



Patent dodatkowy  
do patentu nr \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 25.06.1971 (P. 149058)

Pierwszeństwo: 25.06.1970 Stany Zjednoczone  
Ameryki

Zgłoszenie ogłoszono: 05.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 30. 11. 1975

Kl. 18c,7/02

MKP C21d 7/02

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego  
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: Edward Bernard Stanley

Uprawniony z patentu: USS Engineers and Consultants, Inc., Pittsburgh  
(Stany Zjednoczone Ameryki)

### Sposób wytwarzania zorientowanej dwukierunkowo cienkiej elektrycznej blachy ze stali krzemowej

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania zorientowanej dwukierunkowo, cienkiej blachy elektrycznej ze stali krzemowej.

Wszystkie elektryczne blachy stalowe o uporządkowanym rozmieszczeniu ziaren, stosowane w sprzęcie elektrycznym wykazują teksturę Gossa (110) (001), określaną często jako „orientacja regularna na krawędzi”, lub orientacja jednokierunkowa. Dzięki takiej orientacji właściwości magnetyczne tych blach stalowych w kierunku równoległym do krawędzi sześciianu, to znaczy kierunku walcowania, są znacznie większe niż w kierunku poprzecznym. Te właściwości anizotropowe czynią takie blachy idealnym materiałem na rdzenie do stacjonarnych urządzeń elektrycznych, na przykład transformatorów rozdzielczych, ponieważ rdzenie może być nawijany równoległe do kierunku walcowania, co umożliwi pełne wykorzystanie kierunkowych właściwości magnetycznych tego materiału.

Znane jest, że w elektrycznych blachach stalowych wytwarzać można inne rodzaje rozmieszczenia ziaren, na przykład teksturę regularną (100) (001) czasem określaną jako „orientacja regularna na płaszczyźnie”, lub orientacja dwukierunkowa. W tego rodzaju blachach stalowych wysokie właściwości magnetyczne występują zarówno w kierunku walcowania, jak i kierunku poprzecznym. Blachy stalowe o tego rodzaju orientacji nadawałyby się zwłaszcza do stosowania na transfor-

2

matory trójfazowe oraz wielkie generatory napędzane turbinami, w których potężne strumienie magnetyczne muszą być kontrolowane w więcej niż jednym kierunku.

5 Znanych jest wiele sposobów wytwarzania takich orientowanych dwukierunkowo blach. Jednakowoż przeważająca część, jeśli nie wszystkie dotychczasowe sposoby, nie znajdują szeregu zastosowania w produkcji na skalę przemysłową, wskutek konieczności przeprowadzenia licznych kontroli, 10 zwłaszcza w czasie procesu końcowego wyżarzania, w którym to okresie wytwarzana jest struktura regularna.

15 Celem wynalazku jest opracowanie sposobu wytwarzania cienkich elektrycznych blach ze stali krzemowej, o wysokim stopniu regularnej orientacji dwukierunkowej, zwłaszcza z ogólnie dostępnych elektrycznych blach ze stali krzemowej, 20 wykazujących konwencjonalną jednokierunkową teksturę, o orientacji regularnej na krawędzi. Dalszym celem wynalazku jest opracowanie sposobu wytwarzania elektrycznych blach stalowych o teksturze dwukierunkowej przez poprzeczne walcowanie cienkich elektrycznych blach ze stali krze- 25 mowej o orientacji jednokierunkowej do grubości poniżej 0,25 milimetra i następne wyżarzanie wywalcowanych poprzecznie arkuszy w stosunkowo wysokiej temperaturze, dla wytwarzania tekstury 30 regularnej, w atmosferze w zasadzie takiej samej,

jaka była stosowana przy wytwarzaniu arkusza o orientacji jednokierunkowej.

