

3 02 966



302966

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

por VEINTE años en España, por "UN METODO QUE
PROVEE UN REVESTIMIENTO AISLANTE INORGANICO"

A favor de:

ALLEGHENY LUDLUM STEEL CORPORATION

domiciliado en 2000 Oliver Building, City of
Pittsburgh, Pennsylvania, Estados Unidos.

INVENTORES: CHARLES DEAN BOYER y CLARENCE LAKE
MILLER, ambos de nacionalidad esta-
dounidense.



302966

Este invento se refiere a mejoras en revestimientos para -
acero y se refiere en particular a mejoras en revestimientos aislantes
para clases eléctricas de tira o chapa de acero al silicio.

5 La utilización de revestimientos como se aplica a las cla-
ses eléctricas de tira o chapa de aleación ferro-silicio que se va a con-
vertir posteriormente mediante la manufactura en estructuras laminadas
para su utilización en núcleos magnéticos para transformadores de corrien-
te eléctrica y distribución, etc., para reducir la pérdida de corriente
interlaminar al aislar las laminaciones, es una práctica corriente en -
10 la fabricación de los citados aceros eléctricos. Los citados revestimien-
tos pueden ser ó orgánicos ó inorgánicos, pero el revestimiento particu-
lar que se presente en la presente memoria descriptiva pertenece al gru-
po último. Los revestimientos inorgánicos se caracterizan generalmente,
por un alto grado de aislamiento eléctrico y la capacidad para resistir
15 temperaturas y atmósferas del recocido para atenuar tensiones internas
sin pérdida de la calidad del aislamiento.

Los revestimientos aislantes inorgánicos se pueden aplicar
a superficies metálicas desnudas o a tira o chapa de acero al silicio -
que se ha revestido previamente y se ha tratado térmicamente. Por ejem-
20 plo, el material de tira puede haberse revestido con polvos MgO ó CaO
los cuales actúan como un separador de superficies espirales colindan-
tes durante el recocido en cajas de la tira en forma arrollada o se pue-
den haber efectuado de una manera continua todos los tratamientos térmi-
cos previos, en cuyo caso no se habrían aplicado revestimientos previos.

25 También, los citados revestimientos previos pueden haber si-
do desguarnecidos del acero para evitar desgaste excesivo en los juegos
de punzones y matrices para manufacturar laminaciones del citado mate-
rial; En cualquier caso, los revestimientos para aislamiento como por -
ejemplo los que se están considerando ahora son compatibles con una ú -
30 otra de las dos superficies, la revestida previamente o la no revestida.

302966



Las cualidades consideradas deseables para los citados re-
vestimientos comprenden la capacidad para aislar o retardar las co-
rrientes eléctricas antes y después de los recocidos para atenuar ten-
siones internas, el efecto que tienen los citados revestimientos so-
bre las características magnéticas del acero, las cualidades adhesi-
vas del revestimiento, y la estabilidad del revestimiento a las condi-
ciones ambientales.

Los revestimientos inorgánicos disponibles comercialmente
comprenden los revestimientos al cromo trióxido-sílice (ó silicato) -
como son los que se exponen en la patente de los Estados Unidos nº -
1.946.146 concedida a Kiefer y otros y la nº 2.472.596 concedida a -
Kiefer y los revestimientos fosfáticos como se exponen en las paten-
tes de los Estados Unidos nºs. 2.492.682, concedida a Gifford y la nº
2.753.282 concedida a Perry. El presente invento se dirige a descu-
brir que se puede obtener un revestimiento al cromo trióxido-sílice
grandemente mejorado mediante la utilización de sílice particularmen-
te de grano fino en forma coloidal en vez del producto granular dispo-
nible convencionalmente.

Es, por lo tanto, objeto del presente invento proveer un
revestimiento inorgánico para clases eléctricas de tira o chapa de -
acero al silicio el cual proveerá propiedades aislantes eléctricas -
mejoradas.

