321376

321376

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un a

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: ALLEGHENY LUDLUM STEEL CORPORATION.

RESIDENCIA: 2000 Oliver Building, Pittsburgh, Pennsylvania, ESTADOS UNIDOS.

ENUNCIADO: "METODO DE PRODUCCION DE ACERO AL SILICIO FORJADO".

Prioridad: Patente estadounidense n.º 422.718 del 31-12-64.

IG.

321376 3

Esta invención se relaciona con un método para mejorar las características magnéticas de productos de acero al silicio forjado y en particular con un método para incrementar el contenido en silicio del acero de orientación granular y forjado.

Algunos de los efectos del silicio sobre el hierro se conocen desde hace algún tiempo y han sido comercialmente incorporados en los denominados aceros al silicio, que poseen una deseable combinación de características magnéticas. Cuando se trata adecuadamente, el hierro que contiene aproximadamente un 3,25% de silicio puede fabricarse en forma de un producto forjado que, mediante un adecuado tratamiento térmico, se caracterizará por una orientación preferida. Las características magnéticas de este hierro de un contenido en silicio del 3,25%, dotado de una orientación preferida, incluyen una elevada resistividad, escasa pérdida nuclear y elevada permeabilidad cuando se mide en una dirección determinada. Los productos de acero al silicio forjado que poseen estas características se emplean profusamente en la producción de transformadores de energía y dispositivos análogos, para proporcionar unas ventajas notables sobre los transformadores de energía que emplean, por ejemplo, un núcleo de hierro dulce.

La literatura abunda en las descripciones de procedimientos de producción de acero al silicio de orientación granular, cuyos procedimientos implican ordinariamente por lo menos dos reducciones en frío para obtener un material del grosor deseado, un temple intermedio que se efectúa entre las reducciones en frío, y un temple final en caja y a elevada temperatura, en una atmósfera protectora, a fin de

crear un desarrollo granular secundario que permita a los granos que tienen las orientaciones preferidas desarrollarse a expensas de los granos que no tienen una orientación preferida. Esta orientación granular se ha descrito de distintas maneras empleando los Indices Miller, habiéndose descrito en el arte dos de tales orientaciones como de cubo sobre borde y cubo sobre cara.

Las limitaciones en las prácticas del arte anterior han resultado del hecho de que cuando se incrementa el contenido en silicio en más del 4% aproximadamente, se observa una seria pérdida en la ductilidad de los resultantes materiales. Aunque unos superiores contenidos en silicio son efectivos para reducir la magnetostricción, incrementar la resistividad, disminuir la pérdida nuclear e incrementar la permeabilidad, es sin embargo extremadamente difícil producir materiales forjados que posean tales características magnéticas notables, debido a la fragilidad extraordinariamente grande mostrada por el acero con unos contenidos en silicio superiores al 4%. Esta gran fragilidad ha tenido por resultado la utilización de complicados procedimientos que incluyen reducciones en caliente y en frío de cargas limitadas, entremezcladas con frecuentes tratamientos térmicos a fin de obtener un producto forjado dotado de más de un 4% de silicio.

El método de la presente invención permite conseguir unas perfeccionadas características magnéticas en un producto de acero al silicio forjado.

Un objeto de la presente invención es proporcionar un método para incrementar el contenido en silicio de acero forjado.

Otro objeto es la provisión de un producto de acero al silicio forjado, dotado de perfeccionadas características magnéticas.

Otro objeto más específico es la provisión de un producto y de un método para la producción del mismo, cuyo producto es un acero al silicio forjado que contiene más del 4% de silicio aproximadamente y que se caracteriza por poseer unas excelentes propiedades en cuanto a pérdida nuclear y magnetostricción.

Estos y otros objetos de esta invención resultarán evidentes para los expertos en el arte al considerarse conjuntamente con la siguiente descripción y los dibujos, en los cuales:

La figura 1 es un trazado del ciclo histerético de corriente alterna de un acero al silicio forjado y de orientación granular, producido de acuerdo con esta invención, en el que el material inicial, que tenía un contenido en silicio del 3,25%, fué tratado a 2.150ºF (1176ºC) durante un periodo de tiempo total de 15 minutos, para producir un material conteniendo más del 5% de silicio.

La figura 2 es un ciclo histerético de corriente alterna del material de la figura 1 después de otro tratamiento térmico consistente en un temple a 2.100ºF (1149ºC) durante un periodo de tiempo de 3 minutos aproximadamente.

La figura 3 es un ciclo histerético de corriente alterna del material de la figura 1, después de un temple a 2.100ºF (1149ºC) durante un periodo de tiempo de 10 minutos aproximadamente.

La figura 4 es un ciclo histerético de corriente alterna del material de la figura 1 después de un temple -

321376

durante un periodo de 35 minutos a 2.100ºF (1149ºC).

La figura 5 es una serie de trazados en microsondas de rayos X de la sección transversal de acero al silicio - de orientación granular y forjado, demostrando el efecto - del componente temporal a 2.150ºF (1176ºC) sobre la distribución del silicio por la sección transversal del acero durante el tratamiento en una atmósfera capaz de enriquecer el contenido total en silicio desde el 3,25% al 5,5%, en - los tiempos seguidamente especificados:

5a - material inicial

5b - después de 1 minuto

5c - después de 2 minutos

5d - después de 3 minutos

5e - después de 5 minutos

5f - después de 7,5 minutos

5g - después de 15 minutos

5h - después de 30 minutos

5j - después de 60 minutos

La figura 6 es un trazado de la pérdida nuclear - frente al tiempo empleado para homogeneizar a una temperatura de 2.100ºF (1144ºC) un acero producido de acuerdo con esta invención, de manera que contenga más del 5% de silicio.

La figura 7 es un trazado del efecto del silicio - sobre la magnetostricción granular transversal de materiales tratados por el método de la presente invención; y

La figura 8 es un dibujo esquemático que ilustra - un horno distribuído en zonas, adecuado para su empleado - en la práctica de la presente invención.

En sus aspectos más amplios, el método de la presen

te invención considera el empleo de un material inicial - que incluya un acero al silicio forjado conteniendo del 2,5 % a menos del 4% aproximadamente de silicio y ulteriormente la sujeción de este material a un tratamiento siliconizante en virtud del cual el producto de acero al silicio - forjado se pone en reacción a una predeterminada gama de - temperaturas en una atmósfera que contiene silicio, para - permitir el depósito y difusión de silicio en el producto de acero forjado, seguido de un tratamiento térmico como - operación separada o integral, para eliminar todo gradiente de concentración, aplicándose dicho tratamiento térmico con o sin un campo magnético exteriormente aplicado, a fin de obtener un producto de acero al silicio dotado de notables características magnéticas.

Aunque el método de la presente invención puede - aplicarse muy ventajosamente a aceros al silicio dotados - de una preferida orientación, es también aplicable a aceros que han sido tratados a su calibre final, tanto si finalmente ha de exhibir o no una orientación preferida. A - este respecto, el temple de la textura puede combinarse con el método de la presente invención, obteniéndose así unas evidentes y adicionales economías.

Deberá indicarse en un principio que el método de la presente invención se utiliza y aplica a un material - que posea el deseado grosor final con que ha de emplearse el producto; es decir, el material inicial para el procedimiento de la presente invención comprende material laminar o en tira que no será reducido adicionalmente en su calibre. Este material inicial posee un contenido en silicio - comprendido entre el 2,5% y menos del 4,0% aproximadamente

exhibiendo preferentemente una orientación preferida en una cantidad predominante de los granos contenidos en el mismo. Se han obtenido unos notables resultados cuando se ha empleado como material inicial un acero al silicio dotado de un contenido en este último del 3,25% aproximadamente y de una orientación de cubo sobre borde.

