

302116

PATENTE DE INVENCION

Your Case 907C



302 116

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la producción de chapa de
hierro silicio"

Solicitante:

ARMCO STEEL CORPORATION, entidad norteamericana,
residente en 703 Curtis Street, Middletown, Ohio,
EE. UU. de A.

En la Patente belga nº 584.172, de fecha
30 de octubre de 1.959 y correspondiente Patente
española nº 284.479, de fecha 7 de febrero de 1.963
se presenta un procedimiento para producir plancha
5. de hierro silicio inaterable al tiempo y de un buen



302116

- rendimiento para el troquelado, que comprende la reducción de la plancha de hierro silicio hasta un calibre final deseado mediante un procedimiento que incluye una operación de decapado, y la sumisión de la chapa
5. a un recocido continuo a una temperatura de 1350 a 1650° F. (732 a 899° C.) en una atmósfera descarburizante de gas húmedo para, a continuación, sin intervención de ningún tratamiento de superficie, someterla a un recocido continuo a una temperatura de 1800 a
10. 2200° F. (982 a 1204° C.) en una atmósfera seca no descarburizante.

- En la Patente belga nº 640.598, de fecha 29 de noviembre de 1.963 y correspondiente Patente española nº 291.144 de fecha 10 de septiembre de 1.963
15. se ha expuesto un procedimiento idéntico por lo demás, en el que el recocido final es un recocido continuo que se efectúa a una temperatura de 1600 a 1799° F. (871 a 981° C.

- El presente invento se refiere a materiales magnéticos que pueden realizarse por medios relativamente económicos con inclusión de sistemas de recocido simples y poco costosos.
- 20.

- Un objeto del presente invento es el de proporcionar un procedimiento en el que pueden utilizarse fases de recocido a base de enrollamiento abierto.
- 25.

- Los resultados obtenidos por el procedimiento de las patentes arriba indicadas son únicos y de alto valor. Se supuso, sin embargo, que podría llevarse a cabo el procedimiento utilizando solamente tratamientos de recocido de naturaleza continua. Tienen es-
- 30.



- tos la ventaja de un acceso libre de la atmósfera del horno a las superficies del material sometido a tratamiento; pero tambien es cierto que ofrece inconvenientes. Los recocidos de tipo continuo son eficaces al máximo cuando se practican sobre materiales del calibre mas lijero, digamos de menos de un calibrado 24, y de preferencia mas finos todavia, Si se aplican las técnicas de recocido continuo a materiales de un calibre 24 o mayor, llevará mas tiempo elevar tales materiales a la temperatura correspondiente. Esto puede dar lugar a hornos mayores y mas caros, al uso de temperaturas de horno superiores o a ambas cosas. Además, el horno continuo gasta mas atmósferas especiales que pueden resultar costosas, y presenta también un problema de mantenimiento mas difícil.
- 5.
- 10.
- 15.

Antes de describir las variantes de las fases de proceso a que esta invención se refiere, haremos constar ciertas consideraciones generales.

- 20.
- Para conseguir un material magnético que posea las calidades producidas en dicha patente, es necesario practicar una fase de descarburización de gas húmedo.

- 25.
- A menos de que se reduzca el carbono a un nivel bajo, el material no presentará las mejores características magnéticas y estará sometido igualmente a envejecimiento. Para desarrollar las mejores calidades magnéticas obtenibles a partir de un material de una composición química dada, es necesaria un recocido a alta temperatura. Si el recocido final
- 30



1964

302110

- es un tratamiento por calor, a aproximadamente 1.900° F. o superior, en una atmósfera seca (no descarburizante) se forma sobre la superficie del material cierta especie de vidriado que interfiere gravemente la buena disposición para el troquelado. Si se introduce humedad en la atmósfera de un recocido final a alta temperatura, no se formará el vidriado; pero se producirá una considerable oxidación de silicio a sílice precisamente bajo la película superficial del producto, debido al hecho de que una atmósfera húmeda oxida por lo que respecta al carbón y al silicio aunque puede ser neutra o reductiva respecto al hierro. Esto interfiere también gravemente la disposición normal para el troquelado.
- 5.
- 10.
- 15.