Con este fin, el presente invento propone un método de -
proveer un revestimiento aislante inorgánico sobre una tira o una cha-
pa laminada plana de acero al silicio de clase eléctrica, en la cual
la superficie del acero se pone en contacto con una mezcla acuosa que
contiene del 6 al 23% en peso de sílice coloidal y del 3 al 15% en -
peso de CrO_3 de forma que deje un revestimiento delgado de la citada
mezcla sobre la citada superficie, y se seca en caliente el revesti-
miento.

El presente invento también provee una composición para re-



vestir una tira o una chapa laminada plana de acero al silicio de clase eléctrica, la cual es una mezcla acuosa que consiste de una proporción a partir del 6 al 23% en peso de sílice coloidal, 3 al 15% en peso de CrO_3 , y agua.

5 El presente invento se refiere además a una tira o chapa laminada plana de acero al silicio de clase eléctrica la cual tiene un revestimiento inorgánico aislante, hecho al ponerse en contacto la superficie del acero con una mezcla acuosa que contiene a partir del 6 al 23% en peso de sílice coloidal y del 3 al 15% en peso de CrO_3 de forma que
10 deja un revestimiento delgado de la mezcla sobre la citada superficie, secando el revestimiento de la mezcla y secando en caliente el revestimiento a una temperatura a partir de 1200°F , es decir, $648,89^\circ\text{C}$. hasta los 1.700°F , o sea $926,67^\circ\text{C}$.

15 En general, el presente invento se dirige a la substitución de la sílice de grano extraordinariamente fino en forma coloidal por el material granulado utilizado convencionalmente en la aplicación de revestimientos sílice-ácido crómico a la superficie de clases eléctricas de tira o chapa de acero al silicio. El presente invento se dirige particularmente a la aplicación de un revestimiento de sílice-ácido crómico
20 a partir de 0,05 hasta 0,12 milésimas de pulgada de espesor (milésima de pulgada igual a 0,0254 mm) a las clases eléctricas de una tira o chapa de acero al silicio mediante el paso del citado acero a través de una solución acuosa que contiene aproximadamente desde 6 hasta 23%, en peso, de sílice coloidal, y aproximadamente desde 6 hasta el 15%, en peso de ácido crómico (CrO_3) y secando en caliente o curando el revestimiento.
25 Para el propósito del presente invento, se puede considerar el sílice coloidal como el producto de polimerización de condensado del ácido silícico en forma particular que tiene un tamaño de partículas no mayor- aproximadamente de 50 milimicrómetros.

30 Las mezclas convencionales utilizadas para el propósito de



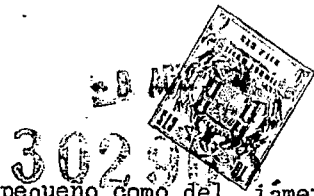
2966

proveer revestimientos aislantes $\text{CrO}_3\text{-SiO}_2$ están compuestas generalmente de ácido crómico (CrO_3) disuelto en agua más partículas molidas de un sílice o silicato, las cuales varían en tamaño aproximadamente desde un diámetro de 0,5 micrómetros hasta aproximadamente 7 micrómetros, o silicatos pueden estar presentes en solución mediante la utilización de silicatos alcalinos solubles como por ejemplo el silicato sódico líquido. El sílice utilizado con las mezclas empleadas en relación con el presente invento tienen solamente una fracción del tamaño de las partículas molidas corrientes. Las partículas coloidales pueden tener el diámetro de 500 milimicrómetros, pero si se utilizan partículas mayores, probablemente no es posible mantenerlas en estado coloidal, y por consiguiente, no se disputa de las ventajas del presente procedimiento utilizándose con tamaños mayores. Las partículas coloidales pueden ser tan pequeñas como del diámetro de 1 milimicrómetro.

La sílice coloidal no se obtiene mediante la molienda de fuentes convencionales de SiO_2 pero se obtiene mediante la controlada polimerización de condensado de ácidos silícicos. La sílice coloidal, por consiguiente, como nos vamos a referir a ella a continuación, no es un mineral molido como es el que se utiliza en las mezclas de sílice convencionales, sino que es un polímero de ácido silícico (presumiblemente un polímero de ácido monosilícico).

