



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
C21D 8/1233 (2024.08); C21D 8/1244 (2024.08); C22C 38/16 (2024.08); H01F 1/16 (2024.08)

(21)(22) Заявка: 2023129599, 15.11.2023

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
15.11.2023

Дата регистрации:
09.10.2024

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 15.11.2023

(45) Опубликовано: 09.10.2024 Бюл. № 28

Адрес для переписки:
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, УрФУ,
Центр интеллектуальной собственности,
Маркс Т.В.

(72) Автор(ы):
Лобанов Михаил Львович (RU),
Никульченков Николай Николаевич (RU),
Редикульцев Андрей Анатольевич (RU),
Зорина Мария Александровна (RU),
Сацкий Даниил Дмитриевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):
Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: US 3640780 A, 08.02.1972. RU 2142020
C1, 27.11.1999. RU 2610204 C1, 08.02.2017. RU
2763924 C1, 11.01.2022. SU 730834 A, 30.04.1980.
JP 2004-332042 A, 25.11.2004. US 2021054474 A1,
25.02.2021. EP 588342 A1, 23.03.1994. EP 1491648
B1, 23.09.2015. EP 2272995 B1, 05.09.2012.

(54) СПОСОБ ПРОИЗВОДСТВА ЛИСТОВ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЙ СТАЛИ С КУБИЧЕСКОЙ
ТЕКСТУРОЙ

(57) Реферат:
Изобретение относится к области металлургии
железа, а именно к способу производства листов
электротехнической стали с кубической текстурой
{100}<001>. Способ включает выплавку стали,
содержащей 0,4–0,6 мас.% Si, горячую прокатку,
две холодные прокатки, между которыми
производят обезуглероживающий отжиг,
нанесение термостойкого покрытия MgO,
высокотемпературный отжиг в атмосфере
водорода, удаление термостойкого покрытия,
холодную прокатку на конечную толщину в
направлении, перпендикулярном направлению
предшествующих прокаток, и завершающий

отжиг. Холодную прокатку на конечную толщину
осуществляют со степенью деформации 40-80%.
В качестве завершающего отжига проводят отжиг
на первичную рекристаллизацию при
температурах 700–900 °С в течение 5 мин.
Обеспечиваются высокие магнитные свойства
листовой электротехнической стали, практически
равные друг другу по двум взаимно
перпендикулярным направлениям, что позволяет
использовать сталь как для магнитопроводов
электродвигателей, так и трансформаторов. 3 ил.,
3 пр.

FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

C21D 8/1233 (2024.08); *C21D 8/1244* (2024.08); *C22C 38/16* (2024.08); *H01F 1/16* (2024.08)(21)(22) Application: **2023129599**, **15.11.2023**(24) Effective date for property rights:
15.11.2023Registration date:
09.10.2024

Priority:

(22) Date of filing: **15.11.2023**(45) Date of publication: **09.10.2024** Bull. № 28

Mail address:

**620002, g. Ekaterinburg, ul. Mira, 19, UrFU, Tsentr
intelektualnoj sobstvennosti, Marks T.V.**

(72) Inventor(s):

**Lobanov Mikhail Lvovich (RU),
Nikulchenkov Nikolai Nikolaevich (RU),
Redikultsev Andrei Anatolevich (RU),
Zorina Mariia Aleksandrovna (RU),
Satskii Daniil Dmitrievich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal State Autonomous Educational
Institution of Higher Education Ural Federal
University named after the first President of
Russia B.N.Yeltsin (RU)**(54) **METHOD OF PRODUCING SHEETS OF ELECTRICAL STEEL WITH CUBIC TEXTURE**

(57) Abstract:

FIELD: iron metallurgy.

SUBSTANCE: invention relates to a method of producing sheets of electrical steel with a {100}<001> cubic texture. Method includes melting steel containing 0.4–0.6 wt.% Cu, hot rolling, two cold rolling, between which performing decarburizing annealing, application of heat-resistant coating MgO, high-temperature annealing in hydrogen atmosphere, removal of heat-resistant coating, cold rolling to final thickness in direction perpendicular to direction of previous rolling, and final annealing. Cold rolling to final thickness is

performed with degree of deformation of 40–80%. Final annealing is performed by annealing for primary recrystallization at temperatures of 700–900 °C for 5 minutes.