Cel ten osiągnięto stosując sposób wytwarzania zorientowanej dwukierunkowo cienkiej elektrycznej blachy ze stali krzemowej ze zorientowanej jednokierunkowo elektrycznej blachy ze stali krzemowej o grubości nie niższej od 0,25 milimetra. Istota wynalazku polega na tym, że walcuje się na zimno blachę stalową o orientacji jednokierunkowej, w kierunku prostopadłym do pierwotnego kierunku walcowania, aż do osiągnięcia grubości nie przekraczającej 0,25 milimetra, zachowując redukcję grubości nie niższą niż 15%. Zwalcowaną na zimno blachę stalową następnie wyżarza się w temperaturze zawartej w granicach od 1060 do 1230°C, w atmosferze zawierającej wodór, charakteryzującej się temperaturą punktu rosy nie niższą od -34°C przez okres czasu dostateczny dla wytwarzania orientacji dwukierunkowej.

Sposób według wynalazku obejmuje w zasadzie proces walcowania poprzecznego arkuszy o orientacji jednokierunkowej, to znaczy cienkich blach ze stali krzemowej o orientacji regularnej na krąg, do grubości poniżej 0,25 milimetra i następnie wyżarzania rozwalcowanego poprzecznie arkusza w kontrolowanej atmosferze i stosunkowo wysokiej temperaturze, dla uzyskania wysokiego stopnia zorientowania tekstury dwukierunkowej. Szczególną zaletą sposobu według wynalazku stanowi to, że atmosfera wyżarzania może być taka sama, jak atmosfery, które były stosowane w znanych procesach przemysłowych wyżarzania dla wytwarzania tekstury jednokierunkowej.

Materiałem wyjściowym mogą być dowolne konwencjonalne orientowane jednokierunkowo elektryczne blachy ze stali krzemowej. Stale te zazwyczaj zawierają 2,50—3,50% krzemu a maksymalna zawartość węgla i siarki wynosi odpowiednio około 0,005% i 0,008%. Inne typowe pierwiastki zanieczyszczające występują w konwencjonalnych stężeniach resztkowych. Najczęściej arkusze te wytwarza się drogą walcowania stopu na gorąco do grubości około 0,2 milimetra i po ostygnięciu i oczyszczeniu powierzchni arkusze walcuje się na zimno, zazwyczaj do grubości nie większej, niż 0,36 milimetra przez dwukrotną redukcję na zimno, z pośrednim wygrzewaniem. Po końcowej redukcji na zimno arkusz ponownie wygrzewa się dla odwęglenia i dla spowodowania pierwotnej rekrystalizacji, następnie wygrzewa w atmosferze wodorowej, lub zawierającej wodór, takiej, jak zdysocjowany amoniak. Wyżarzania dokonuje się dla spowodowania procesu wtórnej rekrystalizacji, prowadzącego do wytworzenia tekstury o regularnej orientacji w płaszczyźnie. Jakkolwiek określony wyżej ogólny sposób może być stosowany do wytwarzania materiału wyjściowego o jednokierunkowej orientacji to należy rozumieć przy tym, że wytworzona dowolnym sposobem każda elektryczna blacha ze stali krzemowej o orientacji jednokierunkowej nadaje się do stosowania w procesie prowadzonym sposobem według wynalazku, pod warunkiem, że zawartość węgla i siarki obniżona jest do wartości nie przekraczających odpowiednio około 0,005% i 0,008% w czasie reali-

zacji procesu. Wyjściowy materiał o orientacji jednokierunkowej winien ponadto zawierać stosunkowo mało pasmowych wtrąceń żuźlowych, które przeszkadzają przemieszczaniu się granic ziaren, co z kolei utrudnia ustalenie się daleko idącej orientacji w końcowym materiale o teksturze regularnej, jak i w materiale wyjściowym.

Jeżeli wyjściowa blacha o orientacji jednokierunkowej jest w znacznym stopniu utleniona lub posiada powłokę z krzemianu magnezu, co jest nagminnym przypadkiem w czasie produkcji takich arkuszy, to przed walcowaniem poprzecznym należy powłokę usunąć. Do tego celu najbardziej przydatnym zabiegiem jest wytrawianie w mocnym kwasie, który rozpuszcza krzemian. Stwierdzono na przykład, że zupełnie zadowalające rezultaty osiąga się przez wytrawianie arkusza przez 10 minut w mieszaninie kwasu solnego i azotowego o temperaturze pokojowej. Wytrawianie takie nie powoduje redukcji grubości blachy o więcej niż 0,012 milimetra.