La polimerización de condensador de ácido silícico tiende a formar polímeros esféricos amorfos que están en estado coloidal en el medio líquido en el cual se crean. Durante el tiempo en el cual se interrumpe la polimerización antes de que las partículas se desarrollen excediendo de 500 milimicrómetros de diámetro continuarán existiendo en estado coloidal.

Se dispone comercialmente de sílice coloidal bajo el amparo del nombre registrado de LUDOX (E.I. Dupont de Nemours y Compañía, Inc. Wilmington, Delaware), el cual es una sílice coloidal acuosa. El tamaño



de la sílice en partículas puede ser tan pequeño como del diámetro de 7 milimicrómetros, pero se puede obtener también en tamaños de 17 y - 100 milimicrómetros. La sílice coloidal puede contener partículas tan pequeñas como del diámetro de 1 milimicrómetro. La sílice coloidal y LUDOX están descritas en la patente de los Estados Unidos n° 2.809.137 concedida a John Cornelius Robinson y otros.

Las soluciones acuosas de la sílice coloidal y del ácido crómico se pueden hacer mediante la adición de sílice coloidal en medios acuosos en una solución acuosa preparada de ácido crómico.

Las mezclas que contienen menos aproximadamente del 3%, en peso, de CrO_3 ó 6% en peso, de sílice coloidal, no efectuarán revestimientos continuos con propiedades aislantes satisfactorias, particularmente en estado recocido o relajado de tensiones internas.

Las altas concentraciones o las mezclas espesas, es decir, las que contienen más aproximadamente del 23%, en peso, de sílice o - 15%, en peso, de CrO_3 , son difíciles de aplicar a una superficie de tiras o chapas y deja vacíos o superficies no revestidas que afectan adversamente las propiedades aislantes del revestimiento.

El acero al silicio (preferentemente en forma de tiras) se pasa a través de la solución o mezcla preferentemente a temperatura ambiente, y se mide poniendo la mezcla sobre la superficie de acero preferentemente mediante laminadores de goma para que se precipite una película delgada del ácido crómico-silícico sobre la superficie de las tiras, para que cuando la película esté seca tenga un espesor de película que comprende desde 0,05 hasta 0,12 milésimas de pulgada (milésima de pulgada igual a 0,0254),

Es preferible también pasar continuamente el acero revestido cuando está en forma de tiras después del secado a través de un horno para secar en caliente el revestimiento. La temperatura a la cual se efectúa el citado secado en caliente es preferiblemente de unos -

302 966 8 AGO



1.500°F, o sea 815,56°C, pero puede ser tan baja como 1.200°F.=648,89 °C. y tan alta como 1.700°F, equivalentes a 926,67°C.

5 El revestimiento secado y secado en caliente cuando se aplica, naturalmente, estará compuesto de trióxido crómico y sílice en la misma proporción aproximadamente como están presentes estos productos químicos en la mezcla o solución. Por consiguiente, el revestimiento aplicado estará compuesto a partir aproximadamente de 29 hasta 88%, en peso, de sílice y 12 hasta 71%, en peso, de trióxido crómico.

10 Tanto es deseable como preferible secar el revestimiento pronto despues de su aplicación para obtener un producto de tiras revestido más uniforme y regularmente. Sin embargo, el citado secado no sería esencial, puesto que el revestimiento se secaría, naturalmente durante el secado en caliente o curación de la superficie revestida. Se efectua convenientemente el secado dirigiendo una corriente de aire
15 caliente sobre la superficie del metal revestido cuando sale del depósito de revestimiento.