El material inicial se pone seguidamente en reacción mientras se encuentra a una temperatura predeterminada de 1900 a 2.300ºF (1037 a 1260ºC), con un compuesto que contenga silicio, a fin de depositar este último elemento sobre la superficie del material inicial y difundirlo hacia el interior. A este respecto, se consideran operaciones tanto del tipo continuo como por cargas. Se ha observado que independientemente del empleo de una operación de tipo por cargas o de tipo continuo, el material inicial, cuando se somete al compuesto que contiene silicio, ha de reaccionarse a una temperatura de 1900ºF (1037ºC) por lo menos, y preferiblemente no superior a 2300ºF (1260ºC) aproximadamente. El calentamiento del material inicial ha de efectuarse de modo sustancialmente instantáneo si durante el calentamiento se expone el material al compuesto de silicio térmicamente descomponible, utilizado como fuente del silicio adicional. Por otra parte, el material puede calentarse a la temperatura de reacción en una atmósfera protectora e introducirse a tal temperatura el compuesto de silicio térmicamente descomponible; por consiguiente, el citado nivel de calentamiento no precisa ser sustancialmente instantáneo. Por otra parte, cuando se considera una operación continua, el acero puede calentarse a la temperatura requerida en una cámara desde la cual penetra en una

cámara de reacción y se mantiene dentro de la misma a la temperatura requerida y durante el periodo de tiempo requerido, retirándose seguidamente de la citada cámara de reacción y dejándose enfriar normalmente. Así, resulta evidente que tanto si se emplean operaciones por cargas o de tipo continuo, la reacción del acero al silicio forjado con el compuesto de silicio térmicamente descomponible ha de tener lugar dentro del nivel de temperatura descrito y durante el periodo de tiempo requerido, y el siliconizado del material, ya sea durante el calentamiento al nivel de temperatura crítica o durante su enfriamiento desde tal nivel de temperatura, ha de evitarse sustancialmente a fin de impedir el deterioro de las características magnéticas del material siliconizado, ordinariamente acompañado de su porosidad.

La reacción del material inicial con el compuesto de silicio térmicamente descomponible ha de tener lugar a una temperatura mínima de 1900ºF (1037ºC) cuando se emplea un ritmo medio de descarga de $0{,}0075 \times 10^{-3}$ g/cm2/minuto aproximadamente de silicio en la muestra de hierro-silicio a fin de obtener un material que exhiba finalmente unas notables características magnéticas. Los intentos de empleo de unas temperaturas inferiores al mismo ritmo medio de descarga han tenido por resultado unas deficientes propiedades magnéticas y frecuentemente una porosidad dentro del acero. Por otra parte, cuando el ritmo medio de descarga del silicio desde el compuesto de silicio térmicamente descomponible al material de hierro-silicio a reaccionar con aquel se incrementó a $0{,}075 \times 10^{-3}$ g/cm2/minuto aproximadamente, la temperatura crítica mínima aumentó a 2.000ºF -

(1091ºC) aproximadamente, a fin de obtener unas buenas características magnéticas y evitar la porosidad. Unos adicionales incrementos en el ritmo medio de descarga del silicio en la superficie del material de hierro-silicio, tuvieron por resultado la necesidad del uso de un correspondiente incremento en la temperatura hasta conseguirse un ritmo máximo de descarga de $7,5 \times 10^{-3}$ g/cm2/minuto aproximadamente, en cuyo momento parece indicada una temperatura mínima de 2.300ºF (1260ºC). Sin embargo, como la temperatura de 2.300ºF (1260ºC) se aproxima a la temperatura sólida, es preferible limitar el ritmo medio de descarga a menos de $7,5 \times 10^{-3}$ g/cm2/minuto aproximadamente.

Se observará que se ha hecho referencia al "ritmo medio de descarga". Tal ritmo medio de descarga considera el ritmo con que se descarga silicio en el acero objeto de reacción, siendo independiente del método de descarga. Aunque puede considerarse consiguientemente una atmósfera fluida, se comprenderá sin embargo que puede utilizarse igualmente una atmósfera estática y reaccionarse el acero al silicio con el silicio contenido dentro de la atmósfera estática. En este caso, el ritmo de descarga intantáneo o incrementable puede exceder del límite máximo de $7,5 \times 10^{-3}$ g/cm2/minuto inicialmente y puede ser muy inferior al límite mínimo de $0,0075 \times 10^{-3}$ g/cm2/minuto al término del procedimiento, obteniéndose sin embargo unos buenos resultados. No obstante, el ritmo medio de descarga para todo el procedimiento quedará comprendido dentro de los límites mencionados y habrán de observarse las temperaturas críticas para el ritmo medio de descarga empleado, a fin de desarrollar finalmente las características magnéticas deseadas.

En las versiones que se ilustran más adelante, el material inicial de hierro-silicio se pone en reacción, dentro de la especificada gama de temperaturas, durante un periodo de tiempo de hasta 5 horas aproximadamente, dependiendo del ritmo medio de descarga del silicio en aquel y del deseado contenido final en silicio. La necesidad de eliminar todo gradiente de concentración en el material se impone a fin de obtener el deseado grado de cuadratura del ciclo histerético, comprimiéndose así el área de dicho ciclo. Dicho de otro modo, cuando se obtiene un ciclo histerético sustancialmente cuadrado, se obtienen inferiores pérdidas nucleares en el material acabado. Por consiguiente, ha de permitirse un tiempo suficiente después de completarse la reacción para que tenga lugar la difusión y se complete el tratamiento de homogeneización a fin de producir una uniforme distribución del silicio con la deseada concentración del mismo.

El tetracloruro de silicio ha resultado ser eficaz como fuente de silicio, cuando se introduce con un gas vehículo protector, tal como argon o nitrógeno. Preferiblemente, la atmósfera del horno comprende argon, que contiene entre el 0,01 y el 23% aproximadamente de argon, que ha sido saturado con tetracloruro de silicio mantenido a una temperatura de 78ºF (25,56ºC) aproximadamente. Pueden emplearse otros compuestos de silicio, tales como silano, triclorosilano y otras sustancias térmicamente descomponibles que contienen silicio. Se comprenderá, sin embargo, que aunque algunas sustancias presenten varios inconvenientes (por ejemplo, el producto de reacción del triclorosilano puede presentar ácido clorhídrico, y el silano posee un

olor picante muy desagradable y es muy inflamable), no obstante pueden emplearse estos compuestos, aunque es preferible usar el tetracloruro de silicio por ser seguro, comparativamente económico y presentar el producto de la reacción cloruro de hierro, que puede condensarse fácilmente en forma de polvo.

El tiempo de la reacción varía inversamente con la concentración del compuesto de silicio descomponible en el gas vehículo y preferiblemente, a fin de proporcionar un contenido nominal en silicio del 5,2% aproximadamente en el producto reaccionado, es deseable reaccionar el acero al silicio forjado a la temperatura requerida durante un tiempo de hasta 3 minutos, cuando la atmósfera protectora de árgon contiene aproximadamente un 23% de árgon saturado con tetracloruro de silicio a un ritmo medio de descarga de $0,8375 \times 10^{-3}$ g/cm2/minuto, y hasta 5 horas aproximadamente, cuando la concentración de argon saturado con tetracloruro de silicio es del 0,01% aproximadamente y el ritmo medio de descarga es de $0,0075 \times 10^{-3}$ gr/cm2/minuto. Estos tiempos a las respectivas concentraciones se refieren al tiempo requerido para depositar una cantidad determinada de silicio, ordinariamente una cantidad mínima, para obtener finalmente un contenido homogéneo en silicio del 5% por lo menos. Los tiempos indicados no incluyen al tiempo requerido a tal temperatura para eliminar los gradientes de concentración. Aunque puede resultar posible emplear una concentración más diluida que la aquí expuesta o reaccionar el acero al silicio forjado a temperaturas inferiores durante mayores periodos de tiempo, las presentes consideraciones económicas exigen unos tiempos, temperaturas y

concentraciones prácticos, proporcionales a las características magnéticas. Por consiguiente, son preferibles los límites aquí expuestos en cuanto a tiempo, temperatura y concentración.