Po odpowiednim oczyszczeniu blachy stalowej i pocięciu, poszczególne arkusze walcuje się na zimno w kierunku prostopadłym do pierwotnego kierunku walcowania. Jest rzeczą istotną, aby grubość arkuszy została zredukowana do 0,25 milimetra lub niższej i aby redukcja grubości przekraczała 15%. Jakkolwiek redukcje grubości niższe od 15%, uzupełnione odpowiednim procesem wyżarzania, prowadzą do ustalenia pewnego stopnia orientacji regularnej, to stopień ten jest znacznie niższy od wartości optymalnej, to znaczy o rząd wielkości mniejszy od około 50% wartości teoretycznej. Z drugiej strony, walcowanie poprzeczne w celu redukcji grubości o ponad 15% optymalizuje w znacznym stopniu teksturę regularną, do około 95% wartości teoretycznej. Dla arkuszy wyjściowych o grubości około 0,35 milimetra, redukcja grubości do 0,25 milimetra przekracza piętnastoprocentową minimalną granicę redukcji, natomiast grubsze arkusze wyjściowe, na przykład o grubości 0,5 i 0,6 milimetra wskutek walcowania do grubości 0,25 milimetra ulegają redukcji o 50% lub więcej, co przekracza wymaganą minimalną wartość redukcji o 15%.

Po odpowiednim wywalcowaniu poprzecznym arkuszy w wyżej określony sposób wyżarza się je w kontrolowanej atmosferze w temperaturze około 1060°C przez okres czasu dostateczny dla spowodowania kompletnej rekrystalizacji, zarówno pierwotnej jak i wtórnej, to znaczy przez co najmniej 5 godzin. Ponieważ materiał ma formę arkuszy, to bez wątplenia najłatwiej jest dokonywać wyżarzania czystego po ustawieniu w stos. Przy sterowaniu poszczególnych arkuszy należy napływać je materiałem żaroodpornym, takim jak sproszkowany tlenek glinu, który nie zanieczyszcza metalu. Ma to na celu utrzymanie odstępów między poszczególnymi arkuszami i umożliwia penetrację atmosfery stosowanej przy wyżarzaniu oraz zapobiega stąpieniu się arkuszy.

Atmosfera stosowana przy wyżarzaniu musi zawierać wodór, to znaczy musi być to atmosfera redukująca, o punkcie rosy niższym od około -34°C. Z tego, że w zasadzie taką samą atmo-

Tablica 1

Magnetyczne właściwości walcowanej poprzecznie blachy o orientacji jednokierunkowej\*

Nr próbki	Grubość końcowa milimetry	Zmniejszenie grubości przy walcowaniu na zimno %	Straty w rdzeniu W/KG/15KG/60	Przenikalność przy 15 KG	Indukcja przy 10 H Gaussów	Magnetyczne momenty skręcające				Przeważająca tekstura
						Wartość max.**	Wartość min.**	Stosunek wartości max. do min.	% anizotropii	
I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	XI
Wyżarzanie w temperaturze 1176°C przez 7,5 godziny (próbka nr 14 — przez 50 godzin)										
1	0,342	1,5	+	+	+	184	64	2,88	92	jednokierunkowa
2	0,330	5,1	3,88	375	+	183	62	2,95	91	jednokierunkowa
3	0,330	5,1	3,81	380	+	180	60	3,00	90	jednokierunkowa
4	0,327	5,8	+	+	+	113	61	1,85	+	przejściowa
5	0,317	8,8	3,39	534	+	77	39	1,97	+	przejściowa
6	0,259	25,6	2,17	5 882	+	144	144	1,00	82	regularna
7	0,251	27,7	+	+	+	166	167	0,99	95	regularna
8	0,244	29,9	2,37	4 762	+	144	146	0,99	83	regularna
9	0,241	30,6	1,63	12 931	17 500	135	133	1,01	77	regularna
10	0,221	36,5	2,34	5 556	+	128	124	1,03	73	regularna
11	0,213	38,7	+	+	+	96	92	1,04	55	regularna
12	0,211	39,4	1,93	6 522	16 500	135	133	1,01	77	regularna
13	0,211	39,4	2,05	7 500	+	+	+	+	+	regularna
14	0,183	47,5	1,61	12 195	17 400	+	+	+	+	regularna
15	0,180	48,1	1,68	8 333	+	121	118	1,02	69	regularna
Wyżarzanie w temperaturze 1324°C, 7,5 godziny										
16	0,317	8,8	2,98	600	+	69	58	1,19	+	przejściowa
17	0,251	27,7	1,88	8 333	17 000	+	+	+	+	regularna
18	0,236	32,1	2,12	6 000	16 200	136	136	1,00	77	regularna
19	0,216	38,0	2,02	7 143	16 400	121	122	0,99	70	regularna
20	0,188	45,9	1,85	9 740	16 900	113	113	1,00	65	regularna