EFFECT: providing high magnetic properties of sheet electrical steel, practically equal to each other in two mutually perpendicular directions, which makes it possible to use steel both for magnetic conductors of electric motors and transformers.

1 cl, 3 dwg, 3 ex

Изобретение относится к металлургии железа, а в частности к способу производства листов электротехнической стали с кубической текстурой. Соответствующий способ позволяет получить в стали кубическую текстуру $\{100\}\langle 001\rangle$, наличие которой дает возможность использовать сталь как в качестве изотропной, так и анизотропной.

5 Электротехнические стали подразделяются на изотропные (ЭИС), используемые для изготовления электродвигателей, и анизотропные (ЭАС), из которых собирают сердечники для трансформаторов.

Чтобы при вращении ротора электродвигателя переменного тока не происходило биений, было меньше потерь при перемагничивании, в качестве материала для сборки статора и ротора используют ЭИС, которая имеет близкие магнитные характеристики во всех направлениях. Напротив, ЭАС демонстрирует лучшие магнитные характеристики при намагничивании в одном направлении (направлении прокатки), но в других - существенно хуже, чем в листах ЭИС.

Монокристалл железа имеет объемно-центрированную кубическую решетку, в которой лучшие магнитные свойства проявляются при намагничивании в направлении $\langle 001\rangle$. В направлениях $\langle 110\rangle$ и $\langle 111\rangle$ монокристалл железа намагничивается существенно хуже [S. Okabe, Y. Hayakawa, T. Imamura, M. Kurosawa US Patent № 6562473. 05.13.2003]. В листе ЭАС большинство зерен имеют ось $\langle 001\rangle$, параллельную направлению прокатки, в то же время плоскости $\{110\}$ параллельны поверхности листа. 15 Данная ориентация $\{110\}\langle 001\rangle$ называется ребровой текстурой или текстурой Госсса. Таким образом, лист ЭАС демонстрирует превосходные магнитные характеристики только в направлении прокатки. При этом направление $\langle 110\rangle$ в плоскости листа является перпендикулярным к направлению прокатки, соответственно, сталь имеет низкие магнитные свойства в данном направлении. Напротив, если стальной лист имеет 20 кристаллическую структуру, в которой ось $\langle 001\rangle$ параллельна направлению прокатки, а плоскости $\{100\}$ параллельны поверхности листа, то он демонстрирует превосходные магнитные характеристики как в параллельном, так и в перпендикулярном направлении. Структура стали с кристаллографической текстурой $\{100\}\langle 001\rangle$ в англоязычной технической литературе называется структурой «double oriented» (с «двойной ориентацией») [K. Takahashi, US Patent № 3212942A. 19.10.1965.]. 30 Наличие в электротехнической стали выраженной текстуры $\{100\}\langle 001\rangle$ позволяет использовать ее как для электродвигателей, так и трансформаторов.

Проблемой, которую решает данное изобретение, является получение высоких магнитных свойств, практически равных друг другу по двум взаимно перпендикулярным 35 направлениям, у листовой электротехнической стали.

Известен способ производства [D.M. Kohler US Patent № 3130093. 21.04.1964], в котором описан процесс производства листов сплава Fe-Si состава (мас. %): 2,5-3,5 Si; 0,06-0,12 Mn; $\leq 0,025$ S; $\leq 0,04$ C, остальное Fe и неизбежные примеси. Способ включает: горячую прокатку, холодную прокатку со степенью деформации 40-85%, поворот листа 40 на 90° по отношению к направлению первой холодной прокатки, вторая холодная прокатка со степенью деформации 40-70%, отжиг на первичную рекристаллизацию при температурах от 700 до 980°C , затем отжиг на вторичную рекристаллизацию в атмосфере водорода с небольшим количеством H_2S при температуре 1200°C . Полученные листы имели 100% кубическую текстуру $\{100\}\langle 001\rangle$. Критический недостаток данного способа 45 заключается в том, что его конечная структура формируется в результате двух практически неуправляемых процессов - первичной и вторичной рекристаллизаций. Это не гарантирует стабильного получения магнитных свойств.