En el procedimiento objeto de la citada patente, se comprobó que si la chapa se somete primeramente a un tratamiento descarburizante de gas húmedo a una temperatura relativamente inferior, y después a un recorrido seco a temperatura mas elevada, se obtienen los efectos peculiares observados en la mencionada patente. Durante el recocido a alta temperatura no se forma gran cantidad de sílice y no se produce vidriado en absoluto. También aparecen sílice y otros óxidos como arriba indicado, formando una capa a medio espesor aproximadamente de la "piel" superficial.

20.

25.

Por cuanto se sabe, las técnicas ordinarias de recocido en caja no son aplicables en ninguna de las partes de los dos tratamientos térmicos conse-

30.



302116

cutivos expuestos en la referida patente. Si se trata de utilizar chapas apiladas o rollos de metal apretadamente liados, será necesario emplear un separador de recocido.

5. Todo residuo del separador de recocido sobre las superficies del material acabado sería perjudicial para la buena disposición para el troquelado. Por consiguiente, sería necesario una operación de limpieza. Resulta igualmente evidente que la presencia de un separador de recocido entre las planchas apiladas de material o las espiras de un rollo interferiría el acceso de los gases de la atmósfera del horno a las superficies de la chapa.
10. Existen también ciertos separadores de recocido, por ejemplo la magnesia, que tienden a combinarse con el sílice en los tratamientos térmicos a alta temperatura para formar un delgado revestimiento de vidriado. Tal revestimiento que, para algunos productos podría presentar utilidad como medio de obtener una resistividad de interlaminación es, sin embargo, altamente perjudicial para la disposición adecuada para las operaciones de troquelado y no es deseable cuando se trata de productos que han de utilizarse finalmente mediante estampado en matrices o troqueles.
- 15.
- 20.
- 25.

Se han desarrollado diversos procedimientos para recocido de metal en hornos de tipo mufla, en los que el metal se halla en forma de arrollamientos flojos, con espacio suficiente entre las espiras para permitir que los gases del horno tengan acceso a

30.



- todas las superficies del material. Estos rollos flojos se forman en ocasiones arrollando la banda metálica sobre un mandril con interposición de un material filamentosos tal como el nylon. Completando el
5. arrollamiento, el material filamentosos puede extraerse de entre las espiras dejando el rollo en condición floja. Este procedimiento presenta cierto inconveniente, que es el de que, después de retirar el material filamentosos las espiras pueden establecer
10. contacto entre sí en puntos diversos. Un procedimiento preferible es el uso de un elemento filamentosos resistente al calor que puede arrollarse entre las espiras cuando se forma el rollo, pero que puede dejarse en su lugar durante la operación de recocido
15. caracterizándose el material filamentosos en la existencia de protuberancias de tal profundidad y situadas de manera que la atmósfera del horno puede fácilmente penetrar por entre las espiras pese a la continua presencia del material filamentosos.
20. En los hornos equipados para recocido a base de arrollamientos flojos, el rollo estará generalmente sustentado por un extremo sobre una base provista de perforaciones, ranuras o similares, de manera que la atmósfera de recocido puede penetrar en los espacios existentes entre las espiras
25. del rollo por un lado del mismo y salir de entre dichas espiras por el lado opuesto. Algunos hornos diseñados para recocidos mediante rollamientos flojos están provistos de medios para hacer circular la atmósfera del horno y forzarla a entrar y fluir por entre
- 30.



302116

- las espiras del rollo o rollos dentro de la mufla. Algunas estructuras de horno perfeccionadas se han concebido de manera que los rollos descansan sobre una mesa giratoria, y están sometidos a diferentes condiciones dentro de diferentes partes de la propia mufla.
- 5.