Como anteriormente se indica, una variante respecto al calentamiento sustancialmente instantáneo del material inicial a la temperatura de reacción en presencia del compuesto de silicio térmicamente descomponible, es el calentamiento del acero a la temperatura de reacción en una atmósfera de gas protector, tal como argon o nitrógeno, y la ulterior admisión de la atmósfera que contiene silicio para su reacción con el acero calentado. Independientemente del modo en que se realice el siliconizado, se ha observado la necesidad de una temperatura mínima de 2.000ºF - (1091ºC) cuando la atmósfera, tal como se admite en la cámara de reacción, contiene un 1% de argon saturado con tetracloruro de silicio a 78ºF (25,56ºC), con un ritmo medio de descarga de 0,075 x 10^{-3} g/cm2/minuto aproximadamente, y el tiempo a tal temperatura, mientras se encuentra aquel bajo la influencia de la atmósfera que contiene silicio, - es de 33 minutos aproximadamente, para obtener por lo menos un 5% de silicio en el acero. Esta reacción, cuando se lleva a cabo a esta temperatura durante un periodo de tiempo de 33 minutos, seguido de la eliminación de la atmósfera que contiene silicio, y seguido del mantenimiento a tal temperatura durante 12 minutos y una adicional homogeneización durante 10 minutos a 2.100ºF (1148ºC), produce una - marcada mejora en las propiedades magnéticas exhibidas, como se expondrá con mayor detalle más adelante. Por otra - parte, cuando se emplea un 23% aproximadamente de argon sa

turado con tetracloruro de silicio a 78ºF (25,56ºC) en la atmósfera de argon a un ritmo medio de descarga de 0,8375 x 10^{-3} g/cm2/minuto aproximadamente y se reacciona con el material inicial, resulta necesaria una temperatura mínima de 2.150ºF (1176ºC) aproximadamente, manteniéndose el acero a tal temperatura durante un periodo de tiempo de hasta 3 minutos aproximadamente. Después de la eliminación de la atmósfera que contiene silicio, el acero se mantuvo durante 12 minutos más a esta temperatura, siguiendo una homogeneización adicional durante 10 minutos a 2.100ºF (1148ºC) a fin de obtener unas características magnéticas óptimas.

Es de destacar que en el procedimiento de la presente invención, el tiempo de reacción, a fin de obtener una cantidad determinada de silicio, variará en función de la temperatura; es decir, cuando se emplean varias concentraciones gaseosas y se observan las temperaturas mínimas críticas, los tiempos de mantenimiento a estas temperaturas pueden tener por resultado no solo el que la reacción tenga lugar para el depósito del silicio sobre las capas superficiales del material inicial, sino además el que la difusión del silicio hacia el interior incremente sustancialmente el contenido en silicio del material inicial al mismo nivel relativo en toda la sección transversal. En otras palabras, aunque puede obtenerse la cantidad máxima de silicio, o la deseada cantidad de silicio, sobre las capas superficiales del material inicial después de un periodo de tiempo relativamente corto, es necesario un tiempo adicional a fin de difundir el silicio por completo en toda la sección transversal del material. Así, es posible aproximarse a esta faceta del procedimiento en dos opera--

ciones, concretamente el depósito del silicio en las capas superficiales del material en tira, que puede efectuarse en un tiempo relativamente corto, dependiendo de la concentración del silicio en la atmósfera de reacción, y la homogeneización del material en tira así tratado, para eliminar los gradientes de concentración en el mismo.

La concentración de silicio introducido en la muestra dependerá de la concentración del silicio en la atmósfera de reacción, del tiempo de reacción y de la temperatura, rigiendo esta última el ritmo de reacción. Sin embargo el mero depósito del silicio sobre la superficie no es suficiente. Las características magnéticas óptimas se desarrollan solo cuando se eliminan los gradientes de concentración. Por consiguiente, es necesario un adicional tratamiento térmico. Sin embargo, la temperatura de dicho tratamiento térmico habrá de controlarse también porque las temperaturas bajas parecen requerir tiempos que pueden ser exorbitantes, en tanto que las temperaturas elevadas pueden rebasar la temperatura sólida y por consiguiente tener por resultado una fusión superficial. Por ejemplo, el contenido en silicio sobre la superficie al término de la reacción puede exceder del 12%, de manera que el calentamiento a una temperatura superior a 2.300ºF (1260ºC) aproximadamente, puede exceder de la línea sólida del diagrama de fases del hierro-silicio, teniendo por resultado una fusión intergranular que afecte adversamente a las propiedades magnéticas. En la práctica efectiva, unas temperaturas superiores a 2.300ºF (1260ºC) durante la reacción han tenido por resultado una fusión y redondeamiento de las esquinas del material en tira de hierro-silicio sobre el que se

había depositado el silicio. En consecuencia, es preferible homogeneizar el mismo nivel de temperatura en que tiene lugar la reacción, relacionándose tanto el tiempo como la temperatura con la concentración del compuesto de silicio térmicamente descomponible. Por consiguiante, aunque pueden emplearse dos operaciones, resulta totalmente práctica una sola operación de reacción-homogeneización.

Cuando no se mantienen las limitaciones críticas anteriormente señaladas, las propiedades magnéticas son deficientes y con frecuencia se crea una porosidad en la tira. Así, se ha observado que el método de la presente invención requiere una temperatura mínima del orden de 1900 a 2.150ºF (1037 a 1176ºC), cuando la cantidad del gas no reactivo saturado con reactivo que contiene silicio, a 78º F (25,56ºC), introducido en la atmósfera, protectora, varía entre el 0,01 y el 23%. La temperatura máxima que producirá un material aceptable parece ser de 2.300ºF (1260ºC) aproximadamente, con las anteriores mezclas gaseosas. Por igual motivo, se ha observado también que cuando se emplean concentraciones y temperaturas superiores, pueden utilizarse unos periodos más cortos de reacción y tiempo de difusión, a fin de obtener unas características magnéticas muy perfeccionadas en el material producido por el método de la presente invención. A este respecto, puede afirmarse en términos generales que la temperatura mínima crítica varía proporcionalmente con el ritmo medio de descarga del compuesto reactivo de silicio térmicamente descomponible y es inversamente proporcional al tiempo, observándose que estas relaciones no son necesariamente lineales. Observando estas tendencias con las variables críticamente controla--

das de tiempo, temperatura, concentración y ritmo medio de descarga, son obtenibles unas excelentes características magnéticas.

Como se indica anteriormente, las variables de tiempo, temperatura y concentración han de ser críticamente controladas a fin de obtener un producto siliconizado aceptable que exhiba notables características magnéticas con un contenido sustancialmente uniforme en silicio en toda su sección transversal. Sin embargo, es de destacar la conveniencia de limpiar la superficie del material inicial a fin de eliminar todos los contaminadores de dicha superficie antes de tratar el acero como queda descrito, a fin de obtener el grado deseado de siliconización. Se ha observado que incluso la presencia de una subescama es nociva para el depósito y difusión del silicio por el método de la presente invención. Por consiguiente, en el método de la presente invención la superficie del acero al silicio de orientación granular y forjado se limpiará preferiblemente, ordinariamente por desengrasado y desescamado, a fin de proporcionar una superficie limpia para el depósito y difusión de silicio en la misma.

A fin de mostrar más claramente el método de la presente invención, se hará referencia al siguiente plan, que detalla un modo de poner en práctica la presente invención.

1. Se emplea como material inicial acero al silicio de orientación granular, de un calibre nominal de 0,014 pulgada (0,0356 cm.) y de un contenido en silicio de 2,5 al 4% y preferiblemente del 3,25% aproximadamente.

2. Preparación de la superficie por desengrasado y

321376

desescamado.

3. Colocación en la cámara de reacción y llenado - de dicha cámara con argon conteniendo un 23% de argon saturado con tetracloruro de silicio a 78ºF (25,56ºC).

4. Calentamiento sustancialmente instantáneo del - material inicial de acero al silicio a 2.150ºF (1176ºC) en la cámara de reacción.

