

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 643 750**

51 Int. Cl.:

**C21D 9/46** (2006.01)

**C22C 38/00** (2006.01)

**C22C 38/04** (2006.01)

**C22C 38/60** (2006.01)

**H01F 1/16** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.12.2004 PCT/JP2004/018431**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.06.2005 WO05054523**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.12.2004 E 04801652 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.08.2017 EP 1698706**

54 Título: **Procedimiento para el recocido de una lámina de acero eléctrico de grano orientado**

30 Prioridad:

**03.12.2003 JP 2003404520**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**24.11.2017**

73 Titular/es:

**JFE STEEL CORPORATION (100.0%)  
2-3, Uchisaiwai-cho 2-chome Chiyoda-ku  
Tokyo, 100-0011**

72 Inventor/es:

**OMURA, TAKESHI;  
SASHI, KAZUMICHI,;  
HAYAKAWA, YASUYUKI,;  
KAWANO, MASAKI, y  
YOSHIKAWA, SHINICHI,**

74 Agente/Representante:

**MILTENYI, Peter**

ES 2 643 750 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para el recocido de una lámina de acero eléctrico de grano orientado

5 Descripción

Campo técnico

10 La presente invención se refiere a un separador de recocido que impide la adherencia entre láminas de acero eléctrico de grano orientado en recocido y a un procedimiento de recocido utilizando el separador de recocido anterior.

15 Además, la presente invención se refiere también a un procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado utilizando el separador de recocido anterior. Incidentalmente, como tipos de láminas de acero eléctrico de grano orientado, existe una lámina de acero que tiene un revestimiento de forsterita (es decir, un revestimiento a base de forsterita) y una lámina de acero que no tiene revestimiento de forsterita, y se presentan procedimientos de fabricación de las respectivas láminas de acero.

20 Técnica anterior

Una lámina de acero eléctrico es un material que se ha utilizado ampliamente como material de núcleo de hierro para transformadores y máquinas rotativas. En particular, una lámina de acero eléctrico de grano orientado es una lámina de acero que consigue una pérdida de hierro significativamente superior mediante el crecimiento de granos de cristal muy preferiblemente en una orientación  $\{110\}\langle 001\rangle$ , que se denomina orientación de Goss. Entre las propiedades requeridas para una lámina de acero eléctrico, en particular, las propiedades de pérdida de hierro se consideran propiedades importantes, ya que están relacionadas directamente con la pérdida de energía de un producto.

25 Además, en una lámina de acero eléctrico, la punzonabilidad y la trabajabilidad a flexión son también propiedades importantes. Es decir, cuando se forman núcleos de hierro de transformadores y máquinas rotativas, se forma una lámina de acero eléctrica en una forma predeterminada a través de diversos procesos tales como punzonado, cizallamiento y doblado. Además, cuando se pasa una tira de acero a través de una línea de procesamiento en la que se realizan los diversos procedimientos anteriores, una lámina de acero puede deformarse o similar en algunos casos. Por lo tanto, las propiedades descritas anteriormente son importantes.

30 En general, una lámina de acero eléctrico de grano orientado se fabrica mediante un procedimiento descrito en el párrafo [0005] de la publicación de solicitud de patente japonesa no examinada N° 2003-41323 y similares. Es decir, una lámina de acero obtenida por laminado se procesa mediante recocido de recristalización, y luego se lleva a cabo un único recocido por lotes denominado recocido final. Mediante este recocido por lotes, se favorece la recristalización secundaria y, en consecuencia, los granos de cristal en la orientación de Goss crecen muy preferencialmente.

35 También, una lámina de acero que se enrolla en forma de bobina se calienta en un recocido por lotes y, en general, se realiza necesariamente un recocido final a alta temperatura para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado; por lo tanto, se produce una adherencia entre las partes de la lámina de acero que se enrolla en forma de bobina. Con el fin de evitar esta adherencia, se ha utilizado ampliamente una técnica en la que se aplica un separador de recocido compuesto principalmente de MgO para formar un revestimiento de forsterita en el recocido. Se cree que el recubrimiento de forsterita se forma por reacción entre MgO contenido en un separador de recocido y SiO<sub>2</sub> contenido en óxidos formados sobre una superficie de la lámina de acero (sin embargo, en el revestimiento también está contenido Fe).

40 Este revestimiento de forsterita presenta unas superiores propiedades de separación de recocido y presenta diversas características ventajosas para las propiedades de una lámina de acero eléctrico de grano orientado. Por ejemplo, sobre el recubrimiento de forsterita puede formarse un recubrimiento duro (recubrimiento elástico) con una adherencia superior y, aplicando una tensión a una lámina de acero, puede reducirse la pérdida de hierro.

45 Por otra parte, dado que el recubrimiento de forsterita es un recubrimiento de vidrio duro, una lámina de acero eléctrico de grano orientado que tiene un recubrimiento de forsterita es inferior tanto en punzonabilidad como en trabajabilidad a flexión. Es decir, ha habido problemas de que un molde de punzonado se desgasta en un menor tiempo y de que se forman rebabas sobre una superficie cizallada de una lámina de acero. Además, puesto que en el proceso de plegado puede producirse desprendimiento, se requiere una resistencia al desprendimiento superior en el doblado que evite el desprendimiento incluso cuando se realiza un proceso de doblado o similar después del recocido de alivio de tensiones.

Con el fin de resolver los problemas descritos anteriormente, se ha propuesto, por ejemplo, lo siguiente:

(1) como procedimiento para obtener una lámina de acero eléctrico de grano orientado que tiene una trabajabilidad superior (en la que la trabajabilidad se considera importante), un procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado sin formar un propio recubrimiento de forsterita que sea desventajoso para la trabajabilidad; y

(2) considerando la importancia de bajas pérdidas de hierro o similares, un procedimiento para formar un revestimiento de forsterita que tiene una resistencia superior al desprendimiento por doblado que evita el desprendimiento incluso cuando se realiza un proceso de doblado o similar después del recocido de alivio de tensiones.

Como procedimiento (1), se ha intentado un procedimiento para cambiar un componente de un separador de recocido, es decir, se ha intentado un procedimiento en el que un separador de recocido que no contiene MgO que reacciona con SiO<sub>2</sub>, presente en una superficie de una lámina de acero, se aplica después del recocido de recristalización, seguido de un recocido final.

Como separadores de recocido compuestos principalmente de un material distinto de MgO, se conoce un separador de recocido compuesto principalmente de alúmina (polvo) descrito en las publicaciones de solicitud de patente japonesa no examinada n° 6-136448, 7-118750 y 5-156362 y un separador de recocido compuesto principalmente de alúmina y/o sílice descrito en las publicaciones de solicitud de patente japonesa no examinada n° 11-61261 y 8-134542. Estos separadores de recocido pueden pulverizarse electrostáticamente sobre una lámina de acero o pueden formarse en un lodo o una suspensión utilizando un alcohol o similar, seguido de la aplicación a una lámina de acero. Sin embargo, puesto que presentan unas pobres propiedades de adherencia a una lámina de acero, los separadores de recocido anteriores son susceptibles de desprenderse mientras avanzan en una línea de producción después de la aplicación del separador de recocido. Como resultado, por ejemplo, ha habido problemas en que 1) el control de la cantidad de aplicación es difícil, 2) el rendimiento del separador de recocido es bajo, y 3) se genera polvo y puede producirse así contaminación de una línea de producción.

Como separador de recocido que tiene unas superiores propiedades de adherencia a una lámina de acero, se ha descrito un separador de recocido compuesto principalmente de agregados de alúmina coloidal en forma de plumas en la publicación de la solicitud de patente japonesa no examinada n° 10-121142. Sin embargo, ha habido un problema en que este separador de recocido no se aplica fácilmente de manera uniforme a una lámina de acero. Además, puesto que este separador de recocido debe eliminarse por decapado o lavado alcalino antes de que se forme adicionalmente un revestimiento aislante, no es conveniente desde un punto de vista del proceso de producción.

Por consiguiente, hasta ahora, como procedimiento más práctico, se ha llevado a cabo un procedimiento costoso y que lleva tiempo en el que después de que se ha formado una vez, se retira un revestimiento de forsterita por decapado, pulido químico, pulido electrolítico o similar.

Además, se ha realizado un intento en el que se fabrica una lámina de acero eléctrico de grano orientado que tiene una manejabilidad superior sin utilizar un separador de recocido. Por ejemplo, en la misma publicación de solicitud de patente japonesa no examinada n° 2000-129356, se ha propuesto una técnica en la que, para los granos de cristal en la orientación de Goss, se realiza una recristalización secundaria en un sistema de composición que no contiene elementos formadores de inhibidores, y se ha descrito también que, a través de este procedimiento, se reduce una temperatura de recocido final y que no se requiere un separador de recocido. Sin embargo, a pesar de que la temperatura es baja para el recocido final, no puede evitarse la adherencia entre láminas de acero totalmente a tal temperatura y, en vista de una producción estable, ha habido problemas.

Por otra parte, como procedimiento (2), se ha descrito una técnica en la publicación de solicitud de patente japonesa no examinada n° 2003-41323, en la que, después del recocido de recristalización, pueden obtenerse simultáneamente propiedades magnéticas y propiedades de recubrimiento realizando un recocido por lotes dos veces con un recocido continuo realizado entre ellos. Es decir, de acuerdo con una técnica convencional, el progreso de la recristalización secundaria y la formación de un recubrimiento de forsterita se realizan ambos en el recocido final. Sin embargo, puesto que las condiciones óptimas de recocido para los respectivos fines no coinciden entre sí, cuando se intenta mejorar las propiedades magnéticas, se degradan las propiedades de recubrimiento y, por otra parte, cuando se intenta mejorar las propiedades de revestimiento, se degradan las propiedades magnéticas. Al contrario de la técnica anterior, la técnica descrita en la publicación de la solicitud de patente japonesa examinada n° 2003-41323 es obtener la función de recocido final realizando un recocido por lotes dos veces para favorecer la recristalización secundaria mediante un primer recocido por lotes y formar así un recubrimiento de forsterita mediante un segundo recocido por lotes.

En el boletín anterior, se describe que, si puede producirse adherencia entre láminas de acero en el primer recocido por lotes, puede aplicarse un separador de recocido. Sin embargo, si se utiliza un separador de recocido compuesto principalmente de MgO en el primer recocido por lotes después del recocido de recristalización, la formación de un recubrimiento de forsterita en el segundo recocido por lotes se ve influido negativamente y, como resultado, es muy difícil obtener unas superiores propiedades de revestimiento. Además, de acuerdo con el procedimiento descrito en la publicación de la solicitud de patente japonesa no examinada n° 2003-41323, aunque la descarburación se realiza preferiblemente después del primer recocido por lotes, un revestimiento, tal como un revestimiento de forsterita, interfiere desventajosamente en la descarburación.

Por otra parte, cuando se intenta realizar el recocido del primer lote sin utilizar un separador de recocido compuesto principalmente por MgO, pueden surgir diversos problemas similares a los del apartado (1) anterior.

En EP 1 279 747 A2 se describe un procedimiento para fabricar láminas de acero de silicio de grano orientado, que no tienen una capa inferior realizada principalmente de forsterita, y que presenta una suficiente densidad de flujo y una baja pérdida de hierro. De acuerdo con este procedimiento, se describe una lámina de acero fabricada por fundición continua con una composición que contiene C: 0,030%, Si: 3,3%, Mn: 0,05%, Sb: 0,02%, y el resto consistente en Fe e impurezas inevitables, en el que el contenido de sol. Al, N y cada uno de los demás componentes se redujo para que no fuera superior a 40 ppm, 20 ppm y 50 ppm. Después de calentar la placa a 1100 °C durante 30 minutos, la placa se sometió a laminado en caliente, después a recocido, y después a laminado en frío a 250°C para obtener una placa laminada con un grosor final de 0,50 mm. Posteriormente, la lámina laminada en frío se sometió a un recocido de recristalización principal en remojo a 900°C durante 30 segundos en una atmósfera mixta que contenía un 75% en volumen de nitrógeno y un 25% en volumen de hidrógeno y tenía un punto de rocío de 30° C. El recocido de acabado final se llevó a cabo calentando la lámina de acero a 100 °C a una velocidad de 50°C/h en una atmósfera de nitrógeno con un punto de rocío de - 20 °C mientras se aplica sílice coloidal como un separador de recocido. Después del recocido de acabado, una solución de revestimiento preparada como una mezcla de bicromato de aluminio, resina de emulsión y etilenglicol se recubrió sobre la lámina de acero y se coció a 300°C para obtener la lámina de producto.

#### Descripción de la invención

[Problemas a resolver por la invención]

La presente invención se realizó para resolver los problemas anteriores y propone un separador de recocido que no contiene MgO, que presenta unas superiores propiedades de aplicación a una lámina de acero y una superior adherencia a la misma después de la aplicación y que puede fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado sin generar un problema de polvo y contaminación de la línea provocado por el mismo y, además, la presente invención también propone un procedimiento de recocido utilizando el separador de recocido anterior.

Además, se describe un procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado, que se utiliza adecuadamente como material de núcleo de hierro de transformadores y máquinas giratorias, utilizando el separador de recocido anterior. En particular, se describe también un procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado que tiene un recubrimiento de forsterita con superiores propiedades de recubrimiento y una lámina de acero eléctrico de grano orientado que tiene una superior trabajabilidad sin ningún revestimiento de forsterita.

[Medios para resolver los problemas]

Las realizaciones de la presente invención se clasifican en (1) un procedimiento de recocido de una lámina de acero eléctrico de grano orientado, y (2) uso (de un líquido) para un separador de recocido. Como (3) un procedimiento para fabricar un acero eléctrico de grano orientado que tiene un recubrimiento de forsterita, y (4) un procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado que no tiene revestimiento de forsterita.

#### (1) Procedimiento de recocido de una lámina de acero

La presente invención presenta un procedimiento de recocido de una lámina de acero eléctrico de grano orientado, que comprende las etapas de aplicar un separador de recocido a una lámina de acero y recocer la lámina de acero revestida con el separador de recocido. En el procedimiento descrito anteriormente, el separador de recocido comprende un compuesto de Al en forma de solución o solución coloidal y un compuesto estable a alta temperatura y tiene una viscosidad de 25 mPa·s o menos.

Después de la aplicación del separador de recocido, se realiza preferiblemente un tratamiento de cocción para realiza la cocción del separador de recocido.

En este procedimiento, el compuesto estable a alta temperatura indica un compuesto que no reacciona o es poco probable que reaccione con una superficie de lámina de acero, un óxido sobre la misma o similar cuando se realiza un recocido objetivo y también indica un compuesto que no reacciona o es poco probable que reaccione por sí mismo. En particular, por ejemplo, puede mencionarse por lo menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en un compuesto de Si, un compuesto de Sr, un compuesto de Ca, un compuesto de Zr, un compuesto de Ti y un compuesto de Ba. Además, aunque el propio MgO es estable a alta temperatura, reacciona con un óxido sobre una superficie de la lámina de acero; por lo tanto, el MgO no se considera como el "compuesto estable a alta temperatura".

Además, puesto que se encuentra en forma de solución o solución coloidal, el compuesto de Al es un material que tiene una parte estructural (grupo funcional o similar) con una afinidad para un líquido (de aquí en adelante denominado colectivamente un "disolvente" por conveniencia) formando solución o solución coloidal. Por lo tanto, el compuesto de Al es un material que es químicamente diferente de las partículas de alúmina utilizadas para un lodo o suspensión general. Además, es evidente que la forma del compuesto de Al es diferente de la forma de un lodo o suspensión.

Preferiblemente se utiliza agua como disolvente de base. Además, el compuesto de Al es preferiblemente por lo menos uno de un compuesto de Al que tiene un grupo hidroxilo y un grupo de ácido orgánico y un producto deshidratado (incluyendo un producto parcialmente deshidratado) de un compuesto de Al que tiene un grupo hidroxilo y un grupo de ácido orgánico. Más preferiblemente, el compuesto de Al es por lo menos uno de un acetato de Al básico, un formiato de Al básico, un cloruro de Al básico, un nitrato de Al básico, un oxalato de Al básico, un sulfamato de Al básico, un lactato de Al básico y un citrato de Al básico o una mezcla que contiene dos o más de los compuestos anteriores.

Además, el separador de recocido puede contener el compuesto estable a alta temperatura anterior en forma de solución o solución coloidal.

Además, el contenido del compuesto de Al es preferiblemente entre un 40 y en 95 por ciento en masa en términos de una relación de componentes sólidos representada por la siguiente ecuación (1).

Relación de componentes sólidos de compuesto de Al = (componente sólido del compuesto de Al) / {(componente sólido del compuesto de Al) + (componente sólido del compuesto estable a alta temperatura (suma))} .... ecuación (1)

En la ecuación anterior, el componente sólido del compuesto de Al se calcula en base a la forma de  $Al_2O_3$ , y el componente sólido del compuesto estable a alta temperatura se calcula en base a la forma de un compuesto principal que se forma cuando se realiza la cocción del separador de recocido después de su aplicación.