- El recocido con arrollamientos flojos ofrece las ventajas de ser más económico en gas y también la de que puede regularse con mayor exactitud en general en cuanto a atmósfera y temperatura. Tiene los inconvenientes de que los tiempos necesarios para el tratamiento de cualquier zona dada del material que se trata de trabajar son mucho más largos y los hornos no están concebidos de ordinario para tratamientos térmicos a una temperatura tan alta como las temperaturas más elevadas que pueden obtenerse en hornos continuos. Al mismo tiempo es evidente que el sobrecalentamiento de las superficies exteriores de las planchas magnéticas puede evitarse fácilmente debido a los tiempos necesarios más prolongados.
- 10.
- 15.
- 20.

- Por cuanto antecede, puede verse que el recocido mediante rollos abiertos no puede ser considerado por los expertos en este ramo como adecuado para la práctica de las fases de recocido expuestas en la patente arriba citada. Podemos resumir algunas de las razones como sigue:
- 25.

- (a) Habrá más oxidación durante la descarbonización debido al mayor tiempo necesario.
- (b) Habrá mayor nitruración si existe ni-
- 30.



trógeno en la atmósfera descarburizante, como en el uso del amonio disociado.

(c) Habrá una mayor tendencia a que la superficie se desconche,

5. (d) El tamaño de grano será mayor debido al aumento de tiempo a temperatura, y

(e) Podría ser difícil si no imposible desarrollar las características magnéticas finales mediante una temperatura del material suficientemente elevada.

10.

Se ha comprobado, sin embargo, que existen medios de obviar estas desventajas.

Diremos en una palabra que estamos ocupándonos aquí de un tratamiento de descarburización por gas húmedos a una temperatura relativamente baja seguido de un tratamiento térmico por gas seco, preferiblemente a una temperatura relativamente superior.

15.

Este último tratamiento térmico será denominado en adelante para mayor brevedad "recocido final", teniendo en cuenta, naturalmente, que después de haber sometido las planchas a laminación, las laminaciones pueden recibir por parte del cliente un recocido de distensión a baja temperatura.

20.

Las técnicas de rollo abierto pueden aplicarse ya sea en la fase de descarburización, en el recocido final o en ambos períodos, Pueden descarburizarse el material en una mufla, en atmósfera descarburizante húmeda, según arriba indicado, enfriándose a continuación en la mufla y sometiéndose después

25.

30.



1964

302116

- a un recocido abierto, en atmósfera ~~seca~~ ~~no~~ ~~des-~~
carburizante. Los inconvenientes son entonces la po-
sibilidad de mayor oxidación y nitruración en la fa-
se de descarburización así como cierto aumento en el
5. tamaño de grano. Pero se ha comprobado que tales
dificultades pueden reducirse a un mínimo si se lle-
va a cabo la descarburización por gas húmedo a una
temperatura inferior en una atmósfera caracterizada
por un bajo punto de condensación. Se prefiere una
10. temperatura máxima de unos 1300°F; pero pueden obte-
nerse resultados a temperaturas de 1200 a 1500°F,
aproximadamente. En lugar de un punto de condensa-
ción de aproximadamente 125 ± 25°F se empleará un
punto de condensación mas bajo de 90 ± 20°F. Aunque
15. estas medidas coinciden en cierto modo con las de
la patente arriba indicada, lo importante aquí son
las temperaturas mas bajas y los puntos de conden-
sación mas bajos, y se hace posible la aplicación de
ambos factores por el mayor tiempo de permanencia
20. del material en estado de calentamiento dentro del
horno.

- El uso de las técnicas de rollo abierto
para el recocido final entraña dificultades algo
similares. Pero así como en la patente citada se al-
25. canzaron los resultados deseados para el rociado
final en un horno continuo que contenía una atmós-
fera no descarburizante a un punto de condensación
inferior a ± 50°F, calentado el material preferente-
mente a una temperatura de 1600 a 2200°F durante
30. un tiempo de aproximadamente un minuto o menos, se