Известен способ производства листа электротехнической стали [H. Nam, I. Choi,

inventors; [(001) textured electrical steels and method for manufacturing the same]. Korean patent KR 102417226B1. 2022 July 6. Korean.] состава (мас. %): 2,0-3,5 Si; 0,03-0,1 Mn; $\leq 0,004$ S; $\leq 0,01$ C; $\leq 0,01$ N, с долей зерен с текстурой $\{100\}<001>$ более 50%. При этом угол θ между $<100>$ и направлением прокатки удовлетворяет условию $15^\circ \leq \theta \leq 26^\circ$. Листы

имеют толщину 0,3-0,7 мм при одностадийной холодной прокатке и плотность магнитного потока (B_{50}) более 1,80 Тесла. Способ включает: нагрев сляба в интервале температур 950-1250 °С; горячую прокатку; отжиг в интервале температур 800-1250 °С; холодную прокатку; рафинирующий отжиг в атмосфере водорода при

температурах 1000-1200 °С. Недостатки данного метода заключаются в том, что частичная доля зерен с кубической текстурой (более 50%) в материале не позволяет использовать сталь в качестве анизотропной. Также материал характеризуется большими углами ($15^\circ \leq \theta \leq 26^\circ$) между направлением прокатки и направлением $<100>$, что существенно снижает магнитные свойства. Еще одним недостатком способа является наличие дополнительного отжига стали при высоких температурах после горячей

прокатки, что делает его экономически затратным. Известен способ производства [Н. Mun, I. Lee, US Patent №20230035269A1. 02.02.2023] листа электротехнической стали с двойной ориентацией, следующего состава (мас. %): 1-7 Si; 0,02-0,5 Mn; 0,0005-0,005 S; $\leq 0,02$ Al; $\leq 0,004$ C, остальное железо и неизбежные примеси, в котором доля кристаллических зерен с текстурой $\{100\}<380>$ (близкой к $\{100\}<001>$), имеющих угол 15° между $<001>$ и направлением прокатки, составляет 50-75%. Способ включает: нагрев сляба в интервале температур 1100-1250 °С более 30 минут; горячую прокатку; нагрев до температур 1100-1150 °С в течении 1-2 минут; холодную прокатку; отжиг в восстанавливающей атмосфере при температурах 900-1100 °С в течении 1-2 минут; холодную прокатку; финальный отжиг при температурах 1000-1200 °С. Недостаток данного изобретения заключается в том, что в стали доля зерен с требуемой текстурой составляет 50-75% не позволяет использовать листы с целью изготовления сердечников для трансформаторов. Также недостатком способа является наличие двух дополнительных отжигов при температурах выше 1000 °С в качестве этапов производства.

Известен способ [Y. Suga, Y. Ushigami, US Patent № 5370748. 06.12.1994] производства электротехнической стали с двойной ориентацией. Способ включает: выплавку слябов с составом (мас. %): 1,8-4,8 Si; 0,008-0,048 Al; 0,0028-0,010 N; 0,0010-0,016 S, остальное железо и неизбежные примеси; отжиг сляба при 1000-1270 °С; горячую прокатку; холодную прокатку со степенью деформации 40-80%; вторую холодную прокатку по направлению перпендикулярному направлению предыдущей прокатки со степенью деформации 30-70%; обезуглероживающий отжиг при 750-950 °С; азотирование стали до 0,002-0,060 мас. % N; конечный отжиг в водородной атмосфере при 920-1100 °С. Недостаток данного способа заключается в том, что его конечная структура формируется в результате двух практически

неуправляемых процессов - первичной и вторичной рекристаллизаций. Это не гарантирует стабильного получения магнитных свойств. Также к недостатку способа следует отнести наличие азотирования.