\* Wszystkie mierzone właściwości odnoszą się do końcowego kierunku walcowania

\*\* W tysiącach dyn—cm/cm<sup>3</sup>; średnia z co najmniej 2 prób

+ Nie wykonano oznaczeń

sferę stosuje się w przemyśle do ustalania tekstury o jednokierunkowej orientacji, wynika korzyść polegająca na wytwarzaniu tylko jednego rodzaju atmosfery. Jest to szczególnie korzystne, gdyż dotychczas sądzono, że dla wytworzenia tekstury o orientacji jednokierunkowej i regularnej należy stosować odmienną atmosferę w czasie wyżarzania. Twierdzono, że atmosfera wodorowa przy wytwarzaniu tekstury regularnej musi charakteryzować się wartością punktu rosy poniżej -50°C.

Do zalet sposobu według przedłożonego wynalazku oprócz mniej ostrych wymagań wobec atmosfery stosowanej przy wyżarzaniu należy to, że również kontrola innych parametrów wyżarzania nie musi być tak dokładna jak w sposobach znanych. Możliwe jest na przykład stosowanie dowolnej temperatury w zakresie 1060—1230°C oraz dowolnych okresów wyżarzania w zakresie 5—50 godzin. Przestrzeganie odmiennych parametrów wyżarzania w czasie rekrytalizacji wtórnej, powszechnie stosowane w klasycznych technologiach nie jest również konieczne w przypadku prowadzenia procesu sposobem według wynalazku. Dla wytworzenia struktury regularnej wystarcza raczej jeden przedłużony zabieg wyżarzania.

Wynalazek zilustrowany jest następującymi przykładami.

Przykład I. Wytwarza się na skalę przemysłową elektryczną blachę stalową o grubości 0,36 milimetra o orientacji dwukierunkowej i zawierającą 0,004% węgla, 0,092% manganu Mn, 0,009% fosforu, 0,008% siarki, 3,30% krzemu, 0,001% azotu i 0,005 tlenu. Stal pokrywa się tlenkiem magnezu, w znany sposób. Końcowe wartości strat w rdzeniu i przenikalności dla stali w polu o natężeniu 15 000 gaussów wynoszą odpowiednio 1,51 W/kg i 21 437. Główna wartość szczytowa magnetycznego momentu obrotowego wynosi 180.000 dyn × cm/cm<sup>3</sup>, przy czym stosunek wartości szczytowej do wartości minimalnej momentu obrotowego wynosi około 3:1. Próbki zwinętego arkusza odcina się i wytrawia przez 10 minut w mieszaninie kwasu solnego i azotowego, dla usunięcia powłoki z krzemianu magnezu i tlenku magnezu. Grubość próbek po wytrawieniu wynosi średnio około 0,35 milimetra. Próbki następnie rozwałkuje się na zimno w kierunku poprzecznym, przy czym redukcja grubości wynosi od 1,5 do około 48%. Wszystkie próbki następnie napyla się granulowanym tlenkiem glinu i wyżarza w piecu