5. Mantenimiento de esta temperatura durante 15 minutos.

6. Enfriamiento a temperatura ambiente de modo sustancialmente instantáneo.

7. Homogeneización.

Se hará referencia a la tabla I, que muestra los - resultados de los ensayos sobre la pérdida nuclear de 15.000 B en el acero al silicio de un contenido en este último según se indica, después de tratarse por el método de la presente invención expuesto en el plan anterior.

321376

TABLA I

Pérdida nuclear 15.000 B (watios por libra)

Muestra nº.	Silicio inicial (%)	Antes de siliconizar (watios por litro).	Silicio final (%)	Siliconizado (watios por libra)	Siliconizado y homogeneizado durante 16 horas a 2100ºF (watios por libra)	Siliconizado, homogeneizado y magnéticamente templado - (watios por libra
72	3,25	0,555	3,25	-	-	0,563
67	3,25	0,555	5,6	0,713	0,434	0,408
183	3,25	0,555	5,4	0,746	0,459	0,382
236	3,25	0,614	5,1	0,674	0,422	0,386

(1 libra = 0,453 Kgs.)

Es de destacar según la tabla I que el acero, antes de su siliconización, presentaba una pérdida en watios comprendida entre 0,555 y 0,614 watios por libra. Por los datos de los ensayos expuestos en la tabla I, se observa para la muestra número 72, que no fué siliconizada, que el temple magnético tiene por resultado un pequeño deterioro de las observadas propiedades magnéticas. Este hecho ha sido sustanciado con materiales de laboratorio y comerciales. Sin embargo, cuando los aceros se trataron de acuerdo con el método de la presente invención, se observó la tendencia opuesta y más pronunciada. Para el resto de las muestras de la tabla I, después de calentar de modo sustancialmente instantáneo los materiales a 2.150ºF (1176ºC) y de mantenerlos durante 15 minutos aproximadamente, el acero exhibió una superior pérdida nuclear respecto a la producida antes de siliconizar. Sin embargo, después de homogeneizar bajo las condiciones expuestas en la tabla I, estos aceros mostraron una notable mejora en las propiedades de pérdida nuclear. Además, cuando se sometieron los aceros a un temple magnético en la dirección granular, que consistió en calentar el acero en un campo de 1.000 H durante una hora a una temperatura de 1300ºF (704ºC), seguido de enfriamiento a un ritmo de 100ºF (55,6ºC) por hora a 400ºF (202ºC), estos aceros mostraron una marcada y adicional disminución en la pérdida nuclear. Así, es evidente que mediante el método de la presente invención se mejoran grandemente las características magnéticas de los aceros.

Seguidamente se hará referencia a los dibujos y a las figuras 1 a 4 inclusive. Se calentaron de modo sustancialmente instantáneo en una atmósfera que contenía sili--

cio, muestras de tira de acero al silicio de orientación granular y templado, de un espesor de 0,014 pulgada (0,0356 cm) y conteniendo nominalmente un 3,25% de silicio y con una pérdida de 0,614 watio por libra (0,279 watio por kg) a fin de depositar la cantidad requerida de silicio, después de lo cual se mantuvieron las muestras a esa temperatura durante 12 minutos más. Seguidamente, estas muestras tratadas fueron calentadas durante varios periodos adicionales de tiempo a una temperatura de 2.100ºF (1149ºC). Todas estas muestras tratadas poseían un contenido medio en silicio del 5,1% aproximadamente.

Los ciclos histeréticos expuestos en las figuras 1 a 4 inclusive son de corriente alterna. Por consiguiente, son directamente convertibles a una pérdida nuclear que se mide en watios por libra (watios por kg). Así, el área encerrada por el ciclo histerético de corriente alterna es indicativa de la pérdida nuclear exhibida por el material. La figura 1 muestra claramente el carácter incurvado y extendido del ciclo histerético del material cuando ha sido siliconizado y mantenido a temperatura durante 12 minutos adicionales. Corroborando los datos sobre los ensayos expuestos en la tabla I, se observa que este tratamiento afecta adversamente a las características magnéticas mostradas por el acero. Sin embargo, cuando se eliminan los gradientes de concentración dentro del acero, se observan mejoras en las características magnéticas advertidas. Así, después de homogeneizar durante 3 minutos adicionales a 2.100ºF (1149ºC), se aprecia una marcada mejora en el carácter y área del ciclo histerético de corriente alterna como se ilustra en la figura 2. Comparando las figuras 2

y 1, resulta evidente que el área limitada por el ciclo - histerético es considerablemente menor, con el resultado - de que el ciclo histerético va adquiriendo un carácter más erecto y empieza a cuadrarse. En este punto, la pérdida nu clear exhibida por el material después de siliconizar, man tener durante 12 minutos y homogeneizar durante 3 minutos adicionales a 2.100ºF (1149ºC) es inferior a la del mate-- rial inicial original en condición no siliconizada.

Las figuras 3 y 4 muestran el efecto de un tiempo adicional a la temperatura de homogeneización, siendo los periodos de tiempo de 10 y 35 minutos, respectivamente. - Las áreas limitadas por estos ciclos histeréticos de co- - rriente alterna son progresivamente menores, con el resul- tado de que una vez rebasado el periodo de tiempo de 30 mi nutos aproximadamente homogeneizando a 2.100ºF (1149ºC), - un adicional mantenimiento a esta temperatura no parece - afectar materialmente la forma ni área de dicho ciclo his- terético. Por consiguiente, se ha determinado que el acero siliconizado exhibe unas óptimas características magnéti-- cas cuando ha sido sometido a un tratamiento térmico homo- geneizador a 2.100ºF (1149ºC) aproximadamente, durante un tiempo de unos 30 minutos después del depósito original de silicio sobre la superficie del material 1.

Puede obtenerse una adicional ilustración del pro- cedimiento de siliconización y homogeneización con referen cia a los dibujos y a las figuras 5a a 5j inclusive. Los - trazados que se identifican como 5a a 5j inclusive de la - figura 5 son de la intensidad del trazado con microsonda - de rayos X a través de la sección del material, siendo la amplitud de cada trazado proporcional a la concentración -

321376

local del contenido en silicio presente a través del espesor de la tira. El trazado 5a es representativo del material inicial, que contiene aproximadamente un 3,25% de silicio y que se distribuye de modo sustancialmente uniforme por toda la sección transversal del acero. Los trazados 5b a 5j son representativos de la distribución del silicio por el espesor de la tira en función del tiempo de reacción a 2.150ºF (1176ºC) en una atmósfera capaz, de producir el acero al silicio provisto de una concentración media del 5,5%. Como cláramente se ilustra en el trazado 5b, se encuentra presente una concentración muy elevada de silicio en la superficie, sin ningún cambio sustancial en la porción central del trazado, observándose que la porción central de dicho trazado 5b tiene una amplitud sustancialmente igual a la del material inicial. Así, junto a la superficie del material en tira, se encuentra presente una elevadísima concentración de silicio, extendiéndose un gradiente extraordinariamente pronunciado a corta distancia hacia el interior desde la superficie. Al avanzar a través de los trazados 5c a 5g, cada uno de los cuales representa resultados obtenidos para incrementos de tiempo como se indican en la descripción de la figura 5, el gradiente de concentración del silicio disminuye grandemente al incrementarse el tiempo, de manera que después de 15 minutos solo queda un pequeño gradiente de concentración, como gráficamente se ilustra en el trazado 5g. El mantenimiento durante un periodo de tiempo de 30 minutos elimina de modo sustancialmente completo el gradiente de concentración como se ilustra en el trazado 5h, corroborando los datos anteriormente expuestos, especialmente manifestados por los

ciclos histeréticos de las figuras 1 a 4 inclusive. El mantenimiento durante un periodo de tiempo de hasta una hora, como representa el trazado 5j, no muestra ningún cambio respecto al originalmente presentado en el trazado 5h, indicando que se consigue una homogeneización sustancialmente completa al cabo de unos 30 minutos a 2.100ºF (1149ºC).

