

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

57743

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 13.VII.1966 (P 115 590)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.VII.1969

Kl. 40 b, 39/40

MKP C 22 c 39/40

UKD 669.15'24 —
— 194

Twórca wynalazku: mgr inż. Jan Groyecki

Właściciel patentu: Instytut Metalurgii Żelaza im. Stanisława Staszica,
Gliwice (Polska)

Sposób wytwarzania magnetycznie miękkiego stopu o prostokątnym obiegu histerezy

1 Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania stopu żelaza z niklem o zawartości około 50% Ni z dodatkiem około 2% molibdenu lub bez tego dodatku, charakteryzującego się zbliżonym do prostokątnego obiegiem histerezy, w którym ten kształt obiegu histerezy jest wynikiem obecności w stopie tekstury sześcienniej tak zwanej kostkowej.

Z licznych badań przeprowadzonych na przestrzeni ostatnich kilkudziesięciu lat wynika, że niektóre metale i stopy o płaskocentrycznej sześcienniej sieci krystalograficznej, a między nimi również stopy żelaza z niklem w szerokim zakresie zawartości obu składników, wykazują tendencję do tworzenia, po silnym zgniocie, tekstury rekrytalizacji, w której krystality są ułożone płaszczyzną (100) równolegle do płaszczyzny walcowania oraz kierunkiem [001] zgodnie z kierunkiem walcowania, czyli tak zwanej tekstury sześcienniej lub kostkowej. W stopach żelaza z niklem o zawartości od około 40 do około 60% Ni kierunek [001] jest kierunkiem łatwego magnesowania kryształu, a tekstura sześcienna jest magnetycznie bardzo korzystna i prowadzi do powstania prostokątnego obiegu histerezy. Stop o zawartości około 50% Ni jest najkorzystniejszy, gdyż posiada największą spośród stopów FeNi indukcję nasycenia oraz największą elektryczną oporność właściwą, którą można jeszcze zwiększyć dodatkiem molibdenu.

Po silnym zgniocie, przekraczającym 90%, stop FeNi 50 uzyskuje ostrą teksturę walcowania, w

2 której jako główne występują orientacje (110) [112] i (112) [111]. Rekrytalizacja zgniętego materiału rozpoczyna się już przy temperaturze około 500°C i prowadzi do powstania tekstury (100) [001], obok której występują początkowo również inne orientacje w niewielkim natężeniu. Te uboczne orientacje, w miarę wzrostu temperatury wyżarzania, stopniowo zanikają a doskonałość tekstury kostkowej wzrasta, przy czym poprawiają się jednocześnie własności magnetyczne i zwiększa się prostokątność obiegu histerezy. Przy dalszym jednak wzroście temperatury, zazwyczaj przy około 1100°C, występuje tak zwana wtórna rekrytalizacja, która jest zjawiskiem wysoce niepożądanym, w jej wyniku bowiem zanika tekstura kostkowa, a powstające duże ziarna mają niekorzystną orientację krystalograficzną, co pogarsza w zasadniczy sposób najważniejszą cechę stopu, to jest prostokątność jego obiegu histerezy.

3 Zauważono, że istnieje zależność pomiędzy wielkością ziarna przed walcowaniem na zimno, wielkością zgniotu na zimno oraz doskonałością tekstury rekrytalizacji, od której zależy z kolei prostokątność obiegu histerezy. Doskonałość tekstury i prostokątność obiegu histerezy są tym większe im mniejsze ziarno posiada stop przed walcowaniem na zimno oraz im silniejszemu zgniotowi podda się materiał w czasie walcowania na zimno. Im większe zaś ziarno wyjściowe, tym większy należy stosować zgniot aby uzyskać po rekrytaliza-

cji ostrą teksturę kostkową. Stwierdzono jednak, że istnieje pewna graniczna wielkość ziarna, powyżej której pomimo stosowania maksymalnego osiąganego zgniotu nie uzyskuje się ostrej tekstury kostkowej.

Wiadomo ogólnie, że zanieczyszczenia głównie C, S, O, N, wpływają niekorzystnie na własności magnetyczne stopów magnetycznie miękkich. Istnieją również poglądy, że domieszki te utrudniają uzyskanie ostrej tekstury. Wynika stąd dążność do osiągnięcia maksymalnej czystości chemicznej także przy wytwarzaniu teksturowego stopu żelaza zawierającego wagowo około 50% Fe i 50% Ni. W tym celu stosuje się różne środki, począwszy od dobierania materiałów wsadowych dużej czystości, poprzez wytapianie w próżni, obróbkę cieplną rafinującą w atmosferze wodoru i tym podobne.

Wytapiany w próżni lub uzyskany przez spiekanie bardzo czystych proszków metali stop o zawartości wagowej po około 50% żelaza i 50% niklu, często z dodatkiem około 2% molibdenu przeobraża się plastycznie na gorąco, wyżarza zazwyczaj w atmosferze redukującej a następnie walcuje na zimno ze zgniotem wynoszącym 96–98%. Końcowa grubość taśmy może być różna, zwykle jednak stosuje się grubość 0,05 mm lub mniejszą.