La presente invención presenta preferiblemente un procedimiento de recocido de una lámina de acero eléctrico de grano orientado, que comprende las etapas de aplicar un separador de recocido a una lámina de acero y recocer la lámina de acero revestida con el separador de recocido, en el que el separador de recocido comprende un compuesto de Al en forma de solución o solución coloidal y, además, comprende por lo menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en un compuesto de Si, un compuesto de Sr, un compuesto de Ca, un compuesto de Zr, un compuesto de Ti, y un compuesto de Ba, el contenido del compuesto de Al es entre un 40 y un 95 por ciento en masa en términos de una relación de componentes sólidos representada por la siguiente ecuación (2), y la viscosidad del separador de recocido es de 25 mPa·s o menos.

Relación de componentes sólidos de compuesto de Al = (componente sólido del compuesto de Al) / {(componente sólido del compuesto de Al) + (componente sólido de dicho por lo menos un compuesto (suma))} .... ecuación (2)

En la ecuación anterior, los componentes sólidos de los compuestos se calculan en base a las siguientes formas respectivas:

el compuesto de Al .....  $Al_2O_3$ , el compuesto de Si .....  $SiO_2$ ,  
 el compuesto de Sr .....  $SrO$ , el compuesto de Ca .....  $CaO$ ,  
 el compuesto de Zr .....  $ZrO_2$ , el compuesto de Ti .....  $TiO_2$ , y  
 el compuesto de Ba .....  $BaO$ .

En el procedimiento anterior, el separador de recocido puede contener por lo menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en el compuesto de Si, el compuesto de Sr, el compuesto de Ca, el compuesto de Zr, el compuesto de Ti y el compuesto de Ba en forma de solución o solución coloidal.

Como realización particularmente preferible de la presente invención, se dispone un procedimiento de recocido de una lámina de acero eléctrico de grano orientado, que comprende las etapas de aplicar un separador de recocido a una lámina de acero y recocer la lámina de acero revestida con el separador de recocido, y en el procedimiento descrito anteriormente, el separador de recocido comprende un compuesto de Al y un compuesto de Si como componente principal, la relación entre el compuesto de Al y el compuesto de Si calculado en base a  $Al_2O_3/(Al_2O_3+SiO_2)$  es entre un 40 y un 95 por ciento en masa, la viscosidad del separador de recocido es de 25 mPa·s o menos, y el separador de recocido es en forma de solución o solución coloidal.

En la realización anterior de la presente invención, el separador de recocido puede comprender adicionalmente S o un compuesto que contenga S a una proporción de componentes sólidos de un 25 por ciento en masa o menos que se obtiene cuando se realiza la cocción del separador de recocido después de su aplicación. El anterior "S o un compuesto que contiene S" es preferiblemente por lo menos uno seleccionado del grupo que consiste en sulfato de Sr, sulfato de Mg y sulfuro de Mg.

(2) Uso (de un líquido) para un separador de recocido

La presente invención presenta un uso de un líquido que comprende un compuesto de Al en forma de solución o solución coloidal y, además, comprende por lo menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en un compuesto de Si, un compuesto de Sr, un compuesto de Ca, un compuesto de Zr, un compuesto de Ti y un compuesto de Ba para un separador de recocido. En el líquido anterior, el contenido del compuesto de Al es entre un 40 y un 95 por ciento en masa en términos de una relación de componentes sólidos representada por la ecuación (2) anterior, y el líquido tiene una viscosidad de 25 mPa·s o menos.

El líquido anterior utilizado como separador de recocido puede comprender por lo menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en el compuesto de Si, el compuesto de Sr, el compuesto de Ca, el compuesto de Zr, el compuesto de Ti y el compuesto de Ba en forma de solución o solución coloidal.

Además, la presente invención presenta un uso de un líquido que comprende un compuesto de Al y un compuesto de Si como componente principal, siendo la relación entre el compuesto de Al y el compuesto de Si calculado en base a  $Al_2O_3/(Al_2O_3+SiO_2)$  entre un 40 y un 95% en masa para un separador de recocido. El líquido tiene una viscosidad de 25 mPa·s o menos y es en forma de solución o solución coloidal.

Además, es evidente que también puede aplicarse a la realización (2) de la presente invención un separador de recocido preferible utilizado en el procedimiento de recocido de una lámina de acero descrito en el apartado (1) anterior.

(3) Procedimiento para la fabricación de una lámina de acero eléctrico de grano orientado que tiene revestimiento de forsterita

El procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado comprende una etapa formar una lámina de acero que presenta un grosor de lámina final laminando una placa (que incluye una placa delgada y similares y, en lo sucesivo, la placa tiene el mismo significado) formada a partir de acero fundido que contiene un 0,08 por ciento en masa o menos de C, entre un 2,0 y un 8,0 por ciento en masa de Si y entre un 0,005 y un 1,0 por ciento en masa de Mn, una etapa de realizar un recocido de recristalización de la lámina de acero, y una primera etapa de recocido por lotes en que se lleva a cabo un recocido por lotes de la lámina de acero de acuerdo con el procedimiento de recocido descrito en el apartado (1) anterior, en el que, si el separador de recocido aplicado antes del recocido en la primera etapa de recocido por lotes se denomina primer separador de recocido, el recocido de recristalización se realiza antes de la aplicación del primer separador de recocido o después de su aplicación y antes del recocido por lotes, y la cantidad del primer separador de recocido aplicado a la lámina de acero se ajusta entre 0,005 y 5 g/m<sup>2</sup> por una superficie.

Posteriormente, se lleva a cabo una etapa de realizar un recocido continuo de la lámina de acero, y una segunda etapa de recocido por lotes de realizar un recocido por lotes después de la aplicación de un segundo separador de recocido que contiene MgO a la lámina de acero.

Esta lámina de acero eléctrico de grano orientado presenta superiores propiedades magnéticas y superiores propiedades de recubrimiento de un revestimiento de forsterita.

(4) Procedimiento para la fabricación de láminas de acero eléctrico de grano orientado que no tienen revestimiento de forsterita

El procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado comprende una etapa de formación de una lámina de acero que tiene un grosor de lámina final laminando una palca formada a partir de acero fundido que contiene un 0,08 por ciento en masa o menos de C, entre un 2,0 y un 8,0 por ciento en masa de Si, y entre un 0,005 y un 1,0 por ciento en masa de Mn, una etapa de realizar el recocido de recristalización de la lámina de acero

y una etapa de recocido final en la que se lleva a cabo un recocido por lotes de la lámina de acero de acuerdo con el procedimiento de recocido descrito en el apartado (1) anterior. En el procedimiento descrito anteriormente, el recocido de recristalización se realiza antes de la aplicación del separador de recocido en el recocido final o se realiza después de la aplicación del separador de recocido descrito anteriormente en el apartado (1) y antes del recocido por lotes, y la cantidad del separador de recocido aplicado a la lámina de acero se ajusta entre 0,005 y 5 g/m<sup>2</sup> por una superficie.

Esta lámina de acero eléctrico de grano orientado tiene superiores propiedades magnéticas y trabajabilidad.

Los procedimientos descritos en los apartados anteriores (3) y (4) pueden aplicarse a una lámina de acero eléctrico de grano orientado que no utiliza elementos formadores de inhibidores. En este caso, la placa descrita anteriormente es preferiblemente una placa formada a partir de acero fundido que tiene una composición en la que el contenido de Al reduce a 150 ppm o menos y los contenidos de N, S y se reducen cada uno a 50 ppm o menos.

En ambos procedimientos descritos en los apartados anteriores (3) y (4), la etapa de formar una lámina de acero que tiene un grosor de lámina final laminando una placa preferiblemente comprende formar una lámina de acero laminada en caliente por laminado en caliente de la placa; realizar un recocido de lámina de acero laminado en caliente de la lámina de acero laminada en caliente siempre que sea necesario; y realizar laminado en frío una vez, o dos veces o más con un recocido intermedio realizado entre ellas, para obtener una lámina de acero que tiene un grosor de lámina final.

Como procedimiento (4) puede mencionarse un procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado, que comprende una etapa de realizar laminado en caliente de una placa formada a partir de acero fundido que contiene un 0,08 por ciento en masa o menos de C, entre un 2,0 y un 8,0 por ciento en masa de Si y entre un 0,005 y un 1,0 por ciento en masa de Mn, una etapa de realizar entonces un laminado en frío una vez, o dos veces o más con un recocido intermedio realizado entre ellas, para obtener una lámina de acero que tiene un grosor final de lámina, una etapa de realizar entonces un recocido de recristalización, y una etapa de realizar entonces un recocido final de acuerdo con el procedimiento de recocido descrito en el apartado (1) anterior, en el que la cantidad del separador de recocido aplicado a la lámina de acero antes del recocido en el recocido final se establece entre 0,005 y 5 g/m<sup>2</sup> por una superficie, o

un procedimiento para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado, que comprende una etapa de realizar un laminado en caliente de una placa formada de acero fundido que tiene una composición en la que el contenido en C es de un 0,08 por ciento en masa o menos, el contenido en Si es entre 2,0 y 8,0 por ciento en masa, el contenido en Mn es entre 0,005 y 1,0 por ciento en masa, el contenido en Al se reduce a 150 ppm o menos y los contenidos de N, S y Se se reducen cada uno a 50 ppm o menos, después una etapa de laminado en frío una vez, o dos veces o más con un recocido intermedio realizado entre ellas, para obtener una lámina de acero que tiene un grosor final de lámina, una etapa de realizar después un recocido de recristalización, y una etapa de realizar entonces un recocido final de acuerdo con el procedimiento de recocido descrito en el apartado (1) anterior, en la que la cantidad del separador de recocido aplicado a la lámina de acero antes del recocido en el recocido final se establece entre 0,005 y 5 g/m<sup>2</sup> por una superficie.

En este procedimiento, es preferible que el separador de recocido se componga de un compuesto de Al y un compuesto de Si como componente principal, que la relación entre el compuesto de Al y el compuesto de Si calculado en base a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+ SiO<sub>2</sub>) sea entre un 40 y un 95 por ciento en masa, y que el separador de recocido tenga una viscosidad de 25 mPa · s o menos y es en forma de solución o solución coloidal.

#### Mejor modo de llevar a cabo la invención

A través de una investigación intensiva llevada a cabo por los inventores de la presente invención sobre un separador de recocido que tiene superiores propiedades de aplicación y propiedades de adherencia después de la aplicación, se descubrió que, si un separador de recocido está compuesto de un compuesto de Al y un compuesto estable a alta temperatura como componente principal, y si el compuesto de Al está presente en forma de solución o solución coloidal, los problemas descritos anteriormente pueden resolverse. Además, los inventores de la presente invención también encontraron una viscosidad preferida del separador de recocido, una proporción de componente sólido preferible del compuesto de Al y una cantidad preferible del separador de recocido aplicado a una lámina de acero. A continuación, describirán unos experimentos 1 y 2 que se llevaron a cabo para realizar la presente invención.

<Experimento 1>

Se fabricó una placa de acero por fundición continua a partir de una composición de componentes que contenía un 0,020 por ciento en masa de C, un 3,30 por ciento en masa de Si, un 0,070 por ciento en masa de Mn y 400 ppm en masa de Sb y los contenidos de Al, N, S, y Se se redujeron a 38 ppm en masa, 33 ppm en masa, 18 ppm, y menos

de 10 ppm (menos que el límite analítico), respectivamente. Posteriormente, la placa de acero se procesó por laminado en frío una vez, o dos veces o más con un recocido intermedio realizado entre ellas, para obtener una lámina de acero que presenta un grosor final de lámina. A continuación, la lámina de acero laminada en frío de este modo se procesó mediante recocido de recristalización y recocido final.

En este experimento, antes del recocido final, se utilizó una solución coloidal acuosa (concentración de componente sólido: 3,0 por ciento en masa) de sol de sílice (sílice coloidal) como separador de recocido y se aplicó a superficies (dos superficies) de la lámina de acero en una cantidad entre 0,1 y 3,0 g/m<sup>2</sup> por una superficie mediante un aplicador de rodillos.

Después de la aplicación, se llevó a cabo un tratamiento de cocción a una temperatura final de la lámina de acero de 250 °C, seguido de enfriamiento espontáneo. A partir de la diferencia de peso de la lámina de acero antes de la aplicación y después del tratamiento de cocción, se estimó la cantidad del separador de recocido así adherido, y este peso se consideró como una cantidad de aplicación del separador de recocido.

En el recocido final, después de mantener una temperatura de 850 °C durante 30 horas en una atmósfera de nitrógeno, se mantuvo a continuación una temperatura de 1.000 °C durante 5 horas en una atmósfera de Ar.

Para la lámina de acero así obtenida, se analizaron tres elementos de medición, es decir, las propiedades de aplicación del separador de recocido, sus propiedades de adherencia después del secado y el efecto de separación de recocido en el recocido final.

Los detalles de los procedimientos de evaluación de rendimiento anteriores son los siguientes. Los procedimientos de evaluación en los Experimentos 2 y 3, y ejemplos que se describirán más adelante son los mismos que se describen a continuación.

· Propiedades de la aplicación

La lámina de acero revestida con el separador de recocido se evaluó mediante inspección visual.

○: La aplicación se realiza uniformemente en toda la lámina de acero.

△: La aplicación se realiza en toda la lámina de acero, pero no se realiza uniformemente.

×: La aplicación se realiza sobre una parte de la lámina de acero y no se realiza sobre el resto de la misma.

· Propiedades de adherencia después del secado

Después de realizar la cocción del separador de recocido, mientras se procesaba por cepillado durante 10 segundos, la lámina de acero se lavó con agua corriente a un caudal de aproximadamente 1,0 m/s. Posteriormente, después de eliminar el agua mediante un rodillo de timbre, se llevó a cabo un secado a 200°C durante 10 segundos. A continuación, se midió de nuevo el peso de la lámina de acero y se calculó otra vez la cantidad de aplicación del separador de recocido. La diferencia de peso del separador de recocido antes y después del lavado con agua se obtuvo y se consideró como una cantidad desprendida. En base a la cantidad pelada desprendida obtenida, la evaluación se llevó a cabo tal como sigue.

○: La cantidad desprendida es un 10% o menos de la cantidad de aplicación del separador de recocido.

△: La cantidad desprendida es más de un 10% a menos de un 80% de la cantidad de aplicación del separador de recocido.

×: La cantidad desprendida es un 80% o más de la cantidad de aplicación del separador de recocido.

· Efecto de separación de separación

Mientras se aplicaba una carga de prensado de 0,74 MPa después de la aplicación del separador, se realizó el recocido final. Posteriormente, las láminas de acero adheridas fueron separadas mediante un aparato de ensayo de tracción para medir la resistencia requerida para la separación (resistencia al desprendimiento), y a continuación se llevó a cabo la evaluación.

○: No se produce adherencia entre láminas de acero (resistencia al desprendimiento de 10 N o menos).

△: La adherencia entre láminas de acero ocurre parcialmente (resistencia al desprendimiento en el intervalo de más de 10 N a menos de 60 N).

×: Las láminas de acero están totalmente adheridas entre sí (resistencia al desprendimiento de 60 N o más).

En la Tabla 1 se muestran los resultados de las pruebas. Aunque el separador de recocido utilizado en el Experimento 1 presentaba buenas propiedades de aplicación y efecto de separación de recocido, las propiedades de adherencia a la lámina de acero eran insuficientes en todas las condiciones.

Tabla 1

Cantidad de aplicación (g/m <sup>2</sup> )	Viscosidad (mPa · s)	Propiedades de la aplicación	Propiedades de adherencia del separador de recocido	Cantidad desprendida (g/m <sup>2</sup> )	Efecto de separación de recocido	Resistencia al desprendimiento (N)
0,1	3,1	o	△	0,05	o	3
0,5	3,1	o	△	0,20	o	0
1	3,1	o	△	0,65	o	0
2	3,1	o	x	1,70	o	0
3	3,1	o	x	2,90	o	2

De acuerdo con los resultados anteriores del Experimento 1, se entendió que, aunque presentaba el efecto de separación de recocido en el recocido final, el sol de sílice tiene un problema de propiedades de adherencia a una lámina de acero como separador de recocido. Por consiguiente, con el fin de utilizar el sol de sílice como separador de recocido y con el fin de mejorar las propiedades de adherencia a una lámina de acero, se investigó la efectividad de la adición de un sol de alúmina como componente formador de película por los inventores de la presente invención.