Seguidamente se hará referencia a la figura 6, que ilustra gráficamente el efecto del tiempo a la temperatura de homogeneización sobre las características magnéticas exhibidas por el acero que ha sido siliconizado a un contenido en silicio del 5,2% aproximadamente. El material forjado inicial de un calibre de 0,014 pulgada (0,35 mm.) tenía una pérdida nuclear 15.000 B de 0,614 watio por libra (0,279 watio por kg). Este material fué seguidamente siliconizado en un tratamiento de 15 minutos a 2.150ºF (1176ºC) y, después de una subsiguiente retención durante varios periodos de tiempo a 2.100ºF (1149ºC), se volvió a determinar la pérdida nuclear, produciéndose así una curva del tiempo a una temperatura de homogeneización de 2.100ºF (1149ºC), frente a la pérdida nuclear, medida en watios por libra (watios por kg). Como claramente demuestra la curva simple de la figura 6, el tiempo requerido para homogeneizar suficientemente el material a fin de eliminar los gradientes de concentración, es de unos 30 minutos. Así, como corroboración de los ciclos histeréticos de las figuras 1 a 4 inclusive, así como de los trazados con microsonda de rayos X 5a a 5j inclusive de la figura 5, las observadas características magnéticas trazadas en la figura 6 demuestran claramente el aspecto de que todos los gradientes de concentración han de suprimirse a fin de que el ma-

terial en tira de acero al silicio siliconizado exhiba unas óptimas características magnéticas y que una homogeneización durante un periodo de tiempo de 30 minutos aproximadamente, a una temperatura aproximada de 2.100ºF (1149ºC) es suficiente para producir unos notables resultados. El mantenimiento a esta temperatura durante mayores periodos de tiempo no parece tener ningún efecto beneficioso sobre las observadas características magnéticas.

Seguidamente se hará referencia a la tabla II, que ilustra el efecto de las variables de temperatura, concentración y tiempo al indicado ritmo medio de descarga, sobre las características físicas de las muestras, así como sobre la pérdida nuclear de los materiales, siliconizados, que incluían un temple de supresión de tensión a 1475ºF - (802ºC) durante 2 minutos, y homogeneizados durante 10 minutos a 2.100ºF (1149ºC) siguiendo los tratamientos indicados durante el procesa de siliconización e incluyendo seguidamente el temple magnético bajo el mismo conjunto de - condiciones anteriormente expuesto respecto a la tabla I.

321376

TABLA II

Calidad de las muestras siliconizadas bajo diversas condiciones

Muestra nº	Temperatura de siliconización ºF y ºC	Firmeza	Aspecto superficial	Pérdida nuclear (watios por libra) Siliconizado 10 KB	Siliconizado 15 KB	2.100ºF-10 minutos-F.C.+magnéticamente templado. 10 KB	2.100ºF-10 minutos-F.C.+magnéticamente templado. 15 KB
	Siliconizado con atmósfera estática (23%)+; tiempo de reacción total, 15 minutos; ritmo medio de descarga, aproximadamente 0,8375 x 10-3 g/cm2/minuto.						
223	1900 (1037ºC)	Estratificada y porosa	Químicamente atacado	0,720	-	0,275	0,583
222	2000 (1091ºC)	Porosa	Químicamente atacado	0,631	1,05	0,273	0,594
147	2100 (1149ºC)	Ligeramente porosa	Químicamente atacado	0,418	0,885	0,262	0,562
219	2200 (1205ºC)	Sólida	Brillante y liso	0,253	0,627	0,151	0,382
218	2250 (1232ºC)	Sólida	Brillante y liso	0,289	0,637	0,171	0,435
217	2300 (1260ºC)	Sólida	Brillante y liso	0,279	0,615	0,159	0,403
	Siliconizado con atmósfera fluída (10%)+; tiempo total de reacción, 20 minutos; ritmo medio de descarga, aproximadamente 0,3125 x 10^{-3} g/cm2/minuto.						
229	1900 (1037ºC)	Estratificada y porosa	Químicamente atacado	0,530	-	0,330	0,667
228	2000 (1091ºC)	Porosa	Químicamente atacado	0,331	-	0,223	0,491
227	2100 (1149ºC)	Sólida	Brillante y liso	0,284	0,572	0,210	0,477
226	2200 (1265ºC)	Sólida	Brillante y liso	0,258	0,569	0,169	0,414
225	2250 (1232ºC)	Sólida	Brillante y liso	0,250	0,557	0,182	0,437
224	2300 (1260ºC)	Sólida	Brillante y liso	0,251	0,557	0,160	0,418
	Siliconizado con atmósfera fluída (1%)+; tiempo total de reacción, 45 minutos; ritmo medio de descarga, aproximadamente 0,075 x 10^{-3} g/cm2/minuto.						
238	1900 (1037ºC)	Estratificada y porosa	Químicamente atacado	0,494	1,02	0,265	0,684
237	2000 (1091ºC)	Sólida	Químicamente atacado	0,360	0,658	0,209	0,483
235	2100 (1149ºC)	Sólida	Brillante y liso	0,294	0,582	0,158	0,383

321376

TABLA II (continuación)

Calidad de las muestras siliconizadas bajo diversas condiciones

Muestra nº	Temperatura de siliconización ºF y ºC	Firmeza	Aspecto superficial	Pérdida nuclear (watios por libra) Siliconizado 10 KB	Siliconizado 15 KB	2.100ºF-10 minutos-F.C.+ magnéticamente templado. 10 KB	2.100ºF-10 minutos-F.C.+ magnéticamente templado. 15 KB
234	2200 (1205ºC)	Sólida	Brillante y liso	0,258	0,550	0,169	0,413
231	2250 (1232ºC)	Sólida	Brillante y liso	0,256	0,563	0,180	0,446
230	2300 (1260ºC)	Sólida	Brillante y liso	0,276	0,623	0,185	0,451
	Siliconizado con atmósfera fluida (0,01%)+; tiempo total, 345 minutos; ritmo medio de descarga aproximadamente 0,0075 x 10^{-3} g/cm2/minuto.						
303	1800 (982ºC)	Poroso y combado	Químicamente atacado	Siliconizado, no pudieron obtenerse muestras planas para ensayar.			
306	1900 (1037ºC)	Sólida	Brillante y liso	0,283	0,652	0,197	0,494

+ Representa la cantidad de argon saturado con tetracloruro de silicio (78ºF) mezclada con argon puro.

Pérdida nuclear del material inicial: 0,277 watio por libra a 10 KB; 0,614 watio por libra a 15 KB.

Contenido en silicio de muestras siliconizadas: 5,0-5,4%.

Como claramente se muestra por los resultados de los ensayos que se registran en la tabla II, parece necesaria una temperatura mínima de 2.150ºF (1176ºC) aproximadamente, para obtener un producto siliconizado firme o sólido cuando la atmósfera siliconizante comprendía una mezcla de argon y un 23% de argon saturado con tetracloruro de silicio a 78ºF (25,26ºC) y el ritmo medio de descarga se aproximó a $0,8.375 \times 10^{-3}$ g/cm2/minuto aproximadamente. El procedimiento resultó eficaz cuando la temperatura se mantuvo dentro del orden de 2.150 a 2.300ºF (1176 a 1260ºC) durante un tiempo total de reacción de 15 minutos. Debe destacarse que aunque el tiempo total de reacción consistió en un periodo de 15 minutos, la mayor parte de la siliconización efectiva tuvo lugar en los tres primeros minutos del tratamiento. Así, aunque el ritmo medio de descarga fué de $0,8375 \times 10^{-3}$ g/cm2/minuto al comienzo del tratamiento, el ritmo de descarga instantáneo fué muy elevado y al cabo de unos 3 minutos tal ritmo era muy inferior a $0,8375 \times 10^{-3}$ g/cm2/minuto aproximadamente. La temperatura de 2150ºF (1176ºC) parece ser el mínimo indicado a fin de obtener un producto que presente un aspecto visual sólido y caracterizado por una superficie brillante y lisa. Este material, después de un temple eliminador de tensiones a 1475ºF (802ºC) durante 2 minutos, fué ensayado para determinar sus características magnéticas y se observó que en condición siliconizada como anteriormente se describe, el acero exhibió una pérdida en watios que no fué notablemente diferente de la pérdida en watios del material inicial sin siliconizar. Sin embargo, tras homogeneizar a una temperatura de 2100ºF (1149ºC) durante 10

321376

minutos, seguido de enfriamiento en el horno y ulterior - temple magnético del material, se observa una notable mejora en las características magnéticas mostradas. Es de destacar que independientemente de la condición o temperatura del último tratamiento térmico homogeneizador, la temperatura de 2150ºF (1176ºC) aproximadamente, parece ser el mínimo indicado bajo estas condiciones de concentración de - atmósfera siliconizante, ritmo medio de descarga y reacción a las temperaturas señaladas durante los periodos de tiempo indicados.

