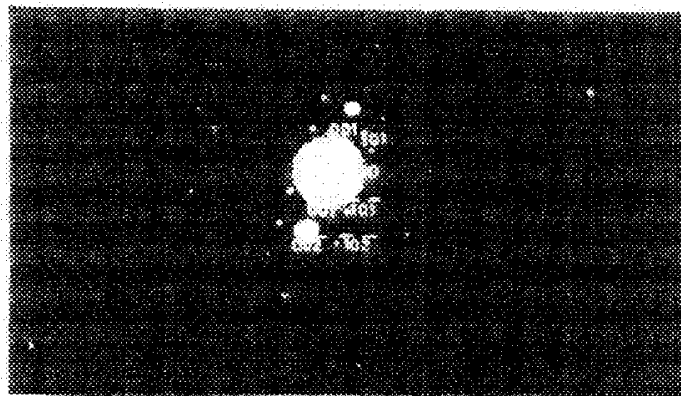
Фиг.3b



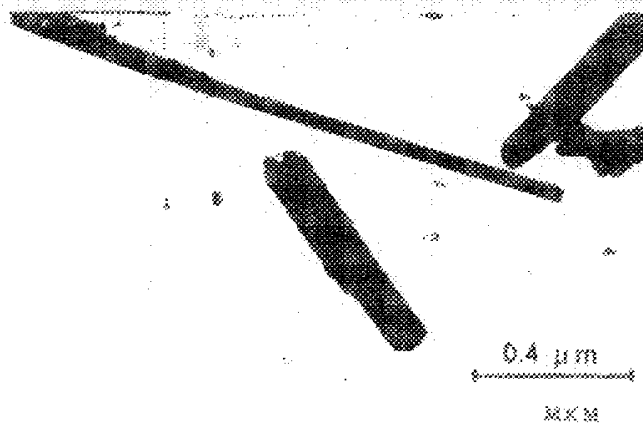
Фиг.4a



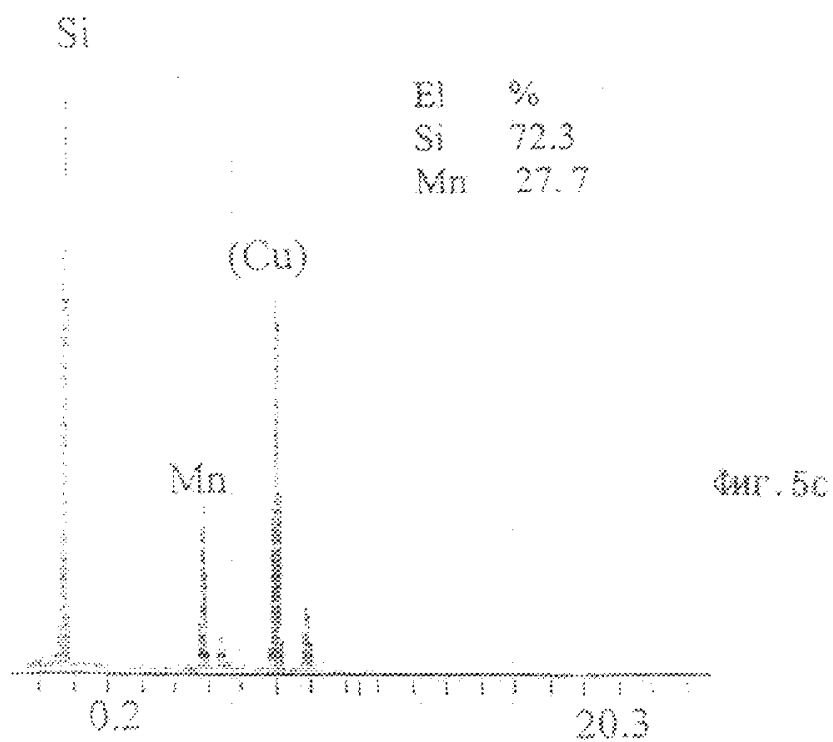
Фиг.4б

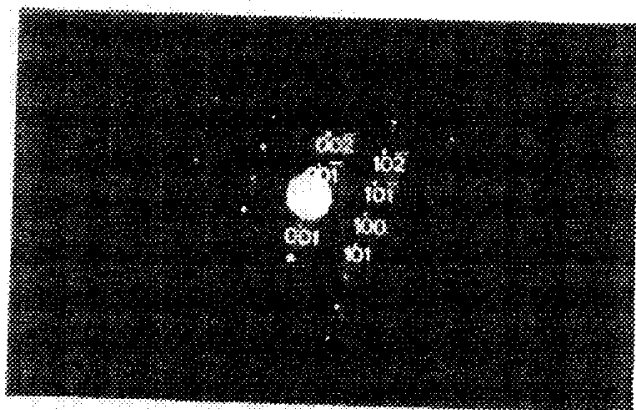


Фиг. 5а

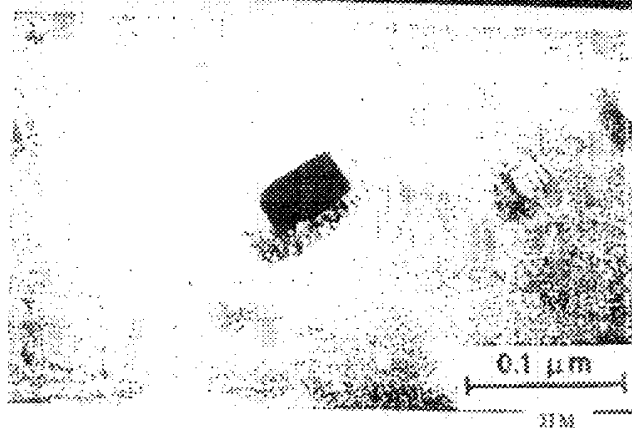


Фиг. 5б

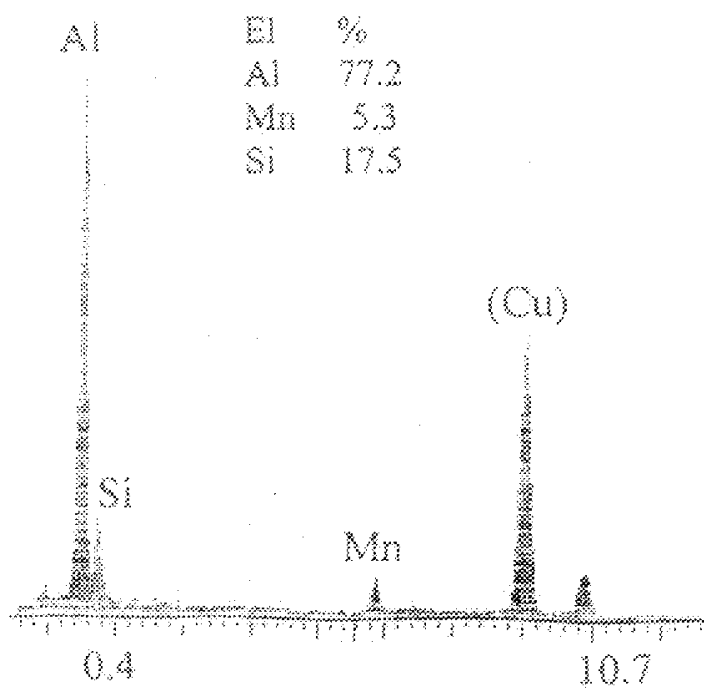




Фиг. 6а



Фиг. 6б



Фиг. 6с