<Experimento 2>

En el mismo proceso de fabricación que en el Experimento 1, se aplicó a unas superficies de la lámina de acero (dos superficies) antes del recocido final, un separador de recocido (concentración de componente sólido: 2,0 por ciento en masa) formado por una disolución coloidal acuosa compuesta principalmente por un sol de alúmina (alúmina coloidal) y un sol de sílice en una cantidad de aplicación de 0,5 g/m<sup>2</sup> por una superficie mediante un aplicador de rodillos. Posteriormente, se llevó a cabo la cocción a una temperatura final de la lámina de acero de 250°C, seguido por enfriamiento espontáneo. A continuación, como en el caso del experimento 1, después de mantener una temperatura de 850 °C durante 30 horas en una atmósfera de nitrógeno, se mantuvo una temperatura de 1.000 °C durante 5 horas en una atmósfera de Ar como recocido final.

Para la lámina de acero así obtenida, se analizaron tres elementos de medición, es decir, las propiedades de aplicación del separador de recocido, sus propiedades de adherencia después del secado y el efecto de separación de recocido en el recocido final mediante procedimientos similares a los del Experimento 1.

La relación del sol de alúmina respecto al sol de sílice se varió en el intervalo entre un 20 a un 100 por ciento en masa en base a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+ SiO<sub>2</sub>), y la viscosidad del separador de recocido se varió en el intervalo entre 3,5 y 100 mPa · s. En este experimento, la viscosidad del separador de recocido se varió utilizando un sol de alúmina que presentaba una viscosidad distinta. La viscosidad del sol de alúmina puede controlarse, por ejemplo, mediante la forma de las partículas de sol y su proporción de componente sólido. Por ejemplo, si el aspecto de las partículas de sol es en forma de plumas, se obtiene una alta viscosidad, y si el aspecto es similar a una esfera (o en forma de partícula) o un óvalo (o en forma de barra), se obtiene una baja viscosidad.

En la Tabla 2, se muestran los resultados experimentales que se obtuvieron cuando se varió la relación del sol de alúmina con el sol de sílice. Si la relación del sol de alúmina era baja, las propiedades de adherencia del separador de recocido eran insuficientes. Por otra parte, si la proporción del sol de alúmina era excesiva, puesto que una función de formación de película se potenciaba excesivamente, la aplicación uniforme a una lámina de acero se hizo difícil y, como resultado, se produjeron defectos de apariencia de los productos. También, el efecto de separación de recocido fue superior en todas las condiciones.

Además, en la Tabla 3 se muestran los resultados experimentales que se obtuvieron cuando se varió la viscosidad del separador de recocido. Cuando se aumentó la viscosidad, las propiedades de aplicación a una lámina de acero se degradaron seriamente y, como resultado, se generó una parte aplicada con el separador de recocido y una parte no aplicada con el mismo. En la parte no aplicada con el separador de recocido, se produjo adherencia entre láminas de acero; por lo tanto, se entendió que para asegurar unas superiores propiedades de aplicación y para obtener el efecto de separación de recocido, es necesario controlar la viscosidad.

Tabla 2

Relación Alúmina sol-sílice sol $Al_2O_3/(Al_2O_3+SiO_2)$ :% en masa	Viscosidad (mPa · s)	Propiedades de la aplicación	Propiedades de adherencia del separador de recocido	Cantidad eliminada ( $g/m^2$ )	Efecto de separación de recocido	Resistencia al desprendimiento (N)
10	3,5	o	△	0,2	o	0
20	3,5	o	△	0,1	o	0
40	3,5	o	o	0,05	o	0
50	3,5	o	o	0	o	0
75	3,5	o	o	0	o	0
90	3,5	o	o	0	o	0
100	3,5	△	o	0	o	0

Tabla 3

Relación Alúmina sol-sílice sol $Al_2O_3/(Al_2O_3+SiO_2)$ :% en masa	Viscosidad (mPa · s)	Propiedades de la aplicación	Propiedades de adherencia del separador de recocido	Cantidad desprendida ( $g/m^2$ )	Efecto de separación de recocido	Resistencia al desprendimiento (N)
60	3,5	o	o	0	o	0
60	10	o	o	0	o	0
60	25	o	o	0	o	10
60	50	x	o	0	△	28
60	100	x	o	0	△	45

5 <Experimento 3>

A continuación, en el mismo proceso de fabricación que en el Experimento 1, se aplicó a unas superficies de la lámina de acero (dos superficies) antes del recocido final, un separador de recocido (concentración de componente sólido: 2,5 por ciento en masa) formado por una solución acuosa coloidal compuesta principalmente de un sol de alúmina y se aplicó un sol de sílice en una cantidad en el intervalo entre 0,001 y 6  $g/m^2$  por una superficie. La viscosidad del separador de recocido se ajustó a 2,5 mPa.s y la relación entre el sol de alúmina y al sol de sílice se estableció en un 75 por ciento en masa en base a  $Al_2O_3/(Al_2O_3+SiO_2)$ .

15 Posteriormente, se llevó a cabo la cocción a temperatura final de la lámina de acero de 250°C, seguido por enfriamiento espontáneo. A continuación, como en el caso del Experimento 1, después de mantener una temperatura de 850 °C durante 30 horas en una atmósfera de nitrógeno, se mantuvo una temperatura de 1.000 °C durante 5 horas en una atmósfera de Ar para el recocido final.

20 Para la lámina de acero así obtenida, se ensayaron tres elementos de medición, es decir, las propiedades de aplicación del separador de recocido, sus propiedades de adherencia después del secado, y el efecto de separación de recocido en el recocido final por procedimientos similares a los del Experimento 1.

25 En la Tabla 4 se muestran los resultados experimentales que se obtuvieron cuando se varió la cantidad de aplicación. Si la cantidad de aplicación era excesivamente pequeña, el efecto de separación de recocido era insuficiente, y se produjo adherencia entre láminas de acero. Por otra parte, si se aumentaba la cantidad de aplicación, se degradaban las propiedades de adherencia del separador de recocido a una lámina de acero. Por consiguiente, con el fin de asegurar unas superiores propiedades de adherencia a una lámina de acero y para obtener el efecto de separación de recocido, se controla preferiblemente la cantidad de aplicación del separador de recocido.

Tabla 4

Relación Alúmina sol-sílice $\text{Al}_2\text{O}_3/(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2)$ :% en masa	Viscosidad (mPa · s)	Cantidad de aplicación ( $\text{g}/\text{m}^2$ )	Propiedades de la aplicación	Propiedades de adherencia del separador de recocido	Cantidad desprendida ( $\text{g}/\text{m}^2$ )	Efecto de separación de recocido	Resistencia al desprendimiento (N)
75	2,5	0,001	○	○	0	×	100
75	2,5	0,005	○	○	0	○	10
75	2,5	0,05	○	○	0	○	0
75	2,5	0,5	○	○	0	○	0
75	2,5	1	○	○	0	○	0
75	2,5	2	○	○	0	○	0
75	2,5	3	○	○	0	○	0
75	2,5	6	○	△	1,2	○	0

De acuerdo con los resultados experimentales descritos anteriormente, se descubrió primero que pueden obtenerse superiores propiedades de aplicación y superiores propiedades de adherencia después de la aplicación si se utiliza un compuesto, tal como sílice, que tiene superior una estabilidad en recocido a alta temperatura y un compuesto de Al en forma de solución o solución coloidal utilizado como componente formador de película como componente principal del separador de recocido y, además, si se controla la relación de componentes sólidos del compuesto de Al y la viscosidad. Como resultado, se realizó finalmente la presente invención.

A continuación, se describirá en detalle un separador de recocido y un procedimiento de recocido de una lámina de acero eléctrico de grano orientado de acuerdo con la presente invención.

En primer lugar, se describirán las razones para la restricción del separador de recocido. La restricción se determina generalmente en el momento en que el separador de recocido se aplica a una lámina de acero.

Como componente principal del separador de recocido, se utiliza un compuesto de Al en forma de solución o solución coloidal y un compuesto estable a alta temperatura, es decir, como compuesto estable se utiliza por lo menos un compuesto conocido distinto de MgO que tenga una superior estabilidad a alta temperatura y que no reaccione o sea poco probable que reaccione en recocido por lotes. Además, el compuesto estable a alta temperatura puede ser en forma de solución o solución coloidal tal como es el compuesto de Al. Es decir, el separador de recocido puede ser en forma de solución o solución coloidal.

En este caso, la forma de una solución significa el estado en el que el compuesto se disuelve en un medio tal como agua o un disolvente orgánico. Además, la forma de una solución coloidal significa el estado en el que las partículas del compuesto anterior que tienen un tamaño de aproximadamente 100 nm o menos se dispersan de manera estable en el medio anterior con la ayuda de partes estructurales de grupos funcionales o similares, cuyas partes tienen afinidad por el medio. En ambos casos, el líquido utilizado como medio se denomina colectivamente disolvente. Puesto que la solución coloidal no parece una suspensión y es transparente, es similar a una solución; sin embargo, si hay presentes partículas coloidales, su presencia puede confirmarse mediante la medición de la dispersión de la luz.

Además, el componente principal indica un componente de composición distinto de un agente auxiliar y un aditivo que se describirá más adelante. Por lo tanto, el componente principal ocupa aproximadamente un 65 por ciento en masa o más de todo el componente separador de recocido (es decir, un material que forma un soluto o coloide) después del secado y preferiblemente ocupa un 75 por ciento en masa o más.

El líquido utilizado como disolvente no está particularmente limitado, y puede utilizarse agua o un disolvente orgánico. Como disolvente orgánico, aunque generalmente puede utilizarse metanol, isopropanol, etilenglicol o similares, el disolvente orgánico no está limitado a éstos. Preferiblemente se utiliza agua como disolvente debido al coste, a la amplia selectividad del compuesto, y similares. En este caso, con el fin de ajustar propiedades del líquido o similares, puede mezclarse aproximadamente un 50 por ciento en masa o menos de un disolvente orgánico con agua. En lo sucesivo, un separador de recocido que contiene agua como disolvente principal se denomina separador de recocido acuoso.

Dado que el compuesto de Al y el compuesto estable a alta temperatura apenas reaccionan con hierro base a diferencia del MgO que se utiliza para un separador de recocido convencional, no se forma un revestimiento que degrada gravemente las propiedades de punzonado tal como un recubrimiento de forsterita. Como resultado, en el

caso en el que se suministra una lámina de acero eléctrico de grano orientado que tiene capacidad de perforación superior, el separador de recocido descrito anteriormente es muy eficaz.

5 La razón por la cual se utilizan por lo menos dos tipos de compuestos como componente principal del separador de recocido es obtener un efecto de separación de recocido significativo a través del compuesto estable a alta temperatura y también para obtener un superior efecto formador de película a través del compuesto de Al en forma de solución o solución coloidal. Si se utilizan estos dos compuestos en combinación, puede obtenerse primero un separador de recocido para láminas de acero que presente superiores propiedades de aplicación y propiedades de adherencia a una lámina de acero después de la aplicación y, en particular, pueden satisfacerse las propiedades  
10 requeridas para un separador de recocido para láminas de acero eléctrico de grano orientado.

Con el fin de asegurar la función de formación de película, el compuesto de Al se limita a un compuesto que forma coloide en un disolvente tal como agua. Es decir, si el compuesto de Al no se encuentra en estado coloidal, no puede obtenerse el efecto formador de película y, en consecuencia, no pueden obtenerse las propiedades de adherencia. Por ejemplo, si se aplica alúmina en forma de lodo o suspensión, la película no se forma. El diámetro de partícula del coloide del compuesto de Al se ajusta preferiblemente a aproximadamente 50 nm o menos. En cuanto al límite inferior, no hay un límite de diámetro de partícula preferible, e incluso cerca del límite analítico puede obtenerse un efecto suficiente.

20 En el caso de un separador de recocido acuoso, el compuesto de Al es preferiblemente un compuesto de aluminio que tiene un grupo hidroxilo y un grupo ácido orgánico y/o un producto deshidratado (puede incluir un producto parcialmente deshidratado y, en lo sucesivo, el producto deshidratado es el mismo que el que se ha descrito anteriormente) del compuesto de Al anterior. Más preferiblemente, el compuesto de Al es Al, un compuesto de aluminio que tiene un grupo hidroxilo y un grupo ácido orgánico y/o un producto deshidratado del mismo. En particular, por ejemplo, puede mencionarse por lo menos uno de un acetato de Al básico, un formiato de Al básico, un cloruro de Al básico, un nitrato de Al básico, un oxalato de Al básico, un sulfamato de Al básico, un lactato de Al básico y un citrato de Al básico o una mezcla que contenga por lo menos dos de los compuestos anteriores.

30 Entre los mencionados anteriormente, el acetato de aluminio básico tiene una fórmula molecular representada por  $Al_x(OH)_y(CH_3COO)_z$ , (x, y, z son 1 o más) y, en particular,  $Al_2(OH)_5(CH_3COO)$  es preferible. Este compuesto puede estar presente en forma de moléculas disueltas en un disolvente a partículas coloidales de aproximadamente varios nanómetros y puede utilizarse preferiblemente como materia prima de recubrimiento. De acuerdo con un análisis térmico, se observa un gran pico debido a la reacción de deshidratación entre 200 y 230 °C, y se forma una estructura de red entre moléculas a través de la condensación de deshidratación por calentamiento, formando así una película. El acetato de aluminio básico o similar puede ser parcial o totalmente deshidratado.

35 En caso de que se utilice un disolvente orgánico como disolvente, como compuesto de Al preferible, también puede utilizarse un material similar al utilizado para el separador de recocido acuoso.

40 Como compuesto estable a alta temperatura distinto de MgO, puede utilizarse un compuesto conocido y no está particularmente limitado; sin embargo, por ejemplo, puede mencionarse un compuesto de Si, un compuesto de Sr, un compuesto de Ca, un compuesto de Zr, un compuesto de Ti y un compuesto de Ba. Como compuesto particular, puede mencionarse un óxido tal como  $SiO_2$ , SrO,  $TiO_2$ , BaO, o CaO.

45 Con el fin de contener el compuesto estable a alta temperatura en forma de solución o solución coloidal, en el caso de un separador de recocido acuoso, por ejemplo, se utiliza preferiblemente un compuesto que se modifica químicamente para que tenga un grupo hidrófilo tal como un grupo hidroxilo. Sin embargo, en el caso del compuesto estable a alta temperatura, como otro procedimiento, puede utilizarse un compuesto en el estado en el que su superficie se encuentre cubierta con un material hidrofílico conocido en un disolvente. Si se utiliza un disolvente orgánico, basado en un concepto similar al que se ha descrito anteriormente, el compuesto estable a alta temperatura puede diseñarse utilizando un grupo lipófilo o similar.

55 También, la alta temperatura en el caso del compuesto estable a alta temperatura indica una temperatura de recocido; sin embargo, para una lámina de acero eléctrico de grano orientado es satisfactorio un compuesto que sea estable a 1.200 °C y es más preferible un compuesto que sea estable a 1.300 °C. Como compuesto estable a alta temperatura puede utilizarse un compuesto que no reaccione por sí mismo ni reaccione con una lámina de acero o un óxido (tal como  $SiO_2$ , FeO,  $Fe_3O_4$ , o  $Fe_2SiO_4$ ) sobre su superficie a las temperaturas mencionadas anteriormente.

60 Cuando cada uno de los compuestos anteriores está presente junto con el compuesto de Al, puede obtenerse un efecto de mejora de las propiedades de aplicación de un separador de recocido y entre los compuestos anteriores es preferible un compuesto de Si en vista de las propiedades de aplicación, propiedades de separación de recocido y similares. Como compuesto de Si, es particularmente preferible sílice en forma de coloide, es decir, la denominada

silíce coloidal, debido a un coste relativamente bajo además de una alta estabilidad con un sol de alúmina. La silíce coloidal es un coloide inorgánico compuesto principalmente de  $\text{SiO}_2$  y es a menudo amorfo.

5 Aunque un compuesto de Al (denominado en lo sucesivo "compuesto de Al no coloidal") que no es en forma de solución ni solución coloidal, tal como partículas de alúmina, es estable a alta temperatura, el efecto de mejora de las propiedades de aplicación del compuesto de Al en forma de solución o silíce coloidal no es significativo. Por lo tanto, aunque no está prohibida la adición del compuesto de Al no coloidal como parte de un componente principal, preferiblemente contiene un compuesto que es estable a alta temperatura distinto del compuesto de Al no coloidal. Además, el compuesto de Al no coloidal no se tiene en cuenta en el cálculo de la relación de componentes sólidos que se describirá más adelante.

El compuesto de Al preferiblemente tiene una proporción de componentes sólidos entre un 40 y un 95 por ciento en masa lo cual viene representado por la siguiente ecuación (1).