La tabla II muestra además el efecto del tiempo, - temperatura, concentración y ritmo medio de descarga. Así, cuando la siliconización se efectúa en una atmósfera que - contenga argon y un 10% de argon saturado con tetracloruro de silicio, mantenida a 78ºF (25,26ºC) y a un ritmo medio de descarga de 0,3125 x 10^{-3} g/cm2/minuto, la temperatura mínima para obtener una superficie sólida, brillante y lisa parece ser de 2.100ºF (1149ºC) aproximadamente. Siliconizado, el material muestra de nuevo la necesidad de completar el procedimiento de homogeneización, puesto que no se observa ninguna mejora marcada en las propiedades magnéticas. Se advierte de nuevo que los valores de pérdida nuclear de estos materiales muestran una notable mejora después de su homogeneización y temple magnético. Se obtuvieron resultados sustancialmente similares cuando la atmósfera comprendía una mezcla de argon y un 1% de argon saturado con tetracloruro de silicio, siendo el tiempo total - de reacción de 45 minutos. Así, con esta atmósfera y el - tiempo de reacción indicado; el límite inferior de la gama de temperaturas de siliconización parece ser de 2.000ºF -

(1091ºC) aproximadamente, cuando el ritmo medio de descarga es de 0,075 x 10^{-3} g/cm2/minuto aproximadamente. La tendencia en las características magnéticas es sustancialmente la misma que para el resto de la tabla, donde se emplearon las diferentes concentraciones atmosféricas. En este punto, debe indicarse que se obtuvieron unos excelentes resultados al emplearse temperaturas de hasta 2.300ºF (1260ºC). Sin embargo, cuando se utilizaron temperaturas superiores las esquinas de las muestras se fundieron, teniendo por resultado unas características magnéticas muy inferiores. Ensayos adicionales indican que con un ritmo medio de descarga de 0,0075 x 10^{-3} g/cm2/minuto aproximadamente, parece necesaria una temperatura mínima de 1900ºF (1037ºC). Así, si se emplean temperaturas inferiores, es necesario reducir el ritmo medio de descarga, incrementado así el componente temporal a un punto en que resulta desproporcionadamente prolongado y antieconómico. Los datos expuestos en la tabla II establecen claramente la gama de valores sobre ritmo medio de descarga entre 0,0075 x 10^{-3} y 7,5 x 10^{-3} g/cm2/minuto y una gama de temperaturas de reacción de 1900 a 2.300ºF (1037 a 1260ºC).

Como se indica anteriormente, el acero, al tratarse de acuerdo con el método de la presente invención, muestra un incremento en la resistividad con un incrementado contenido en silicio. Con referencia a la tabla III, que indica el efecto del silicio sobre la resistividad, los datos de la misma muestran cláramente que hasta un 5,66% de silicio aumenta la resistividad con crecientes cantidades de silicio.

TABLA III

Efecto del silicio sobre la resistividad.

Muestra nº.	Contenido en Si, %	Resistividad, ohmios-cm.
Material inicial	3,2	-
8	3,32	48,6
9	3,66	50,6
10	4,06	54,9
11	4,86	65,3
12	5,66	77,3

El acero, al tratarse de acuerdo con la presente invención, posee una perfeccionada magnetostricción resultante del superior contenido en silicio presente. La magnetostricción exhibida por un material destinado a emplearse en transformadores de energía es de importancia primordial, porque se considera la fuente del ruido que emana de tales transformadores de energía, conducente a una pérdida de energía, siendo también muy molesto para el cuidado de transformadores situados en áreas muy pobladas, como muchos de ellos se encuentran. Es un procedimiento muy costoso e inconveniente amortiguar el ruido en un gran transformador hasta límites aceptables. Como resultado, los aceros al silicio que se emplean para los núcleos de tales transformadores de energía incluyen unas especificaciones sobre magnetostricción muy rígidas. La magnetostricción transversal a la granulación es mucho mayor que la producida en la dirección granular. Seguidamente se hará referencia a la tabla IV, que muestra los resultados de ensayos sobre magnetostricción transversal a la granulación para material de hierro-silicio de 0,014 pulgada -

(0,0356 cm), tratado por el método de la presente invención y de otra manera, para obtener diversos niveles de silicio en la condición templada.

TABLA IV

Magnetostricción transversal a la granulación

Muestra nº.	% Si	Magnetostricción, micropulgadas/pulgada (microcentímetros/cm) a 12,75 KB, templado.
113	3,2	+8,85
112	4,1	+8,40
105	4,7	+5,50
111	5,2	+4,4
107	5,4	+4,25
106	6,3	+1,35
114	6,7	+0,52
108	6,9	-0,42

Los datos expuestos en la tabla IV fueron medidos a 12,75 KB y muestran claramente que con un creciente contenido en silicio el acero posee una magnetostricción transversal a la granulación, grandemente perfeccionada.- Parece que la magnetostricción transversal a la granulación pasa a cero con un 6,75% de silicio aproximadamente y que tal disminución en la magnetostricción es lineal al incrementarse el contenido en silicio. Sin embargo, debe destacarse que estos valores expuestos en la tabla IV fueron medidos sobre muestras que no contenían ningún revestimiento aislante. Por consiguiente, los valores son superiores a los normalmente encontrados en la producción de materiales que incluyan un revestimiento aislante sobre ellos. No obstante, esta tendencia es válida y es solo el nivel que se mide lo que varía, siendo la misma la tenden

cia tanto si los materiales están revestidos como si no lo están.

A fin de mostrar más claramente los datos expuestos en la tabla IV, se hará referencia a la figura 7, que ilustra gráficamente los datos señalados en dicha tabla IV. En la figura 7, la única curva ilustra el efecto del silicio sobre la magnetostricción de aceros con variables contenidos en silicio que fueron subsiguientemente templados. Como se ilustra en la figura 7, aunque los aceros experimentan sustancialmente una magnetostricción nula a un contenido en silicio del 6,75% aproximadamente, todo contenido en silicio del orden del 6% a algo más del 7%, mostrará unas notables propiedades sobre magnetostricción.