Stop dużej czystości pozwala uzyskać dobre własności magnetyczne, wykazuje jednak dużą skłonność do rozrostu ziarn oraz do rekryształizacji wtórnej, co w praktyce nastręcza poważne trudności. Wszelkie zabiegi cieplne przed walcowaniem na zimno muszą być szczególnie starannie kontrolowane, gdyż nawet niewielkie przekroczenie dopuszczalnej temperatury nagrzewania prowadzi do powstania dużego ziarna utrudniającego, lub wręcz uniemożliwiającego uzyskanie w gotowym wyrobie ostrej tekstury kostkowej. W stopie takim występuje także bardzo łatwo rekryształizacja wtórna, niejednokrotnie już przy niskiej temperaturze wyżarzania końcowego, przy czym temperatura ta zmienia się od wytopu do wytopu.

Dlatego też każdy wytop trzeba traktować indywidualnie i dobierać dla niego, drogą prób, optymalną temperaturę końcowej obróbki cieplnej, co jest w praktyce bardzo kłopotliwe. Łatwo również występuje tak zwana wymuszona rekryształizacja wtórna, która może być spowodowana nierównomiernym zgniotem w pewnych miejscach materiału, co zdarza się na przykład przy pofalowaniu brzegów taśmy w czasie walcowania, przy niewielkim nawet zagięciu brzegów taśmy w czasie obcinania brzegów itp. a czego trudno uniknąć przy stosowanej z reguły małej grubości taśmy.

Sposób według wynalazku polega na wprowadzeniu do stopu jednej lub kilku domieszek, które tworząc drobnodispersyjne wydzielenia obcej fazy o dużej trwałości hamują rozrost ziarn aż do wysokich temperatur i dzięki temu pozwalają uniknąć wyżej opisanych niedogodności. Domieszki wprowadza się w ilości tak małej, że nie powodują one jeszcze wyraźnego obniżenia przenikalności i wzrostu koercji, wystarczającej jednak aby otrzymać drobnoziarnistą strukturę przed walcowaniem na zimno, niezależnie od warunków prze-

róbki plastycznej na gorąco oraz, aby przez stabilizację tekstury kostkowej uniknąć występowania rekryształizacji wtórnej nawet przy bardzo wysokiej temperaturze obróbki cieplnej końcowej. Znacznie trudniej występuje również w obecności tych domieszek wymuszona rekryształizacja wtórna, co daje dużą swobodę przy przeróbce materiału.

Jako domieszki stosuje się czyste drobnodispersyjne tlenki jak na przykład MgO lub Al_2O_3 lub też dodatki metaliczne jak na przykład Al, Ti, które reagując z gazami zawartymi w stopie lub wprowadzonymi do stopu drogą dyfuzji, tworzą wydzielenia obcej fazy o dużej trwałości.

Wykorzystując jedną z możliwości jakie daje sposób według wynalazku, a mianowicie dodając do otrzymanego przez spiekanie proszków metali stopu zawierającego wagowo około 50% Fe i 50% Ni drobnodispersyjny tlenek magnezu w ilości 0,05% wagowych, uzyskano po walcowaniu na gorąco wielkość ziarna pięciokrotnie mniejszą niż w stopie bez tego dodatku.

Po typowej przeróbce stop z dodatkiem MgO posiadał następujące własności: $\mu_{max} = 47\,700$ Gs/Oe; $H_c = 0,16$ Oe; $Br = 14\,580$ Gs, współczynnik prostokątności obiegu histerezy określony stosunkiem $\frac{Br}{B_{10}} = 0,93$, przy czym prostokątność obiegu histerezy była praktycznie stała w szerokim zakresie temperatur obróbki cieplnej końcowej, zaś rekryształizacja wtórna nie wystąpiła nawet po wyżarzeniu przy temperaturze $1300^\circ C$ w czasie 960 minut. W stopie bez dodatków, po analogicznej przeróbce własności były następujące:

$\mu_{max} = 40\,000$ Gs/Oe, $H_c = 0,17$ Oe; $Br = 13\,300$ Gs;

$$\frac{Br}{B_{10}} = 0,85.$$

Podobnie korzystne wyniki jak przy dodatku MgO uzyskano stosując inne wymienione wyżej domieszki.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania magnetycznie miękkiego stopu żelaza z niklem zawierającego wagowo od 40 do 60% Ni i od 0 do 3% Mo, w którym zbliżony do prostokątnego kształt obiegu histerezy uzyskuje się przez walcowanie na zimno z dużym zgniotem i następną rekryształizacją, **znamienny tym**, że w celu zmniejszenia wrażliwości stopu na warunki przeróbki i poprawienia prostokątności obiegu histerezy do stopu wprowadza się w postaci drobnodispersyjnej jeden lub kilka tlenków, jak na przykład MgO , Al_2O_3 w łącznej ilości nie przekraczającej 0,15% wagowych stopu.
2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, **znamienna tym**, że w celu zmniejszenia wrażliwości stopu na warunki przeróbki i poprawienia prostokątności obiegu histerezy do stopu wprowadza się jedną lub kilka domieszek metalicznych, na

przykład Al, Ti w łącznej ilości nie przekraczającej 0,25% wagowych stopu, które reagując z tlenem i azotem zawartym w stopie tworzą trwałe, drobnodispersyjne wtrącenia obcej fazy, hamujące rozrost ziarn.

3. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że w celu ułatwienia tworzenia się niezbędnej ilości trwałych wtrąceń, stop wyżarza się przez krótki czas w atmosferze lekko utleniającej zawierającej duży udział azotu.