15 Relación de componentes sólidos de compuesto de Al = (componente sólido del compuesto de Al) / {(componente sólido del compuesto de Al) + (componente sólido del compuesto estable a alta temperatura (suma))} .... ecuación (1)

20 Sin embargo, el componente sólido del compuesto de Al se calcula en base a la forma de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y la del compuesto estable a alta temperatura se calcula en base a la forma de un compuesto principal obtenido después de la cocción. Por ejemplo, si se utiliza un sol de silíce, la silíce, es decir,  $\text{SiO}_2$  es un compuesto principal, y si se utiliza un sol de titania, la titania, es decir,  $\text{TiO}_2$ , es un compuesto principal. Además, si no se proporciona particularmente una etapa de cocción, el cálculo se realiza en base a un compuesto principal que se obtiene cuando se realiza el tratamiento de cocción.

25 Si los componentes sólidos se forman prácticamente sólo de los compuestos descritos anteriormente, la ecuación (1) puede representarse por la siguiente ecuación (3).

30 Relación de componentes sólidos de compuesto de Al = (componente sólido del compuesto de Al) / (componente sólido total) .... ecuación (3)

En la ecuación anterior, el componente sólido indica la cantidad contenida en un componente separador de recocido después del secado.

35 Si la proporción de componentes sólidos del compuesto de Al es de un 40 por ciento en masa o menos, el compuesto de Al, que es un componente formador de película, no es suficiente y, por lo tanto, las propiedades de adherencia del separador de recocido resultan insuficientes. Además, si la proporción de componentes sólidos es mayor de un 95 por ciento en masa, la cantidad de un compuesto de Al altamente reactivo se incrementa excesivamente y, en consecuencia, el líquido de recubrimiento no se estabiliza. Por lo tanto, no puede formarse un revestimiento uniforme y, como resultado, se obtiene un producto con aspecto defectuoso. La proporción de componentes sólidos del compuesto de Al es preferiblemente de un 50 por ciento en masa, más preferiblemente de un 60 por ciento en masa, e incluso más preferiblemente de un 70 por ciento en masa o más.

45 Como compuesto estable a alta temperatura, si se utiliza por lo menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en un compuesto de Si, un compuesto de Sr, un compuesto de Ca, un compuesto de Zr, un compuesto de Ti y un compuesto de Ba, el componente sólido del compuesto de Al puede representarse mediante la siguiente ecuación (2).

50 Relación de componentes sólidos de compuesto de Al = (componente sólido del compuesto de Al) / {(componente sólido del compuesto de Al) + (componente sólido de dicho por lo menos un compuesto (suma))} .... ecuación (2)

Sin embargo, los componentes sólidos de los compuestos de Al anteriores se calculan preferiblemente en base a las siguientes formas respectivas:

55 el compuesto de Al .....  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , el compuesto de Si .....  $\text{SiO}_2$ ,  
el compuesto de Sr .....  $\text{SrO}$ , el compuesto de Ca .....  $\text{CaO}$ ,  
el compuesto de Zr .....  $\text{ZrO}_2$ , el compuesto de Ti .....  $\text{TiO}_2$ , y  
el compuesto de Ba .....  $\text{BaO}$ .

60 Si se utiliza un compuesto de Si como compuesto estable a alta temperatura, es decir, si el componente sólido está compuesto principalmente por un compuesto de Al y un compuesto de Si, la relación entre el compuesto de Al y el compuesto de Si calculado en base a  $\text{Al}_2\text{O}_3/(\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2)$  se establece preferiblemente entre un 40 y un 95 por ciento en masa.

La viscosidad del separador de recocido se establece en 25 (mPa · s) o menos. Si la viscosidad es superior a 25 (mPa · s), las propiedades de aplicación se degradan gravemente, de modo que se interfiere con la aplicación uniforme del separador de recocido a una lámina de acero. Además, como resultado, se genera una parte que no queda revestida con el separador de recocido y, por lo tanto, se produce una adherencia entre láminas de acero en el recocido final. La viscosidad de la presente invención es una viscosidad del separador de recocido a una temperatura del líquido de 25°C medida por un viscosímetro de Oswald.

Si se utiliza una suspensión coloidal en lugar de la solución coloidal, tampoco puede obtenerse un revestimiento uniforme. Se cree que la viscosidad no es apropiada y que la variación de viscosidad es grande debido a la agregación de partículas coloidales en la suspensión.

Además, si se añade S (sustancia elemental) o un compuesto que contiene S (en lo sucesivo, los dos anteriores se denominan colectivamente "compuesto que contiene S") al separador de recocido como agente auxiliar, pueden impartirse superiores propiedades magnéticas a una lámina de acero eléctrico de grano orientado. Aunque la razón de ello no se ha entendido claramente, se interpreta que un compuesto que contiene S se descompone en un recocido por lotes, y que el S entra entonces en el acero y se segrega en límites de grano. Es decir, se cree que, a través del S segregado de este modo, el crecimiento del grano se suprime y que, como resultado, la recristalización secundaria se estabiliza.

Si la cantidad de la S segregado es excesiva, en algunos casos pueden producirse negativamente defectos de recristalización secundarios. Con el fin de evitar preferiblemente este tipo de defecto, la cantidad de compuesto que contiene S para adición se establece preferiblemente en aproximadamente un 25 por ciento en masa o menos en términos de relación entre el componente sólido y el componente separador de recocido después de la cocción. Además, incluso si no se realiza particularmente una etapa de cocción, la evaluación se lleva a cabo en base a la relación de componentes sólidos de un compuesto que contiene S que se va a formar cuando se realiza el tratamiento de cocción.

El compuesto que contiene S no está particularmente limitado; sin embargo, preferiblemente se utiliza un compuesto S inorgánico tal como un sulfato (incluyendo un sulfito) o un sulfuro metálico. En particular, pueden mencionarse, por ejemplo, sulfato de estroncio, sulfato de magnesio y sulfuro de magnesio.

Como medio de aplicación de un separador de recocido, pueden utilizarse diversos procedimientos generalmente utilizados para fines industriales, tales como aplicador de rodillos, aplicador de flujo, pulverizador y aplicador de cuchillas.

Además, la cocción del separador de recocido de la presente invención se realiza preferiblemente calentando después de la aplicación. Como procedimiento de cocción, por ejemplo, puede utilizarse un procedimiento general, tal como de tipo de aire caliente, de tipo de infrarrojo, o un procedimiento de tipo de calentamiento por inducción. Las condiciones del tratamiento de cocción pueden determinarse teniendo en cuenta diversas situaciones; sin embargo, en general, una temperatura preferible se encuentra en el intervalo de aproximadamente entre 150 y 400°C, y un tiempo preferible se encuentra en el intervalo de aproximadamente entre 1 y 300 segundos.

Con el fin de mejorar todavía más las propiedades tales como las propiedades de aplicación de un separador de recocido y sus propiedades de adherencia a una lámina de acero, también pueden mezclarse aditivos tales como un tensioactivo y/o un inhibidor de la corrosión. El contenido de un aditivo se ajusta preferiblemente a un 10 por ciento en masa o menos respecto al componente separador de recocido después de la cocción con el fin de mantener un efecto de separación de recocido suficiente como separador de recocido.

Como tensioactivo, pueden utilizarse todos los tensioactivos no iónicos, aniónicos, catiónicos disponibles en el mercado.

Al igual que el tensioactivo, un tipo de inhibidor de la corrosión no está particularmente limitado, y pueden utilizarse productos disponibles en el mercado.

Aunque se aplica de manera especialmente preferida a una lámina de acero eléctrico de grano orientado, no está prohibido aplicar el separador de recocido de la presente invención a otras láminas de acero.

Además, el separador de recocido de la presente invención es eficaz cuando una tira de acero laminada en forma de bobina se calienta en un horno; sin embargo, también puede aplicarse al caso en el que se procesan las láminas de acero apiladas mediante tratamiento térmico.

A continuación, se describirán las condiciones preferibles para fabricar una lámina de acero eléctrico de grano orientado de acuerdo con la presente invención.

5 A la composición de una lámina de producto y la de un material de partida (acero fundido o placa de acero) puede aplicarse componentes conocidos preferiblemente para una lámina de acero eléctrico de grano orientado. A continuación, en cuanto a los componentes de acero fundido preferibles de una composición representativa, se describirán las razones para la restricción de los componentes respectivos.

C: 0,08 por ciento en masa o menos

10 Si el contenido en C es más de un 0,08 por ciento en masa, se hace difícil reducir el contenido a 50 ppm en masa o menos (en el que no se produce envejecimiento magnético) en un proceso de fabricación y, por lo tanto, el contenido se establece preferiblemente en un 0,08 por ciento en masa o menos. En particular, aunque el límite inferior no se determina necesariamente, desde el punto de vista industrial, el límite inferior es aproximadamente 5 ppm en masa.

15 Si: 2,0 a 8,0 por ciento en masa

El Si es un elemento eficaz que aumenta la resistencia eléctrica del acero y que mejora la pérdida de hierro y, para obtener el efecto anterior, el contenido se ajusta preferiblemente a un 2,0 por ciento en masa o más. Por otra parte, si el contenido es mayor de un 8,0 por ciento en masa, la trabajabilidad y la densidad de flujo magnético se degradan y, por lo tanto, el límite superior se establece preferiblemente a un 8,0 por ciento en masa. Por lo tanto, un contenido preferible de Si es en el intervalo entre un 2,0 y un 8,0 por ciento en masa.

Mn: 0,005 a 1,0 por ciento en masa

25 El Mn es un elemento eficaz que mejora la trabajabilidad en caliente, y el contenido se establece preferiblemente en un 0,005 por ciento en masa o más. Por otra parte, si el contenido en Mn es excesivo, la densidad de flujo magnético disminuye. Por consiguiente, en vista del punto anterior, un contenido preferible de Mn es un 1,0 por ciento en masa o menos. Por lo tanto, el contenido en Mn se establece preferiblemente en el intervalo entre un 0,005 y un 1,0 por ciento en masa.

30 En la fabricación de una lámina de acero eléctrico de grano orientado, con el fin de desarrollar la orientación de Goss en la recristalización secundaria, se añade generalmente un elemento (elemento formador de inhibidor) que forma un inhibidor. Sin embargo, en los últimos años también se ha entendido que, si los elementos de impureza en el acero disminuyen, la orientación de Goss puede desarrollarse sin utilizar un inhibidor.

35 Con el fin de obtener los granos de cristal orientados en Goss mediante recristalización secundaria sin utilizar un inhibidor, el contenido de Al se reduce preferiblemente a 150 ppm en masa o menos, y los contenidos de N, S y Se también se reducen preferiblemente a 50 ppm en masa o menos. Los elementos mencionados anteriormente disminuyen preferiblemente para ser lo más pequeños posible en vista de las propiedades magnéticas y, por ejemplo, el contenido de Al se reduce más preferiblemente hasta 100 ppm en masa o menos. Sin embargo, si los componentes descritos anteriormente se reducen, en algunos casos puede aumentar el coste; por lo tanto, si se dejan los componentes del intervalo descrito anteriormente es posible que no se presenten problemas en absoluto. El contenido límite inferior de cada elemento determinado desde un punto de vista de reducción de costes es actualmente de 10 ppm en masa aproximadamente.

45 Si se utiliza un inhibidor, los elementos anteriores se añaden inversamente de acuerdo con el inhibidor que se va a utilizar. Por ejemplo, generalmente se hace que, si se utiliza AlN como inhibidor, se añade entre un 0,015 y un 0,04 por ciento en masa de Al y entre un 0,005 y un 0,015 por ciento en masa de N; si se utiliza BN, se añade entre un 0,001 y un 0,006 por ciento en masa de B y entre un 0,005 y un 0,015 por ciento en masa de N; si se utiliza MnSe y/o MnS, se añade entre un 0,005 y un 0,06 por ciento en masa de por lo menos uno de Se y S.

50 Además, se añade preferiblemente Sb y/o Sn en una cantidad total de aproximadamente entre un 0,005 y un 0,1 por ciento en masa a una lámina de acero eléctrico de grano orientado ya que las propiedades magnéticas se mejoran adicionalmente.

55 Además de los elementos anteriores, si se encuentran contenidos Ge, Mo, Te y Bi, cada uno en una cantidad de un 0,1 por ciento en masa o menos, P, Cu y Cr, cada uno en una cantidad de un 0,2 por ciento en masa o menos, y Ni en una cantidad de un 0,5 por ciento en masa o menos, no pueden surgir problemas particulares. Además, el resto está compuesto preferiblemente por hierro e impurezas inevitables.

60 A partir de acero fundido que tiene los componentes anteriores, puede fabricarse una placa que tenga una dimensión común mediante un procedimiento común de fundición de lingotes o un procedimiento de fundición continua o una placa fundida delgada (denominada placa delgada) que tiene un grosor de 100 mm o menos mediante un procedimiento de fundición directa. Se recalienta una placa y después es laminada en caliente mediante un procedimiento común; sin embargo, sin realizar el calentamiento después de la fundición, puede

realizarse directamente el laminado en caliente. En el caso de una placa de fundición delgada, puede realizarse un laminado en caliente, o sin realizar laminado en caliente, y pueden llevarse a cabo etapas posteriores.

5 La lámina de acero laminada en caliente se recuece (normalizando) si es necesario. En particular, si se forma una textura de bandas en laminado en caliente, para realizar una textura de recristalización principal de granos de tamaño uniforme para favorecer el desarrollo de recristalización secundaria, se realiza preferiblemente un recocido de lámina de acero laminado en caliente.

10 Con el fin de disolver la textura de la banda, la temperatura para el recocido de la lámina de acero laminado en caliente se incrementa preferiblemente a 800°C o más. Por otra parte, para realizar una textura de cristalización principal de granos de tamaño uniforme, no es preferible si el diámetro del grano se hace excesivamente grande y grueso por el recocido de la lámina de acero laminada en caliente y, por lo tanto, la temperatura de recocido de la lámina de acero laminada en caliente se ajusta preferiblemente a 1.100°C o menos. Por lo tanto, para desarrollar  
15 altamente la textura orientada en Goss en una lámina de producto, la temperatura de recocido de la lámina de acero laminada en caliente se establece preferiblemente en el intervalo entre 800 y 1.100 °C. Además, un tiempo de recocido preferible para el recocido de la lámina de acero laminado en caliente es entre 1 y 300 segundos.

20 A continuación, después de formar una lámina de acero laminada en frío realizando un laminado en frío una vez o más, se lleva a cabo un recocido de recristalización. Si se realiza un laminado en frío dos veces o más, se lleva a cabo un recocido intermedio entre etapas de laminado en frío. El recocido intermedio se realiza preferiblemente entre 900 y 1200 °C aproximadamente durante 1 a 300 segundos.

25 Con el fin de desarrollar todavía más la textura orientada en Goss, la temperatura del laminado en frío puede aumentarse hasta 100 a 250°C. A veces, esto se denomina laminado templado; sin embargo, en la presente invención, este laminado se considera como un tipo de laminado en frío. Para el mismo fin que el descrito anteriormente, durante el laminado en frío, el tratamiento de envejecimiento a una temperatura en el intervalo entre 100 y 250°C puede realizarse una vez o más.

30 El recocido de recristalización se realiza principalmente para formar una textura de recristalización principal y se realiza preferiblemente por recocido continuo. En el recocido de recristalización, si se requiere descarburación, se utiliza una atmósfera húmeda; sin embargo, si no se requiere descarburación, puede utilizarse una atmósfera seca. Como condiciones de recocido de recristalización preferibles, la temperatura es entre 750 y 1.100 °C y el tiempo es aproximadamente entre 1 y 300 segundos.

35 Si se controla el contenido en C en una lámina de acero en el recocido de recristalización secundaria (recocido final, o una primera etapa de recocido por lotes cuando el recocido final se realiza mediante dos etapas de recocido por lotes) se controla en el intervalo entre 100 y 250 ppm en masa, particularmente en una lámina de acero eléctrico de grano orientado que no contiene inhibidor, es preferible para mejorar la densidad de flujo magnético. El control de la cantidad de C puede realizarse por recocido de recristalización o puede realizarse posteriormente en una etapa  
40 distinta.

Puede aplicarse una técnica en la que la cantidad de Si aumenta mediante un procedimiento de siliconización a una lámina de acero después, por ejemplo, del recocido de recristalización.

45 El separador de recocido de la presente invención se aplica antes o después del recocido de recristalización.

50 Puesto que un separador de recocido convencional presenta unas propiedades de adherencia inferiores a una lámina de acero, su aplicación antes del recocido de recristalización no puede realizarse ya que se produce una contaminación de la línea por desprendimiento del separador de recocido durante el recocido de recristalización. Esta situación es similar al caso de un separador de recocido compuesto principalmente de MgO que requiere un calentamiento prolongado para formar un recubrimiento. Sin embargo, puesto que el separador de recocido de la presente invención presenta unas superiores propiedades de adherencia a una lámina de acero y no producirá una contaminación de la línea por desprendimiento, la aplicación puede realizarse antes o después del recocido de recristalización.