Известен способ [М.Л. Лобанов, Г.М. Русаков, А.А. Редикульцев, А.С. Беляевских, Патент РФ № 2597446. 10.07.2016] производства листовой электротехнической анизотропной стали толщиной 0,01–0,1 мм, включающий выплавку стали с содержанием меди 0,4–0,6 мас. %, горячую прокатку, холодную прокатку в промежуточную толщину, обезуглероживающий отжиг, холодную прокатку, высокотемпературный отжиг, холодную прокатку в конечную толщину и рекристаллизационный отжиг, отличающийся

тем, что перед высокотемпературным отжигом проводят дополнительный рекристаллизационный отжиг при температуре 700–900 °С в течение от 1 до 10 мин. Недостаток способа заключается в том, что производимая сталь имеет текстуру $\{110\} \langle 001 \rangle$, то есть может использоваться только для изготовления сердечников для трансформаторов.

В качестве ближайшего аналога (прототипа) выбран способ [Е. В. Stanley US Patent № 3640780. 08.02.1972] производства листов электротехнической стали с кубической текстурой, имеющей толщину не более 0,25 мм. В качестве обрабатываемого материала используются листы электротехнической анизотропной стали с ребровой текстурой $\{110\} \langle 001 \rangle$. Способ включает холодную прокатку данных листов в перпендикулярном направлении по отношению к направлению предыдущих холодных прокаток до толщины не более 0,25 мм со степенью деформации 15–50%, затем отжиг в температурном интервале 1070–1230 °С в водородной атмосфере в течение не менее 5 часов. Недостаток данного способа заключается в том, что требуемую текстуру получают с помощью трудноуправляемого процесса вторичной рекристаллизации, что в действительности не гарантирует высоких магнитных свойств по двум взаимно перпендикулярным направлениям.

Проблема получения высоких магнитных свойств, практически равных друг другу по двум взаимно перпендикулярным направлениям, листовой электротехнической стали, решается за счет использования электротехнической стали, содержащей 0,4–0,6 мас. % Си, осуществления холодной прокатки со степенью деформации 40–80%, и температуры завершающего отжига на первичную рекристаллизацию в интервале 700–900 °С.

Поворот листа электротехнической стали с ориентировкой $\{110\} \langle 001 \rangle$ на 90 градусов, меняет ее на $\{110\} \langle 110 \rangle$ по отношению к направлению холодной прокатки. Известно [Т. Nguyen-Minh, J.J. Sidor, R.H. Petrov, and L.A.I. Kestens, Occurrence of shear bands in rotated Goss ($\{110\} \langle 110 \rangle$) orientations of metals with bcc crystal structure // Scripta Materialia. 2012. V. 67. P. 935-938.], что структура прокатанных зерен с ориентацией $\{110\} \langle 110 \rangle$ содержит полосы сдвига с положительными или отрицательными углами наклона к направлению прокатки. Методом ориентационной микроскопии установлено, что в полосах сдвига, формирующихся в ориентировке $\{110\} \langle 110 \rangle$ при холодной прокатке, содержится ориентировка близкая к $\{100\} \langle 001 \rangle$.

Показано [А. А. Redikultsev, G. M. Rusakov, M. L. Lobanov. The possibility of obtaining electrical steel with texture $\{100\} \langle 001 \rangle$ // Solid State Phenomena. 2018. V. 284. P. 483-488], что ориентировка $\{100\} \langle 001 \rangle$ с отклонением на 10–15° растет при первичной рекристаллизации из полос сдвига в зернах $\{110\} \langle 110 \rangle$. Закономерности текстурообразования в полосах сдвига исходных кристаллитов $\{110\} \langle 110 \rangle$ могут быть использованы для получения стали с текстурой $\{100\} \langle 001 \rangle$.