El método de la presente invención puede emplearse en una operación por cargas o continua. Con referencia a la figura 8, que ilustra esquemáticamente el equipo destinado a practicar el método de la presente invención sobre una base continua, tal equipo comprende un horno distribuido en zonas, cuyo horno se muestra en su conjunto en 10, presentando por lo menos 3 zonas, es decir una zona precalentadora 12, una zona de reacción 14 y una zona de enfriamiento 16. Estas zonas están separadas por paredes internas 18 y la pared terminal 20 coopera con una de las paredes 18 definiendo los límites longitudinales de la zona precalentadora 12; la otra pared 18 y la pared terminal 22 definen los límites longitudinales de la zona de enfriamiento 16. Los límites longitudinales de la zona de reacción 14 están definidos por las paredes internas 18. Cada una de las paredes terminales 20 y 22, así como cada una de las paredes internas 18, está provista de una abertura

alineada 24 destinada a facilitar el movimiento del material en tira 26 a través del horno. Se disponen un carrete 28 de retirada y un rodillo de sustentación 30 junto a la zona precalentadora 12 del horno 10, para suministrar el material en tira 26 al horno. A fin de introducir la tira a través del horno, se dispone un par de rodillos prendedores 32 en la sección de enfriamiento, junto a la abertura 24 de la pared 18. La sección de enfriamiento 16 está provista también de un dispositivo cortante que se ilustra esquemáticamente en forma de yunque 34 y cuchilla cortante cooperante 36, que se emplea para cortar el acero al silicio en segmentos o longitudes predeterminadas. Para facilitar la retirada de los segmentos de tira cortados, se dispone también una cinta sin fin de descarga, mostrada en 38 que se establece de manera que gire alrededor de unos rodillos de sustentación 40 y de unos rodillos de guía 42. Así en tiempos predeterminados, la tira siliconizada 26 se corta en las longitudes deseadas, pudiéndose descargar al exterior del horno por medio de la cinta sin fin 38 y apilarse como se ilustra en 44. Se dispone un dispositivo 46 de entrada de atmósfera protectora para la zona precalentadora 12, disponiéndose también una correspondiente entrada 48 para atmósfera protectora en la zona de enfriamiento 16 del horno 10. Se suministra una fuente de atmósfera protectora (no mostrada), por ejemplo argon, a dichas entradas 46 y 48 a un ritmo tal que se mantenga una presión positiva en las aberturas 24, de manera que se impida el paso de atmósfera exterior hacia el interior del horno y se mantenga la atmósfera de la cámara de reacción a un nivel relativamente constante. Para la zona de reacción 14 del horno -

10 se disponen una entrada 50 y una salida 52 similares, - permitiendo así que la atmósfera de la reacción abarque a la tira y que los productos de la reacción sean retirados del horno a través de la abertura de salida 52. La zona de reacción 14 puede dotarse también de un calentador por inducción 54 enfriado con agua, que funciona calentando a la tira de modo sustancialmente instantáneo a la temperatura de reacción. Sin embargo, cuando se desee precalentar el - material en tira, puede retirarse por completo el calentador mostrado en 54 y puede calentarse el horno 10 por medio de una mufla que rodee a todo el horno. Independientemente de la manera en que tenga lugar el calentamiento, es preferible mantener una presión positiva en la sección precalentadora y en la sección de enfriamiento del horno a - fin de eliminar por completo la atmósfera exterior y confinar la atmósfera de reacción en la zona de reacción 14. - Los rodillos prendedores 32 pueden controlarse de manera - que mantengan al acero a la temperatura de reacción en la zona de reacción durante el periodo de tiempo requerido para depositar y/o difundir el silicio hacia el interior desde la superficie, de manera que se obtenga una distribución sustancialmente homogénea del silicio por toda la sección transversal del material objeto del tratamiento.

Como el acero tratado por el método de la presente invención ha sido sometido a tratamiento térmico en - una atmósfera protectora, no se requiere ningún tratamiento adicional antes de utilizar el acero en transformadores de distribución de energía. Como resultado, se evitan ciertos aspectos de la fabricación de aceros al silicio de - orientación granular, puesto que no se necesita ningún ma-

321376

terial separador durante el temple a elevada temperatura. Además, pueden emplearse diferentes revestimientoa aislantes sobre el material siliconizado, con el resultado de que el acero de la presente invención posee una evidente demanda comercial.

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

- REIVINDICACIONES -

1. Método de producción de acero al silicio forjado, que contiene más del 4% de silicio, para producir una difusión sustancialmente uniforme de este último por el acero, caracterizado por las operaciones que comprenden la reacción de acero al silicio de un calibre final conteniendo menos del 4,0% de silicio aproximadamente, con silicio depositado sobre el acero, para proporcionar un ritmo medio de descarga de acero al silicio en el acero del orden de $0,0075 \times 10^{-3}$ a $7,5 \times 10^{-3}$ g/cm2/minuto, mientras el acero se encuentra a una temperatura predeterminada del orden de 1900 a 2300ºF (1037 a 1260ºC) y seguidamente el tratamiento térmico del acero reaccionado.

2. Método de producción según la reivindicación 1, en el que el acero al silicio de calibre final se reacciona con una atmósfera que contiene una mezcla de un gas no reactivo y del 0,01 al 23% en volumen de un gas no reactivo saturado con tetracloruro de silicio, silano o triclorosilano u otras sustancias que contengan silicio térmicamente descomponible.

3. Método de producción según la reivindicación 2, en el cual el acero se calienta en un horno que funciona a una temperatura del orden de 1900 a 2300ºF (1037 a 1260ºC)

como máximo, mientras fluye continuamente el gas no reactivo y la sustancia que contiene al silicio se encuentra a una temperatura de 78ºF (25,56ºC).

4. Método de producción según las reivindicaciones 2 ó 3, en el que el gas no reactivo es argon o nitrógeno.

5. Método de producción según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, en el que el tratamiento térmico comprende la homogeneización.

6. Método de producción según la reivindicación 5, en el que el acero es templado en un campo magnético después de la homogeneización.

7. Método de producción según las reivindicaciones 5 ó 6, en el que la homogeneización tiene lugar a una temperatura de 2.000 a 2.300ºF (1091 a 1260ºC) durante un periodo de tiempo de 15 a 45 minutos aproximadamente.

8. Método de producción según la reivindicación 2, y en cualquiera de las otras reivindicaciones precedentes, en el que la atmósfera no reactiva contiene entre el 1 y el 23% aproximadamente en volumen del gas no reactivo saturado, mientras el acero se encuentra a una temperatura de 2.150 a 2.300ºF (1176 a 1260ºC) para proporcionar un ritmo medio de descarga de silicio en el acero del orden de 0,075 x 10^{-3} a 7,5 x 10^{-3} g/cm2/minuto, durante un periodo de tiempo de hasta 33 minutos, y se efectúa un temple eliminador de tensiones en el acero reaccionado.

9. Método de producción según las reivindicaciones 5, 6 y 8, en el cual el acero reaccionado es homogeneizado y luego templado en el campo magnético.

10. Método de producción según las reivindicaciones 8 ó 9, en el cual el temple eliminador de tensiones del ace

321376

21 JUL.

ro reaccionado tiene lugar a una temperatura de 1475ºF (802 ºC) aproximadamente, durante un periodo de tiempo comprendido entre 2 y 10 minutos aproximadamente.

11. Método de producción de acero al silicio forjado según la reivindicación 2 y cualquiera de las reivindicaciones 3 a 7, en el que la atmósfera no reactiva contiene entre el 1 y el 23% en volumen, aproximadamente, del gas no reactivo saturado, a un ritmo medio de descarga de $0{,}075 \times 10^{-3}$ a $7{,}5 \times 10^{-3}$ g/cm2/minuto de silicio en el acero, teniendo lugar la reacción solo mientras el acero se encuentra a una temperatura del orden de 2.000 a 2.300º F (1091 a 1260ºC) y durante un periodo de tiempo de hasta 33 minutos, siendo seguidamente homogeneizado el acero siliconizado a una temperatura del orden de 2.000 a 2.300ºF (1091 a 1260ºC) aproximadamente, durante un periodo de tiempo de 30 minutos por lo menos.

12. Método de producción según la reivindicación 11, en el que el acero reaccionado se trata térmicamente en un campo magnético de 1000 H aproximadamente, durante un periodo de tiempo de una hora aproximadamente, a una temperatura de 1300ºF (704ºC), seguido de enfriamiento a 400ºF (202ºC), aproximadamente, a un ritmo de 100ºF (55 a 56ºC) por hora, aproximadamente.

13. Método de producción según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, en el que el tratamiento térmico del acero reaccionado produce una difusión sustancialmente uniforme del silicio depositado por todo el acero.