55 En este procedimiento, la cantidad de aplicación del separador de recocido de la presente invención se ajusta preferiblemente a 0,005 g/m<sup>2</sup> o más con el fin de obtener un efecto suficiente de impedir la adherencia entre las láminas de acero. Por otra parte, para asegurar las propiedades de adherencia del separador de recocido, la cantidad de aplicación del mismo se ajusta preferiblemente a 5 g/m<sup>2</sup> o menos. Por lo tanto, la cantidad de aplicación del separador de recocido se establece preferiblemente en el intervalo entre 0,005 y 5 g/m<sup>2</sup>. Un límite inferior más  
60 preferible es 0,05 g/m<sup>2</sup> y un límite superior más preferible es de 2 g/cm<sup>2</sup>.

Aunque la cantidad de aplicación preferible en la fabricación de una lámina de acero eléctrico de grano orientado es tal como se ha descrito anteriormente, de acuerdo con diversas condiciones de tratamiento térmico y calidad requerida, también puede utilizarse una cantidad del separador de recocido que se encuentre fuera del intervalo descrito anteriormente.

5 El separador de recocido puede aplicarse solamente a una superficie de una lámina de acero; sin embargo, con el fin de obtener de manera fiable el efecto, la aplicación se realiza preferiblemente sobre las dos superficies. El cambio de composición o similar del separador de recocido entre las superficies delantera y trasera de una lámina de acero no está prohibido; sin embargo, desde el punto de vista de fabricación, el mismo separador de recocido se aplica preferiblemente a las dos superficies.

15 Si se fabrica una lámina de acero eléctrico de grano orientado que no tiene recubrimiento de forsterita y que presenta superiores propiedades magnéticas y trabajabilidad, después del recocido de recristalización y la aplicación del separador de recocido de la presente invención, se realiza un recocido final por recocido por lotes. El objetivo del recocido final es favorecer la recristalización secundaria y disminuir las impurezas (purificación). Como condiciones de recocido, pueden utilizarse condiciones conocidas que pueden obtener estos propósitos. Aunque una temperatura de recocido final preferible es de aproximadamente entre 750 y 1.300 °C, la temperatura puede ajustarse a aproximadamente entre 750 y 1.000 °C en la primera mitad y puede ajustarse a aproximadamente entre 900 y 1.300 °C en la segunda mitad. En este caso, la recristalización secundaria se favorece principalmente en la primera mitad, y la purificación se favorece principalmente en la segunda mitad. Como tiempo de recocido final preferible, un tiempo de mantenimiento en el intervalo de temperaturas anterior es de aproximadamente entre 1 y 300 horas.

25 En una técnica convencional en la que se utiliza un separador de recocido compuesto principalmente de MgO, dado que se forma un revestimiento grueso, el tiempo requerido para la purificación se hace mayor que en el caso en el que no se utiliza un separador de recocido. Sin embargo, de acuerdo con el separador de recocido de la presente invención, aunque el compuesto de Al forme un recubrimiento, puede observarse un efecto en el que no se interfiere con la purificación.

30 En el caso en que se realiza el recocido final mientras el contenido en C se mantiene a aproximadamente entre 100 y 250 ppm en masa con el fin de mejorar las propiedades magnéticas, el contenido en C se disminuye preferiblemente, después de la recristalización secundaria, a 50 ppm o menos en la que no se produce envejecimiento magnético. Como procedimiento para disminuir el contenido en C, puede mencionarse un procedimiento en el que la descarburación se realiza durante el recocido final y un procedimiento en el cual se realiza adicionalmente una etapa de descarburación después del recocido final. Para realizar la descarburación durante el recocido final, puede llevarse a cabo un recocido a alta temperatura a 1.000 °C o más en una atmósfera que contenga hidrógeno durante el recocido final y, en particular, durante su segunda mitad.

40 A medida que la etapa de descarburación se realiza adicionalmente después del recocido final, se lleva a cabo de manera eficaz, por ejemplo, (1) un recocido (recocido de descarburación) en una atmósfera oxidante, (2) un pulido superficial para eliminar mecánicamente grafito en una capa superficial, y (3) eliminación química de grafito en una capa superficial tal como lavado electrolítico, pulido químico o irradiación con plasma. Las razones por las que la descarburación puede realizarse por los procedimientos (2) y (3) son que, al final del recocido final, se precipita C en forma de grafito en la capa superficial de una lámina de acero, y la descarburación dentro del acero ya ha terminado.

45 En cuanto a un fenómeno en el que el grafito precipita en una capa superficial de una lámina de acero tal como se ha descrito anteriormente, por ejemplo, el mecanismo se interpreta tal como sigue. El C forma una cementita metaestable en el acero; sin embargo, en un estado activado en el que la energía superficial es elevada, se forma grafito. Por lo tanto, antes de precipitar como cementita en el hierro base durante el enfriamiento, el C precipita en forma de grafito en una capa superficial. Precisamente, teniendo en cuenta el diagrama de fases del hierro puro, la solubilidad del grafito es ligeramente inferior a la de la cementita. Por lo tanto, se cree que, dado que la solución sólida C en una capa superficial disminuye a una concentración que está equilibrada con grafito, se genera el gradiente de concentración entre la solución sólida C en la capa superficial y que se genera en el hierro base y, por lo tanto, la descarburación del hierro base continúa.

55 Sin embargo, si se forma una capa de recubrimiento densa o firme sobre la superficie en el recocido final (por ejemplo, si se utiliza un separador de recocido convencional compuesto principalmente de MgO), se interfiere en la activación superficial y, como resultado, también se interfiere en la precipitación de grafito en una capa superficial de una lámina de acero. El recubrimiento formado a partir del separador de recocido de la presente invención tiene unas superiores propiedades de adherencia; sin embargo, la precipitación de grafito en una capa superficial de una lámina de acero no se ve afectada negativamente, aunque no se ha comprendido la razón de ello y, por lo tanto, puede utilizarse preferiblemente el procedimiento de descarburación anterior.

Después del recocido final, con el fin de disminuir la pérdida de hierro, la forma se corrige eficazmente aplicando una fuerza de tracción mediante recocido de aplanamiento. Si este recocido de aplanamiento se realiza en una atmósfera húmeda, la descarburación puede realizarse simultáneamente (un tipo de procedimiento (1) descrito anteriormente).

5 Puede emplearse adicionalmente, además, la técnica para aumentar la cantidad de Si mediante un procedimiento de siliconización después del recocido final. Esta técnica se utiliza efectivamente con el fin de disminuir todavía más la pérdida de hierro.

10 En el caso en el que se laminan láminas de acero para formar un núcleo de hierro, si se realiza un revestimiento aislante sobre las superficies de las láminas de acero después del recocido de aplanamiento, se mejora efectivamente la pérdida de hierro del laminado. En particular, para asegurar una superior capacidad de punzonado, preferiblemente se utiliza un revestimiento orgánico que contiene una resina como revestimiento aislante. Por otra parte, con el fin de obtener preferiblemente soldabilidad, se utiliza preferiblemente un recubrimiento inorgánico como revestimiento aislante.

15 Además, para retirar el separador de recocido no se requiere particularmente una etapa única.

20 Si se fabrica una lámina de acero eléctrico de grano orientado que presenta superiores propiedades de recubrimiento y propiedades magnéticas de forsterita, después del recocido de recristalización y la aplicación del separador de recocido de la presente invención, se realiza un primer recocido por lotes para realizar la recristalización secundaria. En este caso, puede utilizarse, como condiciones de recocido, unas condiciones de recocido conocidas que pueden favorecer la recristalización secundaria. Como condiciones preferibles, la temperatura es aproximadamente de 750 a 1.100 °C y el tiempo es aproximadamente entre 1 y 300 horas.

25 Posteriormente, aunque el revestimiento forsterita se forma en un segundo recocido por lotes, como etapa de preparación para el mismo, se realiza primero una formación de sub-escala por recocido continuo. Si el primer recocido por lotes se realiza mientras hay contenida una cantidad predeterminada de C con el fin de mejorar las propiedades magnéticas, en este recocido continuo que forma la sub-escala, la descarburación se realiza preferiblemente de manera simultánea. Para condiciones de recocido (tiempo, temperatura, atmósfera y similares) del recocido continuo anterior, pueden utilizarse condiciones de recocido conocidas para formar de manera fácil y estable el recubrimiento de forsterita en un posterior recocido por lotes. Una temperatura de recocido preferida es de aproximadamente entre 750 y 1.000°C, un tiempo de recocido preferible es de aproximadamente entre 1 y 300 segundos, y una atmósfera preferible es una atmósfera oxidante que contiene un gas hidrógeno y un gas nitrógeno.

35 Antes del recocido continuo anterior, no es necesaria una etapa de eliminación del separador de recocido de la presente invención. Es decir, incluso si el recubrimiento de forsterita se aplica a una lámina de acero con el separador de recocido de la presente invención dispuesto entre ésta, las propiedades de adherencia del recubrimiento de forsterita son superiores y, además, no se interfiere la purificación por la presencia del separador de recocido de la presente invención.

40 A continuación, se aplica un separador de recocido compuesto principalmente de MgO a la superficie de la lámina de acero, seguido por el segundo recocido por lotes. Dado que este segundo recocido por lotes se realiza para formar el recubrimiento de forsterita y para la purificación para reducir las impurezas, pueden utilizarse condiciones de recocido conocidas que pueden lograr estos dos propósitos. Una temperatura de recocido preferible es de aproximadamente entre 900 y 1.300 °C, y un tiempo de recocido preferible es de aproximadamente entre 1 y 300 horas. Como separador de recocido compuesto principalmente de MgO, puede utilizarse un compuesto conocido. Por ejemplo, se utiliza preferiblemente un compuesto en el que hay contenido aproximadamente entre un 80 y un 99 por ciento en masa de MgO como componente sólido y, cuando si necesario, por lo menos uno de TiO<sub>2</sub>, SrSO<sub>4</sub>, MgSO<sub>4</sub> y similares como resto.

45 Después del segundo recocido por lotes, puede utilizarse, además, la técnica en la que la cantidad de Si se incrementa mediante un procedimiento de siliconización.

55 Posteriormente, se aplica finalmente un revestimiento elástico siempre que sea necesario, seguido por cocción. Además, la forma puede corregirse por aplanamiento del recocido y, además, también puede realizarse un recocido de aplanamiento que, al mismo tiempo, realice una cocción del revestimiento elástico.

60 La lámina de acero eléctrico de grano orientado de la presente invención indica una lámina de acero eléctrico en la cual se realiza la recristalización secundaria. Por lo tanto, además de los granos orientados en Goss, también se contempla el caso en que se recristalizan granos orientados en cubo (orientación {100} <001> u orientación {100} <011>). Una textura en la que los granos de cristal están preferiblemente orientados en la orientación en cubo puede formarse mediante un procedimiento conocido y, por ejemplo, puede realizarse mediante el control de una textura de

laminado; sin embargo, un proceso después del recocido de recristalización es aproximadamente similar al de la realización de los granos recristalizados secundarios que están preferiblemente orientados en la orientación de Goss.

5 [Ejemplos]  
(Ejemplo 1)

Mediante el siguiente procedimiento, se fabricó una lámina de acero eléctrico de grano orientado que presentaba unas superiores propiedades de revestimiento de forsterita y propiedades magnéticas.

10 Se fabricó por fundición continua una placa de acero que contenía un 0,020 por ciento en masa de C, un 3,35 por ciento en masa de Si, un 0,050 por ciento en masa de Mn y 380 ppm en masa de Sb y que contenía también 320 ppm en masa de Al y 80 ppm en masa de N como formador de inhibidores, siendo el resto hierro e impurezas inevitables. Después de calentar a 1.200 °C, la placa de acero se laminó en caliente para formar una lámina de  
15 acero laminada en caliente que tenía un grosor de 2,0 mm, seguido de recocido de lámina de acero laminado en caliente a 1.050 °C durante 60 segundos. A continuación, se formó una lámina de acero laminada en frío que tenía un grosor de 0,30 mm por laminado en frío, seguido de recocido de recristalización a 900 °C durante 10 segundos en una atmósfera seca que tenía un punto de rocío de -45 °C.

20 Después del recocido de recristalización, se realizó el primer recocido por lotes. Se aplicó un separador de recocido mostrado en la Tabla 5 antes o después del recocido de recristalización. La aplicación del separador de recocido se realizó mediante un aplicador de rodillos, y después se realizó un tratamiento de cocción a una temperatura final (temperatura de la lámina) de la lámina de acero de 250°C, seguido de enfriamiento espontáneo. La cocción se realizó por llama directa de un gas propano. El primer recocido por lotes se realizó a 850 °C durante 40 horas en una atmósfera de nitrógeno, de modo que se completó la recristalización secundaria.

25 Posteriormente, se examinaron respectivamente las propiedades de aplicación del separador de recocido, sus propiedades de adherencia después del secado y el efecto de separación de recocido después del primer recocido por lotes, y las muestras que presentaban superiores propiedades se procesaron adicionalmente en etapas posteriores, de modo que se obtuvieron láminas de producto.

30 En las etapas posteriores se realizó en primer lugar, un recocido continuo para formar una sub-escala superior, y después se aplicó un separador de recocido compuesto principalmente por MgO. Dado que el primer recocido por lotes se realizó mientras quedaba entre 100 y 150 ppm en masa de C, en el recocido continuo realizado para esta formación de sub-escala también se realizó una decarburación simultáneamente. El recocido continuo se realizó a  
35 835 °C durante 120 segundos en una atmósfera oxidante que tenía un punto de rocío de 55 °C.

40 Como separador de recocido utilizado para el segundo recocido por lotes, se utilizó un compuesto que contiene un 95 por ciento en masa de MgO y un 5 por ciento en masa de TiO<sub>2</sub> como componente sólido. Posteriormente, se realizó el segundo recocido por lotes a 1.200°C durante 5 horas en una atmósfera de hidrógeno seco.

45 Finalmente, se llevó a cabo la aplicación de un revestimiento elástico, su cocción y el recocido de alivio de tensiones. El revestimiento elástico estaba formado por un compuesto que contenía ácido fosfórico, ácido crómico y sílice coloidal y se cocció a una temperatura de 800°C. El recocido de alivio de tensiones se realizó a 800 °C durante 3 horas en una atmósfera de nitrógeno.

50 La Tabla 5 muestra los componentes del separador de recocido y sus condiciones de aplicación. Se aplicaron unos separadores de recocido que contenían SiO<sub>2</sub> y/o Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en polvo en forma de suspensión acuosa como componente principal distinto del n° 26, y se suspendió en un alcohol el n° 26 para tener un componente sólido de un 5 por ciento en masa y después se aplicó por pulverización. Aunque las proporciones de dilución variaron en función de la cantidad de aplicación, los separadores de recocido compuestos principalmente de un compuesto distinto de un polvo se diluyeron con agua para formar una solución coloidal, seguido de la aplicación. Como agente auxiliar, se añadió un 3 por ciento en peso de sulfato de estroncio, sulfato de magnesio o sulfuro de magnesio, tal como se muestra en la tabla. No se añadió un componente sólido distinto del mostrado en la Tabla 5; sin embargo, siempre que sea necesario, se añade un 0,5 por ciento en masa o menos de un tensioactivo (tipo no iónico) o similar.

55 En cuanto a los separadores de recocido utilizados en el primer recocido por lotes, en la Tabla 6 se muestra el orden de la etapa de aplicación del separador de recocido (la clasificación se realizó si la aplicación se llevó a cabo antes o después del recocido de recristalización), las propiedades de aplicación de los separadores de recocido, sus propiedades de adherencia tras el secado, y el efecto de separación de recocido después del primer recocido por  
60 lotes.

En los números 14 y 19, puesto que la viscosidad del separador de recocido se encontraba fuera del intervalo de la presente invención, las propiedades de aplicación eran seriamente inferiores, y en partes de una lámina de acero a

la que no se podía aplicar el separador de recocido se produjo adherencia ellas. En los números 12 y 15, la relación entre el compuesto de Al y el compuesto de Si estaba fuera de un intervalo preferible de la presente invención. En el número 12, dado que el contenido del compuesto de Al utilizado como componente formador de película era pequeño, la adherencia del separador de recocido a una lámina de acero fue inferior. Por otra parte, en el número 5 15, el contenido de un compuesto de Al altamente reactivo es grande, el líquido de revestimiento no se estabilizó y, por tanto, no pudo formarse un revestimiento uniforme. Como resultado, se produjeron defectos de aspecto.

En los números 1 a 4, puesto que el componente principal era distinto del de la presente invención, las propiedades de adherencia a una lámina de acero eran insuficientes. Dado que la cantidad de aplicación del separador de recocido no era suficiente en el n° 5, se produjo adherencia entre láminas de acero en el recocido final. Puesto que la cantidad de aplicación del separador de recocido era excesiva en el número 17, la adherencia a una lámina de acero era insuficiente y, por lo tanto, se produjo desprendimiento.