Al apreciar los revestimientos citados como se aplican por el método del presente invento por sus propiedades aislantes eléctricas es práctica corriente poner en contacto los dos lados de la tira reves
20 tida con uno o más electrodos opuestos entre los cuales se pasa una co rriente eléctrica (veáse el instrumento de la patente de los Estados Unidos No. 2.982.912 concedida a Mitchell, ideado para este fin). Una medición de la corriente con y sin el revestimeinto interpuesto refleja la cantidad de resistencia específica ofrecida por la muestra reves
25 tida. La presión aplicada por los electrodos es de importancia, y en las muestras de ensayo que se dan a continaución había 900 libras por pulgada cuadrada (63,276 Kg/cm²) de superficie de contacto de electrodo. El flujo de corriente eléctrica entre los electrodos se mide por un amperímetro. En un potencial de 0,5 voltios se puede regular el amperímetro, para que una lectura de 0,00 represente sustancialmente -
30



ningún flujo de corriente mientras que una lectura de 1,00 amperio no representa aislamiento. Las lecturas representan entonces la fracción de un amperio de corriente permitido por el revestimiento aislante. - Las citadas pruebas se llaman ensayos de Franklin y así se las mencio
5 na en los resultados de ensayos que se dan en las Tablas I, II y III a continuación. Puesto que cada ensayo se efectuó de una manera idéntica utilizando el procedimiento anteriormente expuesto, son importantes - los resultados comparativos. El citado ensayo mide efectivamente la -
10 calidad aislante del revestimiento ya se aplique a uno o a los dos la dos de un producto de acero laminado plano mientras que el ensayo de - muestra a muestra es conforme. En el presente ensayo, todas las mues-
tras se revistieron por los dos lados.

Para efectuar los ensayos, se preparó una mezcla acuosa - mezclando ácido crómico, LUDOX (marca registrada de una sílice disponi
15 ble comercialmente en forma de suspensión coloidal en agua, propiedad de la Compañía E.I. Dupont de Nemours, Co. Inc.) una dispersión acuosa de 30%, en peso, coloidal SiO_2 y agua en cantidades de modo para hacer 10%, en peso de CrO_3 y 13%, en peso, de SiO_2 .

Las muestras (0,014 pulgadas de calibre por 3 pulgadas x 8
20 pulgadas) (0,355 mm. x 76 mm. x 203 mm.) de una tira de acero al silicio de clase corriente no revestida (0,02% de carbono y 3,50% de silicio) y de una tira de acero de silicio de grano orientado (0,002 de carbono y 3,50% de silicio) la cual exhibió un revestimiento vitreo extraordinaria
25 mente delgado (menos de 0,05 milésimas de pulgada) (0,0254 mm) que resultó de un revestimiento separador MgO utilizado durante el recocido en ca
jas (excediendo aprox. de 2000°F (1093,3°C) en una atmósfera de hidróge
no), se revistieron mediante su inmersión en la mezcla mencionada ante
riormente. (Los revestimientos separadores MgO se describen en la paten
te de los Estados Unidos nº 2.394.047 concedida a H.M. Elsey y otros).
30 Se secaron y secaron en caliente entonces los revestimientos aproxima

702933



5 mente a 1.500°F (815,56°C) durante un minuto. Se determinó que los revestimientos tenían un espesor aproximado de 0,08 milésimas de pulgada (milésima de pulgada 0,0254)mm. La Tabla I que se da a continuación muestra los resultados de las mediciones Franklin tomadas sobre muestras cuando han sido revestidas y cuando han sido recocidas.

TABLA I

Ensayos de Aislamiento Franklin (900 libras por pulgada cuadrada, 63,276 kilogramos por centímetro cuadrado).

| Tira Tipo | Cuando revestido | Cuando recocido a 1475°F (801,66°C) en gas craqueado. | Insolubilidad | Adherencia |
|-----------|------------------|---|---------------|------------|
| (1) | 0,30 amperios | 0,22 amperios | Muy buena | Excelente |
| (2) | 0,18 amperios | 0,31 amperios | Excelente | Excelente |

(1) 0,002 C. 3.25 Si (orientado)
 (2) 0,02 C, 3.25 Si (ocorriente)

15 La insolubilidad del agua* se determinó mediante la inmersión de muestras en agua clara durante períodos de 48 horas (temperatura ambiente) y observado cualquier descoloración del agua. Si no se pudo observar ninguna descoloración se consideró excelente la insolubilidad; una descoloración muy ligera se consideró buena, y una descoloración ligera se consideró regular.