14. Método de producción de acero al silicio forjado, dotado de un contenido en silicio superior al 4%, que comprende las operaciones de pasar continuamente una tira

321376

de acero al silicio de calibre final conteniendo menos del 4% de silicio a través de un horno alargado y distribuído en zonas, que funciona a una temperatura del orden de 1900 a 2300ºF (1037 a 1260ºC) aproximadamente, presentando el horno por lo menos una zona de reacción y por lo menos una zona de tratamiento térmico, la introducción de una atmósfera protectora en la zona de reacción del horno, conteniendo dicha atmósfera protectora del 0,01 al 23% en volumen, aproximadamente, de un gas no reactivo saturado con una sustancia que contenga silicio, tal como silano, triclorosilano o tetracloruro de silicio, la reacción del acero con la sustancia que contiene silicio, a un ritmo medio de descarga de 0,0075 x 10^{-3} a 7,5 x 10^{-3} g/cm2/minuto, mientras el acero se mantiene solo a la citada temperatura, y seguidamente el tratamiento térmico de la tira de acero al silicio reaccionada, a una temperatura de 2.000 a 2.300 ºF (1091 a 1260ºC) aproximadamente, durante un tiempo de hasta 35 minutos, para homogeneizar el acero y mejorar sus características magnéticas.

15. Método de producción de acero al silicio forjado y de orientación granular según la reivindicación 14, en el que la atmósfera no reactiva es argon o nitrógeno, estando saturado del 1 al 23% del argon o nitrógeno con la sustancia que contiene silicio, teniendo lugar la reacción del acero y la sustancia que contiene silicio solo a una temperatura del orden de 2.150 a 2.300ºF (1177 a 1260ºC) y durante un periodo de tiempo de hasta 33 minutos aproximadamente, para proporcionar un ritmo medio de descarga de 0,075 x 10^{-3} a 7,5 x 10^{-3} g/cm2/minuto, y ulteriormente la homogeneización o tratamiento térmico del acero reacciona-

321376 27 JU

do a una temperatura de 2.100ºF (1149ºC) aproximadamente, durante un periodo de tiempo de hasta 35 minutos.

16. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita : "METODO DE PRODUCCION DE ACERO AL SILICIO FORJADO".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de treinta y nueve páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

Madrid, 31 de Diciembre de 1.965

ALFONSO UNGRIA
p.p.

SPAIN

ALLEGHENY LUDLUM STEEL CORPORATION DOS HOJAS / 13.

321378 31 DIC. 1965

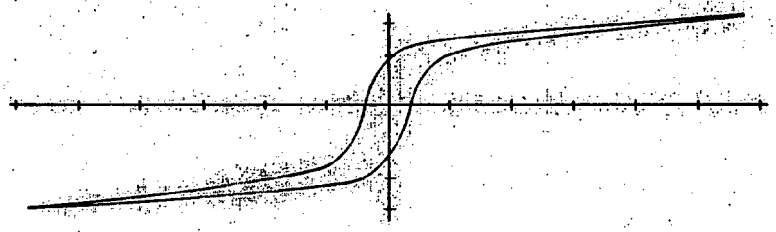


FIG.1

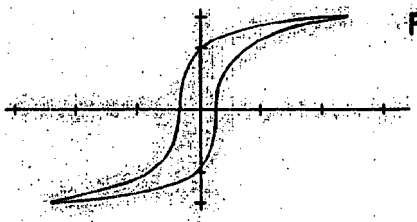


FIG.2

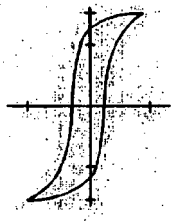


FIG.3

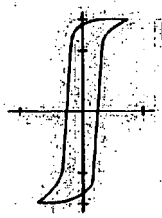


FIG.4

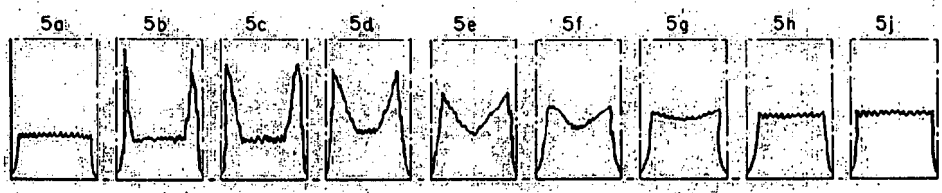


FIG.5

ESCALA VARIABLE

MADRID, 31 DE Diciembre DE 1965

ALFONSO UNGRIA

P.D.

(Fdo. Juan Pedrasa)

SPAIN

ALLEGHENY LUDLUM STEEL CORPORATION DOS HOJAS / 2ª.

321376

FIG.6

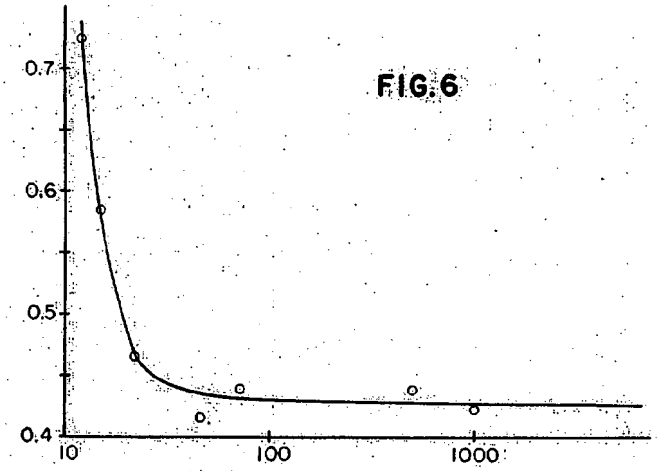


FIG.7

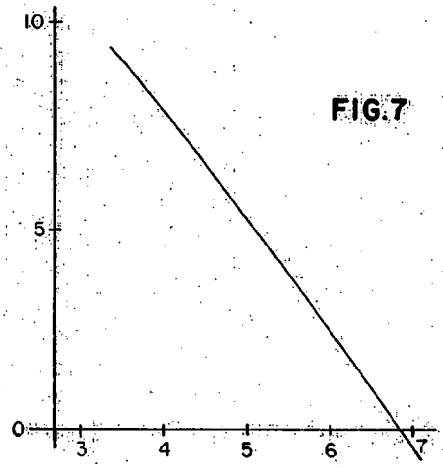
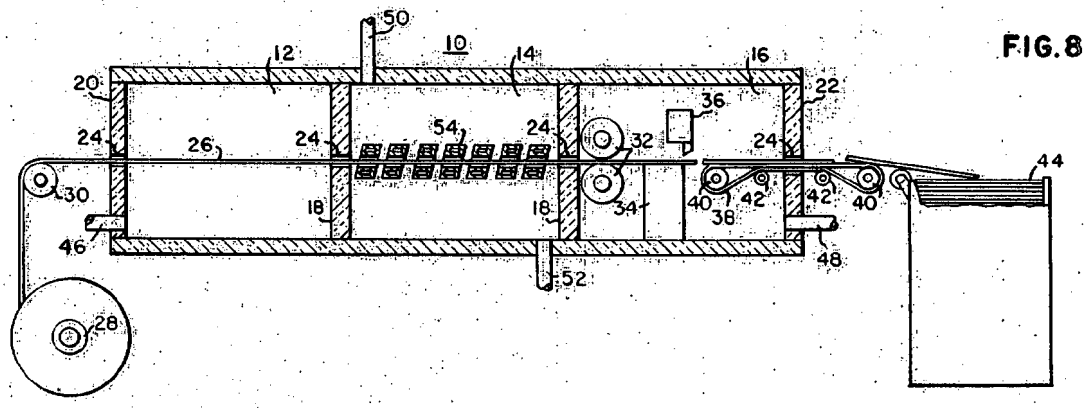


FIG.8



ESCALA VARIABLE

MADRID, 31 DE Diciembre DE 19 65

ALFONSO UNGRÍA

P.P.

(Fdo. Juan Pedraza)