En los números 3, 4, 6, 7, 12 y 26 se realizaron dos casos, es decir, la aplicación del separador de recocido se realizó antes del recocido de recristalización en un caso y después se realizó el recocido de recristalización en el otro caso. Los separadores de recocido de la presente invención mostraron superiores propiedades de aplicación, propiedades de adherencia después del secado y efecto de separación de recocido después del primer recocido por lotes independientemente del orden de la etapa de aplicación del separador de recocido. En los números 3, 4 y 26, que eran ejemplos comparativos, se observaron diferentes efectos de separación de recocido dependiendo del orden de la etapa de aplicación del separador de recocido. La razón de ello se cree que se debe a que, si la aplicación se realizó antes del recocido de recristalización, ya que el separador de recocido que tenía una adherencia inferior a una lámina de acero se desprendió, la cantidad del separador de recocido que se puso sobre la lámina de acero disminuyó en el primer recocido por lotes y, por lo tanto, se produjo adherencia entre las láminas de acero. Por otra parte, si la aplicación se llevó a cabo después del recocido de recristalización, la cantidad desprendida del separador de recocido fue pequeña, y quedó una cantidad requerida para evitar adherencia entre láminas de acero. Por lo tanto, se cree que no se produjo adherencia entre láminas de acero.

La Tabla 7 muestra las propiedades magnéticas, las propiedades de recubrimiento de forsterita, y los contenidos (en hierro base, es decir, cada contenido se obtuvo mediante un análisis realizado después de eliminar un recubrimiento sobre una superficie de lámina de acero) de Al, C, N, S y Se después del segundo recocido por lotes, las cuales se obtuvieron cuando las muestras recubiertas con los separadores de recocido de la presente invención se procesaron mediante las etapas posteriores para formar láminas de producto. Las propiedades de recubrimiento de forsterita se evaluaron mediante un radio de curvatura mínimo en el que no se generó un desprendimiento de recubrimiento cuando se laminó una muestra procesada por recocido de alivio de tensiones alrededor de un cilindro. Las propiedades magnéticas se midieron de acuerdo con JIS C2550 utilizando una probeta Epstein que tenía un tamaño de 30 x 300 mm.  $B_8$  indica una densidad de flujo magnético (T) a una fuerza magnética de 800 A/m, y  $W_{17/50}$  indica un valor de pérdida de hierro (W/kg) a una frecuencia de 50 Hz y a una densidad de flujo magnético máxima de 1,7 T.

Cuando se utilizaron los separadores de recocido de la presente invención, se obtuvieron de manera compatible las propiedades magnéticas y las propiedades de revestimiento de forsterita y, además, se llevó a cabo una purificación para reducir las impurezas sin causar ningún problema. Además, cuando se añadió un compuesto que contenía S como agente auxiliar (números 8, 10 y 11), se observó una mejora adicional de las propiedades magnéticas.

Tabla 5

n°	Componente principal del separador			Cantidad de aplicación (g/m <sup>2</sup> )	Viscosidad (mPa · s)	Relación alúmina (sol)-sílice (sol) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +SiO <sub>2</sub> ): % en masa	Observaciones
	Compuesto de Al	Compuesto de Si	Otros				
1	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> en polvo	-	-	1,2	-	100	Ejemplo comparativo
2	-	SiO <sub>2</sub> en polvo	-	1,2	-	0	Ejemplo comparativo
3	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> en polvo	SiO <sub>2</sub> en polvo	-	1,2	-	60	Ejemplo comparativo
4	-	Sílice coloidal	-	1,2	2,5	0	Ejemplo comparativo
5	Acetato de Al básico	Sílice coloidal	-	0,001	1,8	75	Ejemplo comparativo
6	Acetato de Al básico	Sílice coloidal	-	0,05	1,8	75	Ejemplo
7	Acetato de Al básico	Sílice coloidal	-	0,1	1,8	75	Ejemplo
8	Acetato de Al básico	Sílice coloidal	Sulfato de Sr	0,1	1,8	75	Ejemplo
9	Acetato de Al básico	Sílice coloidal	-	0,5	1,8	75	Ejemplo
10	Al acetato básico	Sílice coloidal	Sulfato de Mg	0,5	1,9	75	Ejemplo
11	Acetato de Al básico	Sílice coloidal	Sulfuro de Mg	0,5	1,7	75	Ejemplo
12	Acetato de Al básico	Sílice coloidal	-	1,2	3,2	25	Ejemplo
13	Acetato de Al básico	Sílice coloidal	-	1,2	1,8	75	Ejemplo
14	Acetato de Al básico	Sílice coloidal	-	1,2	50	75	Ejemplo comparativo
15	Acetato de Al básico	-	-	1,2	2,5	100	Ejemplo comparativo
16	Acetato de Al básico	Sílice coloidal	-	3	1,8	75	Ejemplo
17	Acetato de Al básico	Sílice coloidal	-	6	1,8	75	Ejemplo comparativo
18	Cloruro de Al básico	Sílice coloidal	-	1,2	1,9	75	Ejemplo
19	Cloruro de Al básico	Sílice coloidal	-	1,2	100	75	Ejemplo comparativo
20	Nitrato de Al básico	Sílice coloidal	-	1,2	3,5	75	Ejemplo
21	Formiato de Al básico	Sílice coloidal	-	1,2	2,1	75	Ejemplo
22	Lactato de Al básico	Sílice coloidal	-	1,2	2,5	75	Ejemplo
23	Citrato de Al básico	Sílice coloidal	-	1,2	2,4	75	Ejemplo
24	Oxalato de Al básico	Sílice coloidal	-	1,2	3,1	75	Ejemplo
25	Sulfamato de Al básico	Sílice coloidal	-	1,2	2,8	75	Ejemplo
26	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> en polvo	SiO <sub>2</sub> en polvo	-	1,2	1,6*	75	Ejemplo comparativo

\*: Después de suspender los componentes en un alcohol que tiene una viscosidad de 1,6, se lleva a cabo un revestimiento por pulverización

Tabla 6

nº	Orden de la etapa de aplicación del separador de recocido (antes o después del recocido de recristalización)	Propiedades de la aplicación	Propiedades de adherencia separador de recocido	Cantidad desprendida (g/m <sup>2</sup> )	Efecto de separación de recocido	Resistencia al desprendimiento (N)	Observaciones
1	Después	○	×	1,10	○	0	Ejemplo Comparativo
2	Después	○	×	1,05	○	0	Ejemplo Comparativo
3	Antes	○	×	1,05	×	65	Ejemplo Comparativo
	Después	○	×	1,10	○	0	Ejemplo Comparativo
4	Antes	○	×	1,10	△	50	Ejemplo Comparativo
	Después	○	×	1,00	○	0	Ejemplo Comparativo
5	Después	○	○	0	×	90	Ejemplo Comparativo
6	Antes	○	○	0	○	5	Ejemplo
	Después	○	○	0	○	5	Ejemplo
7	Antes	○	○	0	○	2	Ejemplo
	Después	○	○	0	○	3	Ejemplo
8	Después	○	○	0	○	2	Ejemplo
9	Después	○	○	0	○	0	Ejemplo
10	Después	○	○	0	○	0	Ejemplo
11	Después	○	○	0	○	0	Ejemplo
12	Antes	○	△	0,80	○	0	Ejemplo
	Después	○	△	0,75	○	0	Ejemplo
13	Después	○	○	0	○	0	Ejemplo
14	Después	×	○	0	△	20	Ejemplo Comparativo
15	Después	△	○	0	○	0	Ejemplo Comparativo
16	Después	○	○	0,15	○	0	Ejemplo
17	Después	○	△	1,5	○	0	Ejemplo Comparativo
18	Después	○	○	0	○	0	Ejemplo
19	Después	×	○	0	△	40	Ejemplo Comparativo
20	Después	○	○	0	○	0	Ejemplo
21	Después	○	○	0	○	0	Ejemplo
22	Después	○	○	0	○	0	Ejemplo
23	Después	○	○	0	○	0	Ejemplo
24	Después	○	○	0	○	0	Ejemplo
25	Después	○	○	0	○	0	Ejemplo
26	Antes	○	×	1,0	×	70	Ejemplo Comparativo
	Después	○	×	1,0	○	0	Ejemplo Comparativo

Tabla 7

nº	Orden de etapa de aplicación del separador de recocido (antes o después del recocido de recristalización)	B <sub>8</sub> (T)	W <sub>17/50</sub> (W/kg)	Radio de curvatura mínimo de la resistencia al desprendimiento a flexión (mm)	Contenido en hierro base (después del segundo recocido por lotes) (ppm en masa)					Observaciones
					Al	N	C	S	Se	
6	Antes	1,90	1,03	25	5	<5	10	<4	<10	Ejemplo
7	Antes	1,91	1,03	30	5	<5	5	<4	<10	Ejemplo
8	Después	1,92	0,98	30	8	<5	10	5	<10	Ejemplo
9	Después	1,91	1,03	25	9	<5	8	<4	<10	Ejemplo
10	Después	1,92	0,99	30	5	<5	8	6	<10	Ejemplo
11	Después	1,92	0,97	30	7	<5	6	5	<10	Ejemplo
13	Después	1,90	1,05	35	5	<5	10	<4	<10	Ejemplo
16	Después	1,89	1,06	30	8	<5	8	<4	<10	Ejemplo
18	Después	1,90	1,04	25	9	<5	13	<4	<10	Ejemplo
20	Después	1,91	1,04	30	5	<5	15	5	<10	Ejemplo
21	Después	1,90	1,05	30	6	<5	11	<4	<10	Ejemplo
22	Después	1,89	1,05	25	6	<5	6	<4	<10	Ejemplo
23	Después	1,90	1,03	30	8	<5	7	5	<10	Ejemplo
24	Después	1,91	1,02	30	8	<5	9	5	<10	Ejemplo
25	Después	1,91	1,02	25	7	<5	9	<4	<10	Ejemplo

(Ejemplo 2)

5 Mediante siguiente el procedimiento, se fabricó una lámina de acero eléctrico de grano orientado que tenía superiores propiedades de revestimiento de forsterita y propiedades magnéticas.

10 Se fabricó una placa de acero que no contenía elementos formadores de inhibidores por moldeo continuo, que contenía un 0,019 por ciento en masa de C, un 3,28 por ciento en masa de Si, un 0,073 por ciento en masa de Mn y 330 ppm en masa de Sb, y en el que el contenido de Al, N, S y Se se redujo a 38 ppm, 30 ppm en masa, 18 ppm en masa y menos de 10 ppm en masa (inferior al límite analítico), respectivamente. En esta placa, el resto era hierro e impurezas inevitables. Después de calentar a 1.200 °C, la placa de acero se laminó en caliente para formar una lámina de acero laminada en caliente que tenía un grosor de 2,0 mm, seguido de recocido de la lámina de acero laminada en caliente a 1,050 °C durante 60 segundos.

15 A continuación, se formó una lámina de acero laminada en frío que tenía un grosor de 0,30 mm por laminado en frío, seguido de recocido de recristalización a 900 °C durante 10 segundos en una atmósfera seca que tenía un punto de rocío de -45 °C.

20 Después del recocido de recristalización, se realizó el primer recocido por lotes. El separador de recocido se aplicó antes o después del recocido de recristalización de acuerdo con la Tabla 8. La aplicación del separador de recocido se realizó mediante un aplicador de rodillos, y después se llevó a cabo el tratamiento de cocción a una temperatura final de la lámina de 250°C, seguido de enfriamiento espontáneo. La cocción se realizó por llama directa de un gas propano. El primer recocido por lotes se realizó a 865 °C durante 50 horas en una atmósfera de nitrógeno, de modo que se completó la recristalización secundaria.

30 Posteriormente, se examinaron respectivamente las propiedades de aplicación del separador de recocido, sus propiedades de adherencia después del secado y el efecto de separación de recocido después del primer recocido por lotes, y las muestras que tenían superiores propiedades se procesaron adicionalmente en etapas posteriores, de modo que se obtuvieron láminas de producto.

35 En las etapas posteriores, se llevó a cabo, en primer lugar, un recocido continuo para formar una sub-escala superior, y se aplicó entonces un separador de recocido compuesto principalmente por MgO. Dado que el primer recocido por lotes se realizó mientras quedaba entre 100 y 150 ppm en masa de C, en el recocido continuo realizado para esta formación de sub-escala también se realizó simultáneamente una descarbonación. El recocido continuo se realizó a 850 °C durante 80 segundos en una atmósfera oxidante que tenía un punto de rocío de 60 °C. Además, el separador de recocido utilizado en este ejemplo era un separador de recocido que contenía un 92,5 por ciento en masa de MgO y un 7,5 por ciento en masa de TiO<sub>2</sub> como componente sólido.

5 Posteriormente, se llevó a cabo el segundo recocido por lotes. De acuerdo con la composición de acero de este ejemplo, no fue necesario un recocido de alta temperatura a aproximadamente 1.200°C requerido para la purificación de un componente inhibidor, y el recocido puede realizarse bajo condiciones en las que puede formarse el recubrimiento de forsterita. Por lo tanto, el segundo recocido por lotes se realizó a una temperatura de 1.100 °C, que era inferior a la utilizada en el pasado, durante 5 horas, y la atmósfera era hidrógeno seco.

10 Finalmente, se llevó a cabo la aplicación de un revestimiento elástico, su cocción y recocido de alivio de tensiones. El revestimiento elástico estaba formado por un compuesto que contenía ácido fosfórico, ácido crómico y sílice coloidal y se coció a una temperatura de 800°C. El recocido de alivio de tensiones se realizó a 800 °C durante 3 horas en una atmósfera de nitrógeno. Como componentes y condiciones de aplicación del separador de recocido, se llevaron a cabo las condiciones de los números correspondientes mostrados en la Tabla 5 tal como se hizo en el Ejemplo 1.

15 La Tabla 8 muestra el orden de la etapa de aplicar el separador de recocido (antes o después del recocido de recristalización), las propiedades de aplicación del separador de recocido, sus propiedades de adherencia después del secado y el efecto de separación de recocido después del primer recocido por lotes. Al igual que en el ejemplo 1, independientemente del orden de la etapa de aplicación del separador de recocido, el acero fabricado mediante el procedimiento de la presente invención mostró superiores propiedades de aplicación del separador de recocido, sus propiedades de adherencia después del secado, y un efecto de separación de recocido después del primer recocido por lotes. Por lo tanto, se entiende que el separador de recocido de la presente invención puede aplicarse eficazmente a un tipo de composición que no contiene inhibidor.

25 La Tabla 9 muestra las propiedades magnéticas, las propiedades de revestimiento de forsterita y los contenidos de Al, C, N, S y Se después del segundo recocido por lotes, que se obtuvieron cuando las muestras recubiertas con los separadores de recocido de la presente invención fueron procesadas por las etapas posteriores para formar láminas de producto. Los procedimientos de medición de las propiedades respectivas fueron los mismos que los del Ejemplo 1.

30 Cuando se utilizaron los separadores de recocido en el intervalo de la presente invención, las propiedades magnéticas y las propiedades de revestimiento de forsterita se obtuvieron de manera compatible y, además, el contenido de impureza se encontraba en un nivel aceptable que no produciría ningún problema.