20 La adherencia*** se determinó mediante la flexión de muestras a 90° sobre un radio de su calibre y observando cualquier separación del revestimiento de la muestra. Si no se pudo observar ninguna separación en la flexión, se consideró que era excelente la adherencia; una separación muy ligera se consideró buena, y una pequeña cantidad de separación visible se consideró regular.

25 Los datos de la Tabla I son importantes porque el procedimiento de ensayo utilizado, un 0,4 Franklin cuando está revestido (no recocido para atenuar tensiones internas), es aceptable comercialmente. Además como se indica en la Tabla I, se halló que los revestimientos tenían una insolubilidad considerada de buena a excelente (en el agua) y mostraron una adherencia excelente.

30

066



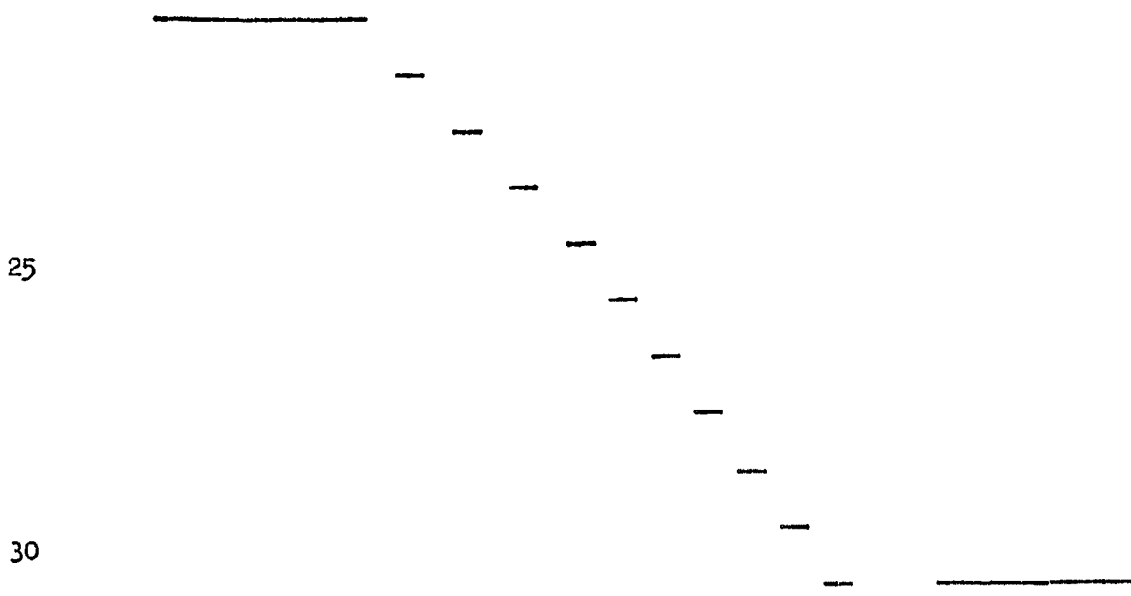
Las muestras (3'' x 8'') se cortaron de una tira de 0,018'' de calibre por 3'' de anchura de un acero al silicio de clase corriente (no orientado) 0,02 C y 3,5% silicio) parte del cual se había revestido con una mezcla acuosa hecha como se ha mencionado anteriormente, excepto en -

5 las citadas proporciones para efectuar 3,25%, en peso de CrO₃, 13% en peso, de SiO₂ y el agua de estabilización, y parte con una mezcla de -

10 4,00%, en peso de CrO₃, 8% en peso de SiO₂ y el agua de estabilización mediante el paso continuamente de la tira a través de las mezclas respectivas y aplicando el revestimiento por medio de laminadores de goma