Известно, что наличие меди в электротехнической стали приводит к повышению температур начала как первичной, так и вторичной рекристаллизаций. Первое улучшает текстуру первичной рекристаллизации в ЭАС и, соответственно, магнитные свойства готового продукта. Второе позволяет проводить отжиг на первичную рекристаллизацию в более высокотемпературной области (без прохождения вторичной рекристаллизации) и осуществлять качественную рафинировку стали от вредных примесей. Показано, что температура отжига на первичную рекристаллизацию для ЭАС, содержащей медь, может быть повышена на 40–60 °С [А.А. Редикульцев, А.С. Юровских. Влияние меди на процессы деформации и первичной рекристаллизации монокристаллов сплава Fe - 3% Si // Известия ВУЗов. Черная металлургия. 2012. №5. С. 45-50.].

Медь в сплаве Fe-3%Si усиливает склонность материала к образованию полос сдвига при холодной деформации, соответственно, повышает долю зерен с кубической текстурой $\{100\}<001>$ при первичной рекристаллизации [М.Л. Лобанов, Г.М. Русаков, А.А. Редикульцев. Влияние содержания меди, исходной структуры и схемы обработки на магнитные свойства сверхтонкой

электротехнической анизотропной стали // Физика металлов и металловедение. 2013. Т. 14. №7. С. 609–616.].

Наши исследования показали, что степень деформации оказывает влияние на долю кубической текстуры в стали – чем выше степень приложенной деформации, тем выше доля текстуры $\{100\}<001>$ (особенно если в составе присутствует медь). При этом степень деформации должна составлять не менее 40% и не более 80%. Данный эффект обусловлен увеличением количества полос сдвига при большей деформации, то есть чем больше полос сдвига, тем больше зародышей зерен и, соответственно, выше острота и равномерность текстуры. Также при повышении степени деформации происходит как уменьшение угла наклона полос сдвига к направлению прокатки, так и некоторая переориентация кристаллической решетки внутри полос сдвига. Это приводит к тому, что исходно отклоненная на 10–15° ориентировка $\{100\}<001>$ приближается к практически идеальной. Увеличение степени деформации выше 80% приводит к рассеиванию текстуры в полосах сдвига, соответственно конечный продукт характеризуется низкими магнитными свойствами.

Возможность осуществления заявляемого изобретения показано на результатах экспериментов, приведенных ниже. Условия проведения экспериментов и их результаты представляют собой примеры, используемые для подтверждения осуществимости и результатов настоящего изобретения, при этом изобретение не ограничивается приведенными примерами.

Листы электротехнической стали (Fe-3%Si), изготовленные по нитридно-медному варианту производства с содержанием меди 0,05 и 0,56 мас. %, проходили следующие стадии обработок: 1) горячая прокатка; 2) холодная прокатка на толщину 0,75 мм; 3) обезуглероживающий отжиг; 4) холодная прокатка на толщину 0,5 мм 5) нанесение термоизоляционного покрытия MgO; 6) высокотемпературный отжиг в атмосфере водорода; 7) травление покрытия MgO; 8) нарезка листов стали с последующим поворотом на 90° относительно направления холодной прокатки; 9) холодная прокатка на толщину 0,3, 0,2 и 0,1 мм; 10) завершающий отжиг на первичную рекристаллизацию при температурах 400–1000 °С, затем происходила вырезка листов 300x300 мм для измерения магнитных свойств. Магнитная индукция образцов в поле напряженностью 800 А/м измерялась на аппарате

Эпштейна МК-4АЭ. На фиг. 1, 2 и 3 указаны магнитная индукция B_{800} в направлении прокатки (НП) и поперечном направлении (ПН), а также коэффициент анизотропии K_A , определяемый как отношение магнитной индукции, измеренной в НП, к магнитной индукции, измеренной в ПН.

Пример 1.

Листы электротехнической стали с содержанием меди 0,05 и 0,5 мас. % прокатывали со степенью деформации 60% в направлениях параллельному и перпендикулярному направлению предыдущих холодных прокаток, а затем отжигали при температуре 820 °С в течение 5 минут. Измерения магнитных свойств показали, что сталь, которая содержала медь и прокатана с поворотом листа на 90°, обладала высокой магнитной индукцией B_{800} и K_A близким к единице (Фиг. 1).