302116

- ha comprobado ahora que puede llegarse a un producto satisfactorio a una temperatura de 1500 a 1600°F con un tiempo de humectación de aproximadamente media hora a tres horas. En general la temperatura puede ser de 1.400 a 1.900°F. El tiempo prolongado del tratamiento térmico hace aquí posible el desarrollo de las características magnéticas finales a temperaturas mas bajas y el crecimiento excesivo del grano se reduce, a tales temperaturas inferiores.
- 5.
10. Como quiera que un recocido final con rollo abierto tendería a producir un producto que exigiría una operación de alisamiento después de desenrollar, puede efectuarse un recocido en plano, adicional, a baja temperatura (de 1300 a 1500°F).
15. Es este un tratamiento de térmico continuo bajo condiciones de tensión suficiente para aplanar o enderecar el material sin someter el mismo a un trabajo apreciable. Los recocidos en plano pueden efectuarse de diferentes maneras.
20. En los procedimientos en los que tanto la descarburización por gas húmedo como el recocido final por gas seco se efectúan sobre un rollo abierto, en un horno de mufla solamente, se obtienen ciertas ventajas. El uso de hornos continuos queda eliminado (excepto cuando es necesario un recocido en plano)
25. con la consiguiente economía en costo de equipo y aportación de capital. También se aprecia economía en el costo de las atmósferas especiales para recocido. Además, pueden llevarse a cabo los procesos sobre material de grueso calibre al igual que sobre-
- 30.



1984

302116

material de calibre ligero sin necesidad de cambio alguno en el equipo.

EJEMPLO I

5. Se funde en forma de lingote un hierro silicio, el cual se enrolla en caliente en un calibre, intermedio, en un laminador continuo en caliente. El material caliente arrollado es después venteado y/o decapado a fin de suprimir las escorias y después se arrolla en frío hasta el calibre deseado que puede ser del 24 o superior. El material frío arrollado se constituye en rollo abierto en una cualquiera de las formas mas arriba mencionadas. Se sitúa el rollo abierto en una mufla de recocido con dispositivos de regulación de atmósfera y de preferencia, dispositivos para la circulación de la atmósfera dentro de la mufla, de manera que todas las partes de las superficies de la banda se hallen en contacto con la atmósfera.
- 10.
- 15.

20. Se calienta la mufla de modo que la temperatura del metal en el rollo abierto suba hasta, por ejemplo unos 1350°F. La atmósfera dentro de la mufla, al menos durante el período de humectación de la fase descarburizante puede ser una atmósfera de hidrógeno o amonio disociado tratado de tal modo por introducción de vapor de agua que posea un punto de condensación de aproximadamente $90 \pm 20^\circ\text{F}$. El tratamiento descarburizante en tal atmósfera puede continuarse en temperatura hasta que se halla reducido al carbono existente en el material hasta el valor total deseado, que será de 0,005% o menos.
- 25.

- 30, A continuación se cambiará la atmósfera



302116

- existente dentro de la mufla de manera que se componga de hidrógeno o amonio disociado con un punto de condensación no superior a los 50°F, aproximadamente. Esto puede hacerse mediante introducción
5. de la atmósfera seca en la mufla en suficiente cantidad para barrer de elle la atmósfera húmeda, y se efectuará de preferencia antes de producirse ningún aumento en la temperatura del producto para el segundo recorrido, digamos un aumento en la temperatura hasta aproximadamente 1600° F.
- 10.

Bajos las condiciones señaladas puede llevarse a cabo una descarburización efectiva a temperaturas comprendidas aproximadamente entre 1200 y 1500° F, con tiempos de humectación de una a ocho horas aproximadamente, variando de preferencia el tiempo inversamente a la temperatura.

- 15.
- La fase de recocido final puede realizarse a temperaturas de entre 1400 y 1900° F, aproximadamente, con tiempos mínimos de humectación de media hora a tres horas aproximadamente. Igualmente los tiempos variarán de preferencia inversamente a las temperaturas. Según sean las características de la mufla y la manera de calentarse la misma podría en ella alcanzarse un determinado límite superior de temperatura.
- 20.
- 25.

Después de la fase de recocido final se enfría el material dentro de la mufla.