15 medidores. Se secó el revestimiento cuando dejó el depósito de revestimiento y se pasó la tira continuamente a través de un horno para llevarla a una temperatura aproximada de 1.200°F (648,89°C), durante un periodo de unos 30 segundos. Se llevaron a cabo recocidos de normalización (de atenuación de tensiones internas) al mismo tiempo que se -

20 emplearon varias atmósferas no-oxidantes así mismo como aire tranquilo puesto que las atmósferas utilizadas convencionalmente varían y las citadas atmósferas afectan las cualidades aislantes de los revestimientos inorgánicos. Los resultados de los ensayos de las propiedades aislantes se muestran en la Tabla II que damos a continuación.



Ensayos de aislamiento Franklin (900 libras por pulgada cuadrada (63,276 kg por cm²))

TABLA II

| Revestimiento CrO ₃ | SiO ₂ | Cuando recocado a 1550°F en gas que queda (843,34°C) | | Cuando recocado a 1550°F en gas for no (843,34°C) | | Cuando recocado a 1550°F en aire tran quilo (843,34°C) | |
|-----------------------------------|------------------|---|-------------------|--|-------------------|---|--|
| | | revestido | Cuando recocado a | Cuando recocado a | Cuando recocado a | 1550°F en aire tran quilo (843,34°C) | |
| 3,25% | 13% | 0,18 | 0,24 | 0,42 | 0,47 | 0,02 | |
| 4,00% | 8% | 0,28 | 0,31 | 0,58 | 0,56 | 0,03 | |

| Revestimiento CrO ₃ + SiO ₂ | Insolubilidad | Adherencia |
|--|---------------|------------|
| 3,25% | buena | buena |
| 4,00% | excelente | regular |

3029



302960



5 Como se muestra en la Tabla II, las mezclas en concentraciones inferiores proporcionan además buenas propiedades aislantes particularmente en las condiciones cuando revestidas y de tratamiento termico, por aire tranquilo, pero no muestran las propiedades de adherencia é insolubilidad de las mezclas más espesas.

10 Los resultados de los ensayos que se señalan en la Tabla III a continuación se obtuvieron de muestras (aproximadamente 3'' x 7'') cortadas de una tira revestida de un calibre de 0,014'' x 12'' - de anchura (el revestimiento separador MgO aplicado antes del recocido en cajas) de una clase eléctrica de acero al silicio (aproximadamente 0,002% de carbono, 3,50% de silicio y el resto de hierro esencialmente) el cual se revistió con la mezcla mencionada antes (13% - en peso, de sílice coloidal, 10% en peso de CrO₃ y el agua de estabilización, mediante el paso continuo de la tira a través de la mezcla

15 y aplicando el revestimiento por medio de laminadores de goma medidores. La mezcla contenía una pequeña cantidad (aproximadamente el 1% en peso) de un agente humectante (WETANOL, una solución acuosa conteniendo aproximadamente el 2%, en peso de sulfato laurílico sódico modificado, marca registrada de la Compañía de Productos Glico, Nueva York).

20 Se secó el revestimiento cuando salía del depósito de revestimiento y se pasó continuamente la tira a través de un horno de manera para llevarla a una temperatura aproximada de 1500°F (815,56°C) durante un tiempo aproximado de un minuto. Las muestras comparativas de tira similar (revestido MgO) que se revistió de una manera idéntica pero mientras -

25 que se empleó una mezcla convencional de 1,8% en peso de CrO₃ 5,3% en peso, de Na₂O 16,6% en peso, de SiO₂ (como silicato sódico) y el agua de estabilización. Los últimos ensayos se efectuaron a efectos de comparación. Los recocidos de normalización (de atenuación de tensiones internas) se efectuaron mientras que se emplearon varias atmósferas no-

30 oxidantes así como también aire tranquilo, puesto que las atmósferas uti



302

lizadas convencionalmente varían y las citadas atmósferas afectan las cualidades aislantes de los revestimientos orgánicos.