komorowym w temperaturze zawartej w granicach od 1180 do 1230°C przez 7,5 i 50 godzin. Rezultaty prób zamieszczone w tablicy 1 świadczą, że próbki walcowane poprzecznie na zimno, o grubości zredukowanej przy tym o około 9% lub mniej, wykazują po wyżarzeniu słabe właściwości magnetyczne. Warto podkreślić, że próbki walcowane poprzecznie do około 5%, lub mniejszej redukcji grubości, wykazują analogiczne magnetyczne momenty skręcające, jak próbki o teksturach zorientowanych jednokierunkowo, to znaczy stosunek maksymalnego do minimalnego momentu skręcającego wynosi około 3:1. Wyniki dla kilku takich próbek są przedstawione w poniższej tabeli jako dane dla próbek 1, 2 i 3. Próbki rozwałcowane na zimno o około 6—9% wykazują tekstury przejściowe o wartościach szczytowych momentów magnetycznych rzędu około 1,90. Innymi słowy, w porównaniu z magnetycznymi momentami skręcającymi dla idealnego materiału o orientacji jednokierunkowej i dla materiału o teksturze regularnej próbki te nie wykazują ani wysokiego stopnia orientacji jednokierunkowej, ani wysokiego stopnia orientacji dwukierunkowej. Próbki rozwałcowane na zimno o co najmniej 25%, wykazują dobre właściwości magnetyczne. Dla próbek tych stosunek szczytowych wartości momentów magnetycznych, który dla idealnie regularnej tekstury winien być równy

jedności, zawarty jest w przedziale 0,99—1,04, co wskazuje na wysoki stopień uporządkowania tekstury regularnej. Jak świadczą wyniki zawarte w tablicy, procent anizotropowości próbek, liczony w odniesieniu do materiału o idealnie regularnej teksturze, zawarty jest w granicach 55—95%. Straty w rdzeniu dla tych próbek wynoszą od 1,61—2,37 W/kg, przy natężeniu pola 15 kilogausów. Tablica I zawiera wyniki oznaczeń przeprowadzonych dla każdej próbki.

Ponieważ właściwości magnetyczne i strukturalne nie były początkowo znane dla próbek rozwałcowanych na zimno o około 9 i 25%, rozwałcowano poprzecznie dodatkowe próbki blachy ze stali krzemowej o orientacji jednokierunkowej, a następnie wyżarzone je w wysokiej temperaturze. Próbki miały grubość 0,27 milimetra i zawierały następujące dodatki kadziowe: 0,024% węgla, 0,07% manganu, 0,003% fosforu, 0,017% siarki i 3,05% krzemu. Arkusze wytrawiano w mieszaninie kwasu solnego z kwasem azotowym, przy czym po wytrawieniu grubość arkusza wyniosła 0,26 milimetra. Próbki następnie rozwałcowano poprzecznie na zimno, do grubości mniejszej o około 15%, pokryto granulowanym tlenkiem glinu i wyżarzano przez 7,5 godziny w temperaturze 1180°C w atmosferze wodoru. Uzyskane wartości właściwości magnetycznych oraz stopnia orientacji przedstawiono w tablicy 2.

Tablica 2

Nr próbki	Stopień redukcji grubości przy walcowaniu na zimno %	Straty w rdzeniu W(KG/15KG)60	Przenikalność przy 15 KG	Magnetyczne momenty skręcające		
				wartość max.	wartość min.	stosunek wartości max. do min.
21	12	2,10	2,857	118	120	0,98
22	17	1,93	3,261	129	126	1,02

## Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania zorientowanej dwukierunkowo, cienkiej elektrycznej blachy ze stali krzemowej, z materiału wyjściowego, którym jest zorientowana jednokierunkowo elektryczna blacha ze stali krzemowej o grubości nie niższej od 0,25 milimetra, **znamienny tym**, że walcuje się na zimno blachę stalową o orientacji jednokierunkowej, w kierunku prostopadłym do pierwotnego kierunku walcowania, aż do osiągnięcia grubości nie przekraczającej 0,25 milimetra, zachowując redukcję

45 grubości nie niższą niż 15%, a następnie wyżarza się walcowany na zimno arkusz w temperaturze zawartej w granicach od 1060 do 1230°C w atmosferze zawierającej wodór charakteryzującej się temperaturą punktu rosy, nie niższą od —34°C, przez okres czasu dostateczny dla wytworzenia orientacji dwukierunkowej.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że wyżarzanie prowadzi się co najmniej przez 5 godzin.

55 3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że blachę walcuje się na zimno aż do osiągnięcia redukcji jej grubości o 15—50%.