- A continuación si la condición del material así lo requiere, puede someterse a un recocido en plano en la forma más arriba descrita.
- 30.

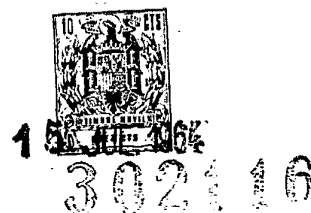


302116

- En relación con el ejemplo apuntado, hemos de señalar que aunque, coincidan las escalas de temperatura dadas para las fases de descarburización y recocido final, es preferible llevar a efecto el recocido final a una temperatura mas alta que la de la fase de descarburización. Los tiempos indicados corresponden a los que por lo general se han manifestado satisfactorios; pero el tiempo que ha de transcurrir, bajo condiciones de temperatura en la fase de descarburización pueden variar, aumentando o decreciendo según sea el contenido inicial de carbono del material y el contenido final de carbono que se desee. En el recocido final en seco quedarán desarrolladas las propiedades magnéticas definitivas de la banda. Si bien pueden desearse o tolerarse diferentes grados de permeabilidad en diferentes materiales magnéticos, según haya de ser su uso, la temperatura y el tiempo de humectación estarán igualmente relacionados entre sí, ya que podrá conseguirse un grado determinado de mejora magnética con una humectación mas prolongada a una temperatura más baja dentro de los límites dados, y viciversa. Para aumentar la permeabilidad del material pueden alargarse los tiempos indicados, suponiéndose que tales tiempos prolongados no han de producir un tamaño de grano mayor que el deseado.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

El producto objeto de este procedimiento coindice con el de la patente arriba citada en el hecho de poseer un aspecto visual plateado claro. El producto azulea tambien muy rápidamente cuando se

30.



caliente en llama libre, lo que indica una superficie de hierro. La "piel" superficial del material no padece bajo una repetida acción de curvamiento.

5. Al mismo tiempo, la línea oscura que se aprecia en las fotomicrografías del producto correspondiente a la referida patente a aproximadamente la sección media de la "piel" superficial no es tan pronunciada o puede no ser apreciada visualmente. Sin embargo, se obtienen ventajas en el
10. material terminado equivalentes a las ventajas inherentes al producto de la patente mencionada. Si el producto de esta invención se descarburiza según se indica en el Ejemplo, se estima que la descarburización más lenta y gradual de como resultado la
15. formación de sílice u otros óxidos refractarios en partículas más finas distribuidas sobre la "piel" superficial, que se distinguirán de una capa firmemente adherente de sílice u otros óxidos refractarios fusionados sobre la superficie del metal. No
20. obstante la simple descarburización del producto en rollo abierto, en una mufla, según se ha expuesto aquí no proporciona un producto de propiedades magnéticas óptimas. Es necesario la fase de recocido final en atmósfera seca, no solo para el mejoramiento
25. de las cualidades magnéticas, sino también para asegurar un excelente rendimiento en cuanto a fines de troquelado.

30. Si el recocido descarburizante y el recocido final se llevaran a cabo en una atmósfera descarburizante, el rendimiento de troquelado sería



302116

ínfimo.

- Esto parece ser debido al excesivo efecto oxidante de una atmósfera húmeda a la temperatura de recocido final. Como consecuencia, la atmósfera de la mufla deberá cambiarse de atmósfera húmeda a atmósfera seca, según se ha definido, lo antes posible después de haberse alcanzado el grado deseado de descarburización. Aún cuando la coincidencia de las temperaturas indicadas arriba para los tratamientos de descarburización y recocido final podrían sugerir que ambos tratamientos pudieran llevarse a cabo a una misma temperatura, esto no conduce por lo general a resultados óptimos. Por otra parte, un cambio gradual dentro de la mufla, de una atmósfera, descarburizante húmeda, según se ha definido, hasta una temperatura de recocido final, en seco según definido igualmente, produce también resultados relativamente pobres. Ello se debe al hecho de que la persistencia en la atmósfera de tal cantidad de humedad que la haga oxidante respecto al silicio, al aluminio o en algunos casos al hierro, tenderá a producir demasiado óxido a la temperatura más alta. Se revela además necesario que el tratamiento térmico final sea llevado a cabo en una atmósfera que actúe en el sentido de reducir una cantidad muy apreciable, si no la totalidad de todo óxido o hierro formado en el tratamiento. Como consecuencia, las atmósferas utilizadas en las dos fases del tratamiento han de mantenerse distintas y el cambio de una atmósfera a la otra ha de realizarse tan rápida y perfectamente como sea posible.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