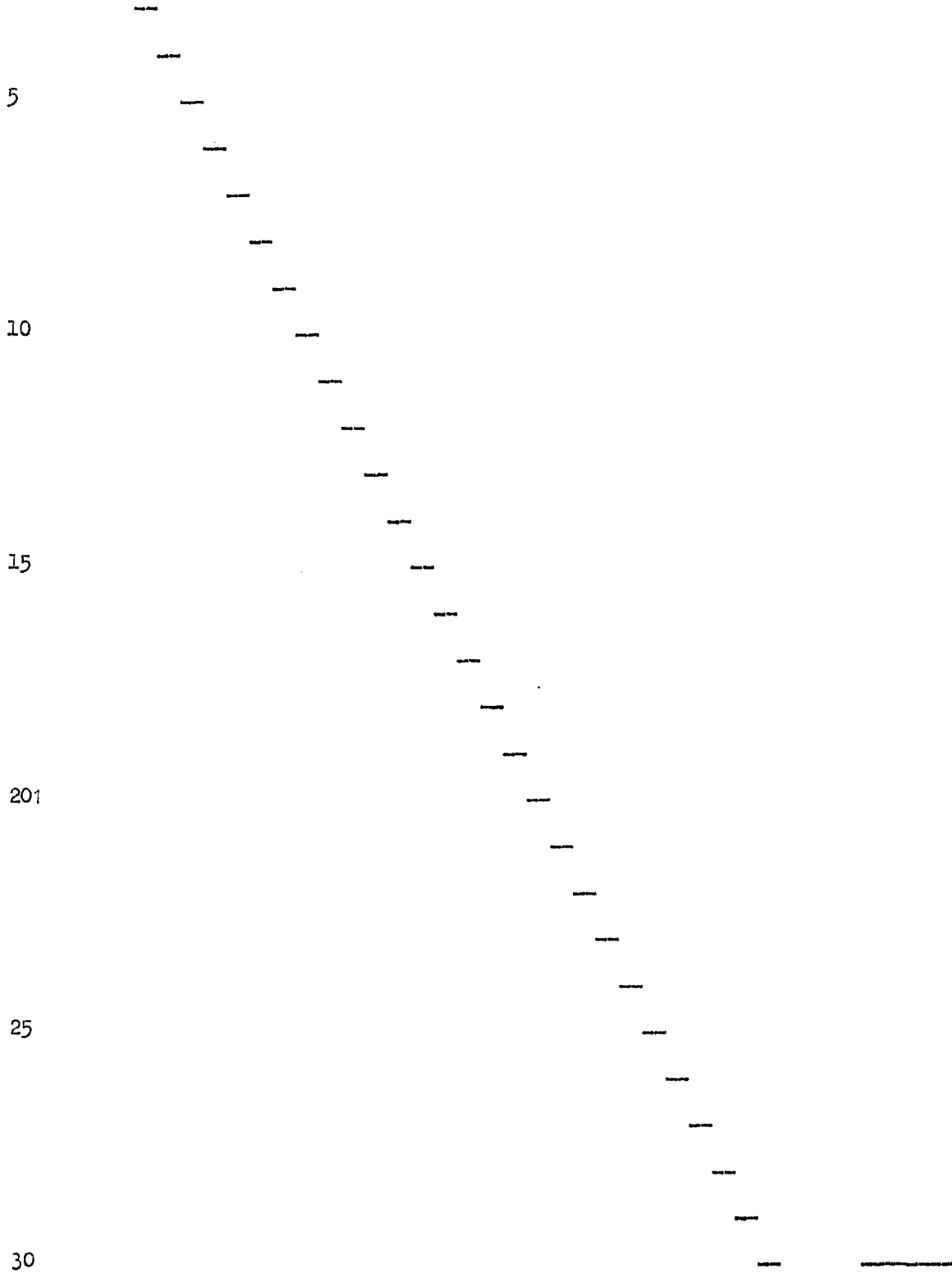


TABLA III

Ensayos de aislamiento Franklin (900 libras por pulgada cuadrada (63,276 kg por cm²))