Tabla 8

nº	Orden de la etapa de aplicación del separador de recocido (antes del recocido de recristalización)	Propiedades de la aplicación	Propiedades de adherencia del separador de recocido	Cantidad desprendida (g/m <sup>2</sup> )	Efecto de separación de recocido	Resistencia al desprendimiento (N)	Observaciones
1	Antes	o	x	1.15	△	45	Ejemplo Comparativo
	Después	o	x	1.00	o	0	Ejemplo Comparativo
2	Antes	o	x	1.00	△	35	Ejemplo Comparativo
	Después	o	x	1.00	o	0	Ejemplo Comparativo
3	Después	o	x	1.05	o	0	Ejemplo Comparativo
4	Después	o	x	1.15	o	0	Ejemplo Comparativo
5	Después	o	o	0	x	60	Ejemplo Comparativo
6	Después	o	o	0	o	3	Ejemplo
7	Después	o	o	0	o	3	Ejemplo
8	Antes	o	o	0	o	3	Ejemplo
	Después	o	o	0	o	2	Ejemplo
9	Antes	o	o	0	o	0	Ejemplo
	Después	o	o	0	o	0	Ejemplo
10	Después	o	o	0	o	0	Ejemplo
11	Después	o	o	0	o	0	Ejemplo
12	Después	o	△	0.8	o	0	Ejemplo
13	Después	o	o	0	o	0	Ejemplo
14	Antes	x	o	0	△	40	Ejemplo Comparativo
	Después	x	o	0	△	25	Ejemplo Comparativo
15	Después	△	o	0	o	0	Ejemplo Comparativo
16	Después	o	o	0.2	o	0	Ejemplo
17	Después	o	△	2	o	0	Ejemplo Comparativo
18	Después	o	o	0	o	0	Ejemplo
19	Después	x	o	0	△	35	Ejemplo Comparativo
20	Después	o	o	0	o	0	Ejemplo
21	Después	o	o	0	o	0	Ejemplo
22	Después	o	o	0	o	0	Ejemplo
23	Después	o	o	0	o	0	Ejemplo
24	Después	o	o	0	o	0	Ejemplo
25	Después	o	o	0	o	0	Ejemplo

Tabla 9

nº	Orden de la etapa de aplicación del separador de recocido (antes o después del recocido de recristalización)	B <sub>8</sub> (T)	W <sub>17/50</sub> (W/kg)	Radio de curvatura de mínimo de la resistencia al desprendimiento a flexión (mm)	Contenido en hierro base (después del segundo recocido por lotes) (ppm en masa)					Observaciones
					Al	N	C	S	Se	
6	Después	1,91	1,01	25	10	<5	10	10	<10	Ejemplo
7	Después	1,90	1,02	25	9	<5	12	11	<10	Ejemplo
8	Antes	1,92	0,99	30	8	<5	5	8	<10	Ejemplo
9	Antes	1,91	1,03	25	9	<5	6	10	<10	Ejemplo
10	Después	1,92	0,99	30	9	<5	5	12	<10	Ejemplo
11	Después	1,92	0,98	25	11	<5	8	11	<10	Ejemplo
13	Después	1,90	1,04	30	11	<5	9	10	<10	Ejemplo
16	Después	1,89	1,05	30	14	<5	13	12	<10	Ejemplo
18	Después	1,90	1,04	30	9	<5	8	12	<10	Ejemplo
20	Después	1,90	1,05	25	13	<5	11	12	<10	Ejemplo
21	Después	1,91	1,03	25	15	<5	9	11	<10	Ejemplo
22	Después	1,91	1,03	30	16	<5	5	13	<10	Ejemplo
23	Después	1,91	1,03	30	12	<5	6	12	<10	Ejemplo
24	Después	1,90	1,05	25	11	<5	6	9	<10	Ejemplo
25	Después	1,91	1,04	30	14	<5	7	11	<10	Ejemplo

(Ejemplo 3)

5

Mediante el siguiente procedimiento, se fabricó una lámina de acero eléctrico de grano orientado sin recubrimiento de forsterita, con superiores propiedades magnéticas y manejabilidad.

10

Se fabricó por fundición continua una placa de acero que contenía un 0,020 por ciento en masa de C, un 3,31 por ciento en masa de Si, un 0,060 por ciento en masa de Mn y 450 ppm en masa de Sb, y que también contenía 300 ppm en masa de Al y 70 ppm en masa de N como formador de inhibidores, siendo el resto hierro e impurezas inevitables. Después de calentar a 1.200 °C, la placa de acero se laminó en caliente para formar una lámina de acero laminada en caliente que tenía un grosor de 1,8 mm, seguido de recocido de la lámina de acero laminado en caliente a 950 °C durante 60 segundos. A continuación, se formó una lámina de acero laminada en frío con un grosor de 0,27 mm por laminado en frío, seguido de recocido de recristalización a 880°C durante 10 segundos en una atmósfera seca que tenía un punto de rocío de -45°C. Posteriormente, se realizó el recocido final.

15

20

El separador de recocido se aplicó antes o después del recocido de recristalización de acuerdo con la Tabla 10. La aplicación del separador de recocido se realizó mediante un aplicador de rodillos, y la cocción se llevó a cabo a una temperatura final de la lámina de 250°C, seguido de enfriamiento espontáneo. La cocción se realizó por llama directa de un gas propano. En el recocido final, después de la recristalización secundaria se realizó a 860 °C durante 45 horas en una atmósfera de N<sub>2</sub>, se llevó a cabo una purificación a 1.200 °C durante 5 horas en una atmósfera de H<sub>2</sub>. Como componentes y condiciones de aplicación del separador de recocido, se realizaron las condiciones de los números correspondientes mostrados en la Tabla 5 tal como se hizo en el Ejemplo 1.

25

30

Posteriormente, se examinaron respectivamente las propiedades de aplicación del separador de recocido, las propiedades de adherencia del mismo después del secado y el efecto de separación de recocido después del recocido final, y las muestras que presentaban superiores resultados se procesaron adicionalmente en etapas posteriores, de modo que se obtuvieron láminas de producto.

35

En las etapas posteriores, se llevó a cabo la aplicación de una película de revestimiento aislante, su cocción, el recocido de alivio de tensiones. Como película de revestimiento aislante, se utilizó una película de revestimiento aislante de cromato que contenía una resina orgánica, que se ha utilizado generalmente, y se llevó a cabo la cocción a 300 °C. El recocido de alivio de tensiones se realizó a 750 °C durante 2 horas en una atmósfera de nitrógeno.

La Tabla 10 muestra las propiedades de aplicación del separador de recocido, sus propiedades de adherencia después del secado, el efecto de separación de recocido después del recocido final, las propiedades magnéticas, las propiedades del recubrimiento aislante y los contenidos de Al, C, N, S y Se después del recocido final. En los números 14 y 19, puesto que la viscosidad del separador de recocido se encontraba fuera de la presente invención,

5 las propiedades de aplicación eran seriamente inferiores, y la adherencia se producía entre partes de una lámina de acero en las que no se realizó la aplicación. En los números 12 y 15, la relación entre el compuesto de Al y el compuesto de silicio se encontraba fuera de la presente invención. En el número 12, dado que la cantidad del compuesto de Al, que era un componente formador de película, era pequeña, las propiedades de adherencia del separador de recocido a una lámina de acero eran inferiores. Por otra parte, en el número 15, la cantidad de un compuesto de Al altamente reactivo era grande, el líquido de revestimiento no se estabilizó y, por lo tanto, no pudo formarse un revestimiento uniforme. Como resultado, se produjeron defectos de aspecto.

10 En los números 1 a 4, puesto que el componente principal del separador de recocido se encontraba fuera de la presente invención, las propiedades de adherencia a una lámina de acero eran insuficientes. En el número 5, puesto que la cantidad de aplicación del separador de recocido era insuficiente, la adherencia entre láminas de acero se produjo en el recocido final. En el número 17, puesto que la cantidad de aplicación del separador de recocido era excesiva, las propiedades de adherencia a una lámina de acero eran insuficientes y, como resultado, se produjo desprendimiento. En los números 1-1, 4-1, 5, 6-1, 14 y 19 no pudo realizarse una evaluación de las propiedades magnéticas y la resistencia al desprendimiento por flexión debido a la adherencia entre láminas de acero.

15 En los números 1, 4, 6, 11 y 16 se realizaron dos tipos de evaluación en el orden de la etapa de aplicación del separador de recocido, es decir, se realizó la aplicación del separador de recocido antes del recocido de recristalización para una evaluación y se realizó después de la recristalización para la otra evaluación. Independientemente del orden de la etapa de aplicación del separador de recocido, los separadores de recocido de la presente invención mostraron superiores propiedades de aplicación, propiedades de adherencia después del secado, efecto de separación de recocido después del recocido final. En los números 1 y 4, que eran ejemplos comparativos, de acuerdo con el orden de la etapa de aplicación del separador de recocido, se obtuvieron diferentes efectos de separación de recocido. La razón para esto se cree que la diferencia anterior está provocada por la diferencia en la cantidad de adherencia del separador de recocido en el recocido final, tal como se describió en el Ejemplo 1.

20 Se entiende que cuando se aplicó el separador de recocido de acuerdo con la presente invención se obtuvieron superiores propiedades de aplicación del separador de recocido, propiedades de adherencia de los mismos después del secado, efecto de separación de recocido después del recocido final, propiedades magnéticas, propiedades de revestimiento aislantes y purificación de impurezas reductoras son obtenidas. En particular, en cuanto a las propiedades de revestimiento, se obtuvieron propiedades superiores a las del recubrimiento de forsterita mostrado en los Ejemplos 1 y 2. Por lo tanto, se entiende que incluso a una lámina de acero eléctrico de grano orientado que utiliza un inhibidor que requiere purificación por recocido a alta temperatura puede aplicarse ventajosamente el separador de recocido de la presente invención.

Tabla 10

n°	Orden de la etapa de aplicación del separador de recocido (antes o después del recocido de recristalización)	Propiedades de aplicación	Propiedades de aplicación del separador de recocido	Cantidad desprendida (g/m <sup>2</sup> )	Efecto de separación de recocido	Resistencia al desprendimiento (N)	B <sub>8</sub> (T)	W <sub>17/50</sub> (W/kg)	Radio de curvatura mínimo de la resistencia al desprendimiento a flexión (mm)	Contenido en hierro base (después del recocido final) (ppm en masa)					Observaciones (ejemplo comparativo/ ejemplo)
										Al	N	C	S	Se	
1-1	Antes	o	x	1,10	△	35	-	-	-	5	<5	10	5	<10	Comparativo
1-2	Después	o	x	1,05	o	0	1,87	1,06	45	5	<5	13	5	<10	Comparativo
2	Después	o	x	1,10	o	0	1,86	1,07	50	6	<5	11	5	<10	Comparativo
3	Después	o	x	1,15	o	0	1,84	1,04	55	5	<5	18	<4	<10	Comparativo
4-1	Antes	o	x	1,05	△	40	-	-	-	6	<5	10	5	<10	Comparativo
4-2	Después	o	x	1,05	o	0	1,85	1,03	45	6	<5	13	<4	<10	Comparativo
5	Después	o	o	0	x	75	-	-	-	4	<5	14	7	<10	Comparativo
6-1	Antes	o	o	0	o	2	1,87	1,06	15	6	<5	10	5	<10	Ejemplo
6-2	Después	o	o	0	o	2	1,87	1,05	15	5	<5	16	<4	<10	Ejemplo
7	Después	o	o	0	o	4	1,86	1,05	15	6	<5	18	5	<10	Ejemplo
8	Después	o	o	0	o	3	1,89	1,05	20	5	<5	15	6	<10	Ejemplo
9	Después	o	o	0	o	3	1,84	1,04	15	7	<5	13	5	<10	Ejemplo
10	Después	o	o	0	o	0	1,89	1,01	20	5	<5	11	<4	<10	Ejemplo
11-1	Antes	o	o	0	o	0	1,89	1,02	15	6	<5	10	5	<10	Ejemplo
11-2	Después	o	o	0	o	0	1,89	1,01	15	5	<5	10	6	<10	Ejemplo
12	Después	o	△	0,6	o	0	1,86	1,06	40	8	<5	18	5	<10	Ejemplo
13	Después	o	o	0	o	0	1,87	1,07	15	6	<5	15	5	<10	Ejemplo
14	Después	x	o	0	△	16	-	-	-	7	<5	13	<4	<10	Ejemplo
15	Después	△	o	0	o	0	1,87	1,02	20	5	<5	14	<4	<10	Comparativo
16-1	Antes	o	o	0	o	0	1,85	1,04	20	6	<5	10	5	<10	Comparativo
16-2	Después	o	o	0	o	0	1,86	1,01	15	4	<5	18	<4	<10	Ejemplo
17	Después	o	△	1,00	o	0	1,85	1,05	45	6	<5	16	5	<10	Comparativo
18	Después	o	o	0	o	0	1,89	1,02	10	7	<5	18	5	<10	Ejemplo
19	Después	x	o	0	△	35	-	-	-	5	<5	16	5	<10	Comparativo
20	Después	o	o	0	o	0	1,84	1,06	15	6	<5	16	6	<10	Ejemplo
21	Después	o	o	0	o	0	1,86	1,02	20	8	<5	11	5	<10	Ejemplo
22	Después	o	o	0	o	0	1,87	1,06	20	5	<5	18	<4	<10	Ejemplo
23	Después	o	o	0	o	0	1,87	1,05	20	6	<5	10	5	<10	Ejemplo
24	Después	o	o	0	o	0	1,88	1,04	15	4	<5	18	5	<10	Ejemplo
25	Después	o	o	0	o	0	1,84	1,04	15	6	<5	12	<4	<10	Ejemplo

(Ejemplo 4)

Mediante el siguiente procedimiento, se fabricó una lámina de acero eléctrico de grano orientado sin revestimiento de forsterita, que presentaba superiores propiedades magnéticas y manejabilidad.

5 Se fabricó una placa de acero que no contenía elementos formadores de inhibidores por moldeo continuo, que contenía un 0,018 por ciento en masa de C, un 3,32 por ciento en masa de Si, un 0,070 por ciento en masa de Mn y 300 ppm en masa de Sb, y en el que el contenido de Al, N, S y Se se redujo a 40 mm ppm, 25 ppm en masa, 15 ppm en masa y menos de 10 ppm en masa, respectivamente. En esta placa, el resto era hierro e impurezas inevitables. Después de calentar a 1.200 °C, la placa de acero se laminó en caliente para formar una lámina de acero laminada en caliente que tenía un grosor de 1,8 mm, seguido de recocido de la lámina de acero laminado en caliente a 950 °C durante 60 segundos. A continuación, después de que se formara una lámina de acero laminada en frío con un grosor de 0,35 mm por laminado en frío, seguido de recocido de recristalización a 880 °C durante 10 segundos en una atmósfera seca que tenía un punto de rocío de -45 °C, se realizó el recocido final.

15 El separador de recocido se aplicó antes o después del recocido de recristalización de acuerdo con la Tabla 11. La aplicación del separador de recocido se realizó mediante un aplicador de rodillos, y la cocción se llevó a cabo a una temperatura final de la lámina de 250°C, seguido de enfriamiento espontáneo. La cocción se realizó por llama directa de un gas propano. En el recocido final, después de la recristalización secundaria se realizó a 875 °C durante 45 horas en una atmósfera de N<sub>2</sub>, se mantuvo una temperatura de 1.000 °C durante 5 horas en una atmósfera de Ar. Después del recocido final, el recocido de descarbonación se llevó a cabo en una atmósfera oxidante, de manera que el contenido de C en el hierro base disminuyó.

25 Posteriormente, como componentes y condiciones de aplicación del separador de recocido, como era el caso del Ejemplo 1, se realizaron las condiciones de los correspondientes números mostrados en la Tabla. 5. A continuación, se examinaron respectivamente las propiedades de aplicación del separador de recocido, las propiedades de adherencia del mismo después del secado, y el efecto de separación de recocido después del recocido final, y las muestras que presentaban superiores resultados se procesaron adicionalmente en etapas posteriores, de modo que se obtuvieron láminas de producto.

30 En las etapas posteriores, se llevó a cabo la aplicación de una película de revestimiento aislante, su cocción, el recocido de alivio de tensiones. Como película de revestimiento aislante, se utilizó una película de revestimiento aislante de cromato que contenía una resina orgánica, que se ha utilizado generalmente, y se llevó a cabo la cocción a 300 °C. El recocido de alivio de tensiones se realizó a 750 °C durante 2 horas en una atmósfera de nitrógeno.

35 La Tabla 11 muestra las propiedades de aplicación del separador de recocido, sus propiedades de adherencia después del secado, el efecto de separación de recocido después del recocido final, las propiedades magnéticas, las propiedades de la película de revestimiento aislante y los contenidos de Al, C, N, S y Se después del recocido final. Al igual que en el ejemplo 3, el acero al cual se aplicó el separador de recocido de la presente invención mostró superiores resultados independientemente del orden de la etapa de aplicación del separador de recocido.