302716

N O T A



- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en EE. UU. de A. con fecha 14 de agosto de 1.963, bajo el número 301.959, acogiéndose por tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento para la producción de chapa de hierro silicio"; caracterizándose por lo siguiente:
- 5.
 - 10.
 15.
 - 1ª.-"Procedimiento para la producción de chapa de hierro silicio", inalterable al paso del tiempo, con buena disposición para el troquelado, que comprende la reducción de chapa de hierro silicio hasta un calibre final deseado mediante un procedimiento que incluye una operación de decapado, y la sumisión de la chapa a un recocida a una temperatura de 135° a 1650°F en una atmósfera descarburizante de gas húmedo y a continuación, sin intervención de ningún tratamiento de superficie a un recocido a una temperatura de 1600 a 2200°F en una atmósfera seca no descarburizante, caracterizado por el hecho de que uno al menos de dichos recocidos se lleva a efecto en una mufla, con
 - 20.
 - 25.
 30. la chapa de forma de rollo abierto.



1954

302116

2ª.- Procedimiento según reivindicación

5. 1, caracterizado por el hecho de que el recocido descarburizante se lleva a efecto en una mufla en atmósfera que contiene hidrógeno que presenta un punto de condensación de aproximadamente $90^{\circ}\text{F} \pm 20^{\circ}\text{F}$ a una temperatura de 1200 a 1349 $^{\circ}\text{F}$ con un tiempo a temperatura de 1 a 8 horas.

3ª.- Procedimiento según reivindicación

10. 1, caracterizado por el hecho de que el recocido no descarburizante se lleva a efecto en una mufla en atmósfera que contiene hidrógeno y que posee un punto de condensación no superior a aproximadamente 90°F a una temperatura de 1400 a 1599 $^{\circ}\text{F}$ con un tiempo a temperatura de $\frac{1}{2}$ a 3 horas.

15. 4ª.- Procedimiento según reivindicación

20. 1, caracterizado por el hecho de que ambas fases de recocido se llevan a efecto en una sola mufla, realizándose el mencionado recocido descarburizante en una atmósfera que contiene hidrógeno y que presenta un punto de condensación de $90^{\circ}\text{F} \pm 20^{\circ}\text{F}$, con un tiempo a temperaturas de 1 a 8 horas, y realizándose el indicado recocido final no descarburizante en una atmósfera que contiene hidrógeno y que posee un punto de condensación no superior a aproximadamente 50°F a una temperatura de 1400 a 1599 $^{\circ}\text{F}$ con un tiempo a temperatura de $\frac{1}{2}$ a 3 horas.

5ª.- Procedimiento según reivindicación

30. 4, caracterizado por el hecho de que la temperatura de dicho recocido final es superior a la temperatura del mencionado recocido descarburizante y por



302116

el hecho de que la atmósfera de la marla cambia de la atmósfera que presenta el punto de condensación mas elevado a la que posee el punto de condensación mas bajo antes de pasar a la citada temperatura mas alta.

5.

6ª.- Procedimiento según reivindicación 5, caracterizado por el hecho de que el material subsiguiente al citado recocido final se somete a un recocido en plano o de alisamiento a baja temperatura.

10.

7ª.- Procedimiento para la producción de chapa de hierro silicio; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado con los adjuntos dibujos.

15.

Esta Memoria consta de dieciocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid. =
A 5 11 1964
ARMCO STEEL CORPORATION
I GOMEZ ACEBO Y MODEY