| Revestimiento | Quando re-vestido | Quando recocado a 1475°F (801,66°C) en gas craqueado | Quando recocado a 1475°F (801,66°C) en gas formador | Quando recocado a 1475°F (801,66°C) en nitrógeno | Quando recocado a 1475°F (801,66°C) en aire tranquilo |
|---------------|-------------------|--|---|--|---|
| A # | 0,38 amp. | 0,27 amp. | 0,15 amp. | 0,08 amp. | 0,03 amp. |
| B ### | 0,63 amp. | 0,08 amp. | - | 0,51 amp. | 0,35 amp. |

A # 10% cromo + 13% de sílice coloidal
 B### 1,8% CrO₃, 5,3% Na₂O, 16,6% (como silicato sódico) SiO₂, 76,3% H₂O.

Revestimiento

Propiedades eléctricas

Magneto-estricción

10

A # WPP a 15KB 10H
 0,603 1800

pulgada/pulgada a 15.5KB
 + 0,32

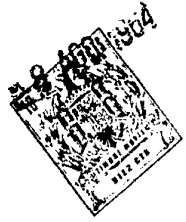
A # 10% cromo + 13% de sílice coloidal.

A valor Franklin de 0 amperio representa un aislamiento "totalmente deficiente" o ningún aislamiento.

WPP significa presión o patrón impenetrable al agua; KB kilo bthu (Kilo por unidad térmica británica; y IO por H es abreviatura para dureza é hidrógeno, en este caso hidrógeno.

15

3020



302966



Los resultados de los ensayos mostrados en la Tabla III muestran el revestimiento del presente invento para proporcionar un aislamiento superior al revestimiento convencional. Se pueden observar particularmente las mejoras por el material cuando revestido pero también se puede ver en el material recocido normalizado (para la atenuación de las tensiones interiores) en presencia de una atmósfera de nitrógeno y aire tranquilo. La Tabla III muestra también las propiedades eléctricas del material revestido resultante. Se puede observar - que la pérdida en vatios (WPP) de las muestras revestidas de acuerdo con el presente invento es menos a 15KB y la permeabilidad es superior a 10H que las muestras revestidas con el revestimiento comercial. También, se muestra que hay menos cambio en dimensiones cuando se iman en el material revestido de acuerdo con el presente invento. Por esto, el presente revestimiento no proporciona únicamente un aislamiento eléctrico superior, sino que también proporciona una adherencia excelente, es insoluble en el agua y no perjudica las propiedades eléctricas del acero al cual se aplica.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita recaerá sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

1. Un método que provee un revestimiento aislante inorgánico, sobre una tira o chapa laminada plana de acero al silicio de clase eléctrica, caracterizado porque la superficie del acero se pone en contacto con una mezcla acuosa que contiene aproximadamente del 6 al 23% en peso de sílice coloidal y 3 al 15% en peso de CrO_3 de forma que deja un revestimiento delgado de la citada mezcla sobre la citada superficie, y se seca en caliente el revestimiento.

2. Un método según la reivindicación 1, caracterizado además porque el tamaño máximo de las partículas de la sílice no es mayor de un diámetro de 500 milimicrometros, y la temperatura del secado en ca

14 D

302966



liente es aproximadamente desde 1200°F (648,89°C) hasta aproximadamen-
te 1700°F (926,67°C).

5

3. Un método según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado además porque se deja sobre la superficie un revestimiento seco de la mezcla a partir de 0,05 hasta 0,12 milésimas de pulgada (1,27 mm. a 3 mm.) de espesor.

4. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha -
de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN METODO QUE PRO-
VEE UN REVESTIMIENTO AISLANTE INORGANICO".

10

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presen-
te Memoria descriptiva que consta de dieciseis páginas mecanografiadas.

Madrid, 8 de Agosto de 1.964

ALFONSO UNGRIA

P.p.

15

20

25

30