Пример 2.

Листы электротехнической стали с содержанием меди 0,5 мас. % прокатывали со степенями деформации 30, 40, 60, 80 и 90% в направлении перпендикулярному направлению предыдущих холодных прокаток, а затем отжигали при температуре 780 °С в течение 5 минут. Измерения магнитных свойств показали, что с увеличением степени обжатия происходило повышение магнитной индукции в обоих направлениях (Фиг. 2).

Пример 3

Листы электротехнической стали с содержанием меди 0,5 мас. % прокатывали со степенью обжатия 60% в направлении перпендикулярному направлению предыдущих холодных прокаток, а затем отжигали при температурах 400, 600, 700, 800, 900 и 1000 °С в течение 5 минут. Отжиг при 400 и 600 °С прошел без первичной рекристаллизации, кубическая текстура практически не образовалась, что привело к низким магнитным свойствам (Фиг. 3). Измерения магнитных свойств листов стали, прошедших отжиг при 1000 °С, показали низкие магнитные свойства ввиду того, что данная температура находилась выше температурного порога вторичной рекристаллизации, которая привела к рассеянной текстуре в стали. Лучшие значения магнитных свойств наблюдали после отжига при температурах 700, 800 и 900 °С (Фиг. 3).

Техническим результатом изобретения являются высокие магнитные свойства, практически равные друг другу по двум взаимно перпендикулярным направлениям, у листовой электротехнической стали.

(57) Формула изобретения

Способ производства листов электротехнической стали с кубической текстурой {100} <001>, включающий выплавку стали, горячую прокатку, две холодные прокатки, между которыми производят обезуглероживающий отжиг, нанесение термостойкого покрытия MgO, высокотемпературный отжиг в атмосфере водорода, удаление термостойкого покрытия, холодную прокатку на конечную толщину в направлении, перпендикулярном направлению предшествующих прокаток, и завершающий отжиг, отличающийся тем, что выплавляют электротехническую сталь, содержащую 0,4–0,6 мас.% Cu, холодную прокатку на конечную толщину осуществляют со степенью деформации 40–80%, а в качестве завершающего отжига проводят отжиг на первичную рекристаллизацию при температурах 700–900 °С в течение 5 мин.

Образец	Содержание Cu, мас. %	Поворот относительно холодной прокатки	Степень деформации, %	B_{800} в НП, Тл	B_{800} в ПН, Тл	K_A
1	0,05	0°	60	1,81	1,54	1,18
2	0,5	0°	60	1,89	1,65	1,15
3	0,05	90°	60	1,79	1,76	1,02
4*	0,5	90°	60	1,88	1,87	1,01

ФИГ. 1

Образец	Содержание Cu, мас. %	Поворот относительно холодной прокатки	Степень деформации, %	B_{800} в НП, Тл	B_{800} в ПН, Тл	K_A
5	0,5	90°	30	1,82	1,80	1,01
6	0,5	90°	40	1,86	1,84	1,01
7*	0,5	90°	60	1,88	1,87	1,01
8	0,5	90°	80	1,89	1,89	1,00
9	0,5	90°	90	1,68	1,64	1,02

ФИГ. 2

Образец	Содержание Cu, мас. %	Степень деформации, %	Поворот относительно холодной прокатки	$T_{отж}$, °C	B_{800} в НП, Тл	B_{800} в ПН, Тл	K_A
8	0,5	60	90°	400	1,53	1,48	1,03
9	0,5	60	90°	600	1,55	1,45	1,07
10*	0,5	60	90°	700	1,87	1,86	1,01
11*	0,5	60	90°	800	1,88	1,87	1,01
12*	0,5	60	90°	900	1,88	1,86	1,01
13	0,5	60	90°	1000	1,81	1,78	1,02

ФИГ. 3