40

Tabla 11

nº	Orden de la etapa de aplicación del separador de recocido (antes o después del recocido de recristalización)	Propiedades de aplicación	Propiedades de aplicación del separador de recocido	Cantidad desprendida (g/m <sup>2</sup> )	Efecto de separación de recocido	Resistencia al desprendimiento (N)	B <sub>8</sub> (T)	W <sub>17/50</sub> (W/kg)	Radio de curvatura mínimo de la resistencia al desprendimiento a flexión (mm)	Contenido en hierro base (después del recocido final) (ppm en masa)					Observaciones (ejemplo comparativo/ ejemplo)
										Al	N	C	S	Se	
1-1	Después	o	x	1,10	o	0	1,85	1,34	50	40	26	15	15	<10	Comparativo
2-1	Antes	o	x	1,00	△	15	-	-	-	38	28	10	11	<10	Comparativo
2-2	Después	o	x	1,05	o	0	1,84	1,36	55	38	22	14	11	<10	Comparativo
3-1	Antes	o	x	1,05	△	20	-	-	-	38	28	10	11	<10	Comparativo
3-2	Después	o	x	1,15	o	0	1,88	1,29	45	41	24	18	15	<10	Comparativo
4	Después	o	x	1,00	o	0	1,83	1,38	50	38	26	12	14	<10	Comparativo
5	Después	o	o	0	x	80	-	-	-	40	30	16	13	<10	Comparativo
6	Después	o	o	0	o	2	1,83	1,40	15	40	24	20	13	<10	Ejemplo
7	Después	o	o	0	o	4	1,82	1,34	20	41	22	17	10	<10	Ejemplo
8-1	Antes	o	o	0	o	3	1,88	1,29	20	38	28	10	11	<10	Ejemplo
8-2	Después	o	o	0	o	3	1,88	1,28	20	35	19	15	16	<10	Ejemplo
9	Después	o	o	0	o	3	1,84	1,25	20	39	28	19	20	<10	Ejemplo
10-1	Antes	o	o	0	o	0	1,88	1,30	15	38	28	10	11	<10	Ejemplo
10-2	Después	o	o	0	o	0	1,88	1,24	15	36	18	15	15	<10	Ejemplo
11	Después	o	o	0	o	0	1,88	1,25	20	36	18	15	16	<10	Ejemplo
12-1	Antes	o	△	0,7	o	0	1,84	1,28	55	38	28	10	11	<10	Ejemplo
12-2	Después	o	△	0,5	o	0	1,87	1,26	45	40	26	21	15	<10	Ejemplo
13	Después	o	o	0	o	0	1,85	1,39	15	41	19	26	11	<10	Ejemplo
14	Después	x	o	0	△	29	-	-	-	40	24	16	13	<10	Comparativo
15	Después	△	o	0	o	0	1,84	1,37	15	40	25	18	16	<10	Comparativo
16	Después	o	o	0	o	0	1,83	1,38	15	40	21	14	17	<10	Ejemplo
17	Después	o	△	0,80	o	0	1,83	1,41	50	41	22	19	18	<10	Comparativo
18	Después	o	o	0	o	0	1,88	1,25	20	37	27	21	11	<10	Ejemplo
19	Después	x	o	0	△	19	-	-	-	40	23	16	16	<10	Comparativo
20	Después	o	o	0	o	0	1,84	1,35	20	37	20	11	12	<10	Ejemplo
21	Después	o	o	0	o	0	1,85	1,45	15	39	24	9	18	<10	Ejemplo
22	Después	o	o	0	o	0	1,88	1,37	15	40	21	18	11	<10	Ejemplo
23	Después	o	o	0	o	0	1,86	1,36	20	40	23	15	13	<10	Ejemplo
24	Después	o	o	0	o	0	1,85	1,35	20	39	25	14	14	<10	Ejemplo
25	Después	o	o	0	o	0	1,88	1,32	20	40	21	19	14	<10	Ejemplo

(Ejemplo 5)

- 5 Utilizando los separadores de recocido mostrados en la Tabla 12, se fabricaron unas láminas de acero eléctrico de grano orientado. El proceso de fabricación fue tal como se muestra en la Tabla 13, los procesos A y B (procedimiento realizando el recocido final una vez) utilizaron la placa de acero y las condiciones de fabricación del Ejemplo 3, y los procesos C y D (procedimiento por recocido por lotes dos veces) utilizaron la placa de acero y las condiciones de fabricación del Ejemplo 1. En cuanto al separador de recocido, los componentes distintos del componente principal y las condiciones de aplicación fueron los mismos que en el Ejemplo 1. Dado que no se observó prácticamente dispersión por un procedimiento de dispersión en el número 6, el separador de recocido se consideró prácticamente como una solución.
- 10

Los resultados se muestran en la Tabla 13, y todos los separadores de recocido de la presente invención mostraron resultados superiores. Entre ellos, un separador de recocido que contenía un compuesto de Si como compuesto

estable a alta temperatura presentaba un elevado efecto de separación de recocido y, en particular, se utiliza preferiblemente un compuesto de silicio solo como compuesto estable a alta temperatura. Es decir, el Ejemplo 1 (nº 13 en la Tabla 6) y el Ejemplo 3 (nº 13 en la Tabla 10), en el que la cantidad de aplicación y la viscosidad fueron las mismas que las de los números 1 a 5 y 7 mostradas en la Tabla 13 y en la que sólo se utiliza un compuesto de silicio (sílice coloidal) en forma de solución coloidal, mostraron las propiedades más preferibles y fueron mejores que los resultados de este ejemplo mostrados en la Tabla 13.

Tabla 12

nº	Componente principal del separador			Cantidad de aplicación (g/m <sup>2</sup> )	Viscosidad (mPa · s)	Relación de componentes sólidos del compuesto de Al (% en masa)
	Compuesto de Al	Compuesto estable a alta temperatura	Otros			
1	Acetato de Al básico	Sílice coloidal, polvo de TiO <sub>2</sub> fino	-	1,2	1,8	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + SiO <sub>2</sub> + TiO <sub>2</sub> ):50
2	Acetato de Al básico	Sílice coloidal, polvo de TiO <sub>2</sub> fino	Sulfato de Sr	1,2	1,8	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + SiO <sub>2</sub> + TiO <sub>2</sub> ):50
3	Acetato de Al básico	TiO <sub>2</sub> coloidal	-	1,2	1,8	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + TiO <sub>2</sub> ):60
4	Acetato de Al básico	SrO, BaO coloidal	-	1,2	1,8	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +SrO+BaO):70
5	Acetato de Al básico	Polvo de CaO fino	Sulfato de Mg	1,2	1,8	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +CaO):80
6	Acetato de Al básico	Sílice coloidal		0,1	1,8	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + SiO <sub>2</sub> ):90
7	Acetato de Al básico	Polvo de ZrO <sub>2</sub> fino	-	1,2	1,8	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + ZrO <sub>2</sub> ):70

10 Tabla 13

nº	Proceso *	Propiedades de aplicación de aplicación	Propiedades de aplicación del separador de recocido	Cantidad desprendida (g/m <sup>2</sup> )	Efecto de separación de recocido	Resistencia al desprendimiento (N)	B <sub>8</sub> (T)	W <sub>17/50</sub> (W/kg)	Radio de curvatura mínimo de la resistencia al desprendimiento a flexión (mm)	Contenido en hierro base (después del recocido final/segundo recocido por lotes) (ppm en masa)				
										Al	N	C	S	Se
1	A	o	o	0	o	2	1,86	1,05	20	5	<5	13	5	<10
2	A	o	o	0	o	2	1,89	1,02	20	6	<5	13	<4	<10
3-1	A	o	o	0	o	5	1,86	1,05	20	6	<5	14	5	<10
3-2	B	o	o	0	o	6	1,85	1,06	20	5	<5	13	5	<10
4	C	o	o	0	o	5	1,91	1,03	30	9	<5	10	<4	<10
5-1	C	o	o	0	o	5	1,92	0,99	30	5	<5	9	<4	<10
5-2	D	o	o	0	o	4	1,92	0,99	30	8	<5	9	5	<10
6-1	A	o	o	0	o	3	1,85	1,07	20	8	<5	15	5	<10
6-2	C	o	o	0	o	3	1,90	1,05	30	6	<5	9	5	<10
7-1	B	o	o	0	o	5	1,85	1,06	20	7	<5	12	<4	<10
7-2	D	o	o	0	o	4	1,91	1,04	30	7	<5	5	<4	<10

\* A: Recocido de recristalización -> aplicación de separador de recocido -> recocido final

B: Aplicación de separador de recocido -> recocido de recristalización -> recocido final

C: Recocido de recristalización -> aplicación de separador de recocido -> primer recocido por lotes -> recocido continuo ~ segundo recocido por lotes

15 D: Aplicación de separador de recocido -> recocido de recristalización -> primer recocido por lotes -> recocido continuo ~ segundo recocido por lotes

(Ejemplo 6)

20 Se formaron unas placas de acero que tienen las composiciones que se muestran en la Tabla 14 a partir de acero fundido mediante un procedimiento de fundición continua, y se formaron láminas de acero eléctrico de grano orientado de acuerdo con la clasificación mostrada en la Tabla 15 de una manera similar a la del Ejemplo 5. Sin embargo, en el número 2, el contenido en C antes de la recristalización secundaria no se ajustó particularmente y, por lo tanto, también se omitió la decarburación. Además, en los números 1 y 7, el recocido de recristalización se

## ES 2 643 750 T3

realizó en una atmósfera oxidante que tenía un punto de rocío de 30 °C, de modo que el contenido en C antes del segundo recocido de recristalización se ajustó en el intervalo de 100 a 150 ppm en masa.

5 Los separadores de recocido y las condiciones de aplicación fueron como los del nº 13 mostrados en la Tabla 5.

Los resultados se muestran en la Tabla 15. Aunque depende de la composición de las láminas de acero, se realizan todas las propiedades magnéticas esperadas de la composición respectiva.

Tabla 14

nº	Composición de placas de acero							
	C (% masa) en	Si (% masa) en	Mn (% masa) en	Al (ppm masa) en	N (ppm masa) en	S (ppm masa) en	Se (ppm masa) en	Otros (ppm masa) en
1	0,075	3,2	0,05	40	40	20	<10	
2	0,003	3,2	0,05	300	80	20	<10	
3	0,015	2,1	0,04	310	75	20	<10	
4	0,02	7,8	0,05	43	37	20	<10	Sn: 400
5	0,018	3,35	0,008	290	80	20	<10	
6	0,020	3,15	0,065	50	38	20	<10	
7	0,062	3,0	0,03	35	60	20	<10	B: 25
8	0,015	5,0	0,04	30	30	20	150	
9	0,015	3,05	0,05	35	40	150	<10	

10

Tabla 15

nº	Proceso *	Propiedades de aplicación	Propiedades de aplicación del separador de recocido	Cantidad desprendida (g/m <sup>2</sup> )	Efecto de separación de recocido	Resistencia al desprendimiento (N)	B <sub>8</sub> (T)	W <sub>17/50</sub> (W/kg)	Radio de curvatura mínimo de la resistencia al desprendimiento a flexión (mm)	Contenido en hierro base (después del recocido final /segundo recocido por lotes) (ppm en masa)				
										Al	N	C	S	Se
1-1	A	o	o	0	o	0	1,85	1,08	20	7	<5	15	5	<10
2-1	A	o	o	0	o	0	1,82	1,16	20	6	<5	13	<4	<10
3-1	A	o	o	0	o	0	1,87	1,15	20	5	<5	13	<4	<10
1-2	B	o	o	0	o	0	1,85	1,07	20	5	<5	12	<4	<10
2-2	C	o	o	0	o	0	1,82	1,08	30	9	<5	7	6	<10
3-2	D	o	o	0	o	0	1,92	1,08	30	8	<5	8	5	<10
4	A	o	o	0	o	0	1,82	1,02	20	5	<5	11	5	<10
5	A	o	o	0	o	0	1,85	1,06	20	5	<5	14	6	<10
6	C	o	o	0	o	0	1,91	1,03	30	7	<5	9	6	<10
7	B	o	o	0	o	0	1,90	1,05	30	8	<5	6	<4	<10
8	D	o	o	0	o	0	1,91	1,05	30	6	<5	5	5	<10
9	C	o	o	0	o	0	1,90	1,06	30	6	<5	5	5	<10

\* A: Recocido de recristalización -> aplicación de separador de recocido -> recocido final

B: Aplicación de separador de recocido -> recocido de recristalización -> recocido final

C: Recocido de recristalización -> aplicación de separador de recocido -> primer recocido por lotes -> recocido continuo ~ segundo recocido por lotes

D: Aplicación de separador de recocido -> recocido de recristalización -> primer recocido por lotes -> recocido continuo ~ segundo recocido por lotes

15

## REVINDICACIONES

1. Procedimiento de recocido de una lámina de acero eléctrico de grano orientado, que comprende las etapas de:

- 5 aplicar un separador de recocido a una lámina de acero; y recocer la lámina de acero recubierta con el separador de recocido,  
 en el que el separador de recocido comprende:  
 un compuesto de Al, que es por lo menos uno de un acetato de Al básico, un formiato de Al básico, un cloruro de Al básico, un nitrato de Al básico, un oxalato de Al básico, un sulfamato de Al básico, un lactato de Al básico y un  
 10 citrato de Al básico o una mezcla que contiene por lo menos dos de los compuestos anteriores, en el que el compuesto de Al tiene por lo menos uno de un grupo hidroxilo y un grupo de ácido orgánico y un producto deshidratado de un compuesto de Al que tiene un grupo hidroxilo y un grupo de ácido orgánico y un producto deshidratado de un compuesto de Al que tiene un grupo hidroxilo y un grupo de ácido orgánico, cuyo compuesto de Al es en forma de solución o solución coloidal; y por lo menos un compuesto estable seleccionado de SiO<sub>2</sub>, SrO,  
 15 TiO<sub>2</sub>, BaO, CaO y ZrO<sub>2</sub> en forma de solución o solución coloidal, y la viscosidad del separador de recocido es de 25 mPa·s o menos a una temperatura del líquido de 25°C o menos medida por un viscosímetro de Oswald.

2. Procedimiento de recocido de una lámina de acero eléctrico de grano orientado de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el contenido del compuesto de Al es entre un 40 y un 95 por ciento en masa en términos de una relación de componentes sólidos representada por la siguiente ecuación:

relación de componentes sólidos de compuesto de Al = (componente sólido del compuesto de Al) / {(componente sólido del compuesto de Al) + (componente sólido del compuesto estable a alta temperatura (suma))}, donde

- 25 (1) el componente sólido del compuesto de Al se calcula en base a la forma de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, y el componente sólido del compuesto estable a alta temperatura se calcula en base a la forma de un compuesto principal que se forma cuando se realiza la cocción del separador de recocido después de su aplicación, o

- 30 (2) donde los componentes sólidos de los compuestos se calculan en base a las siguientes formas respectivas:

el compuesto de Al ····· Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, el compuesto Si ····· SiO<sub>2</sub>,  
 el compuesto Sr ····· SrO, el compuesto Ca ····· CaO,  
 el compuesto Zr ····· ZrO<sub>2</sub>, el compuesto Ti ····· TiO<sub>2</sub>, y  
 el compuesto Ba ····· BaO.

3. Procedimiento de recocido de una lámina de acero eléctrico de grano orientado de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el por lo menos un compuesto estable es SiO<sub>2</sub> en forma de solución o solución coloidal, en el que la relación entre el compuesto de Al y el compuesto de SiO<sub>2</sub> en forma de solución o solución coloidal calculado en base a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+ SiO<sub>2</sub>) es entre un 40 y un 95 por ciento en masa.

4. Procedimiento de recocido de una lámina de acero eléctrico de grano orientado de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que el separador de recocido comprende, además, S o un compuesto que contiene S, en una proporción de componente sólido de un 25 por ciento en masa o menos que se obtiene cuando al realizar la cocción del separador de recocido después de su aplicación.

5. Procedimiento de recocido de una lámina de acero eléctrico de grano orientado de acuerdo con la reivindicación 4, en el que el S o el compuesto que contiene S es por lo menos uno seleccionado del grupo que consiste en sulfato de Sr, sulfato de Mg y sulfuro de Mg.

6. Uso de un líquido como separador de recocido, comprendiendo el líquido:  
 un compuesto de Al, que es por lo menos uno de un acetato de Al básico, un formiato de Al básico, un cloruro de Al básico, un nitrato de Al básico, un oxalato de Al básico, un sulfamato de Al básico, un lactato de Al básico y un citrato de Al básico o una mezcla que contiene por lo menos dos o más de los compuestos anteriores en forma de solución o solución coloidal; y  
 55 por lo menos un compuesto seleccionado de SiO<sub>2</sub>, SrO, CaO, compuesto ZrO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub> y BaO en forma de solución o solución coloidal, en el que el contenido del compuesto de Al es entre un 40 y un 95 por ciento en masa en términos de una relación de componentes sólidos representada por la siguiente ecuación (2), y el líquido tiene una viscosidad de 25 mPa·s o menos a una temperatura del líquido de 25°C medida por un viscosímetro de Oswald:

- 60 relación de componentes sólidos de compuesto de Al = (componente sólido del compuesto de Al) / {(componente sólido del compuesto de Al) + (componente sólido de dicho por lo menos un compuesto (suma))} ····· ecuación (2)

donde los componentes sólidos de los compuestos se calculan en base a las siguientes formas respectivas:

5 el compuesto de Al  $\cdots \cdots$   $\text{Al}_2\text{O}_3$ , el compuesto Si  $\cdots \cdots$   $\text{SiO}_2$ ,  
el compuesto Sr  $\cdots \cdots$   $\text{SrO}$ , el compuesto Ca  $\cdots \cdots$   $\text{CaO}$ ,  
el compuesto Zr  $\cdots \cdots$   $\text{ZrO}_2$ , el compuesto Ti  $\cdots \cdots$   $\text{TiO}_2$ , y  
el compuesto Ba  $\cdots \cdots$   $\text{BaO}$ .

7. Uso de un líquido como separador de recocido de acuerdo con la reivindicación 6, en el que el compuesto de Al tiene una función de formador de película por cocción en el rango entre 150 y 400 °C.